

PREPARASI MEMBRAN NATA DE COCO-ETILENDIAMIN
DAN STUDI KARAKTERISTIK PENGIKATANNYA
TERHADAP ION Cu^{2+}

S K R I P S I



Diajukan Untuk Memenuhi Persyaratan Meraih Gelar Sarjana Sains
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember



Asal :
Terima : 16 NOV 2002
No. Induk :
Oleh : Han
Klass : 543
PIS : r
@.1

Ewa Disesidharta

NIM. 981810301108

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER

NOVEMBER, 2002

MOTTO

Orang yang pandai adalah orang yang mampu menghargai diri sendiri dan orang lain

Kesalahan terbesar bagi manusia adalah bila ia tidak menggunakan akal dan pikiran sebagaimana mestinya

Hidup tidak akan pernah sia-sia bila digunakan untuk belajar dan belajar, karena hanya orang yang mau belajarliah yang sanggup mengatasi segala masalah dan dia pasti hidup bahagia

Selama jiwa dan raga masih bersatu, jangan pernah berpatah arang untuk terus berkarya dan menggapai cita-cita

Ditengah-tengah kesulitan, masih terbentang sebuah kesempatan. Sayang, terlalu banyak manusia menyerah oleh kesulitan yang menghadang

(Einstein)

Kupersembahkan Maha Karya ini untuk:

- ✧ Allah SWT dan Rasul-Nya; tiada day dan upaya kecuali atas kehendak-Mu, tanpa bimbinganmu kami adalah insan yang bodoh
- ✧ Ayah dan Bunda; doa dan seluruh pengorbanan yang engkau berikan adalah kekuatan bagiku dalam menyelesaikan karya ini
- ✧ Adik-adikku tercinta, Nila dan Grandis; kritikanmu telah memacu semangatku untuk terus maju
- ✧ Tri Maisara; kesetiaan dan kesabaranmu dalam menemani setiap langkahku memupuskan segala keputusan
- ✧ Sobat seperjuangan, Jacky dan Tanti; aku pasti selalu merindukan kebersamaan yang pernah kita jalani
- ✧ Sahabat sejawatku, Dayat, Jacky, Hendri; terima kasih atas semua petualangan dan pengalaman yang pernah kau berikan selama kupijak bumi Jember
- ✧ Seluruh personel Kimia'98; segala dukungan yang kalian berikan, sungguh membanggakan diriku
- ✧ Warga "Widya" yang senantiasa menyemangati dalam menuntut ilmu dan penyelesaian tugas berat ini
- ✧ Almamater tercinta; terima kasih atas semua ilmu dan pengetahuan yang telah diberikan

DEKLARASI

Skripsi ini berisi hasil penelitian yang dilakukan mulai bulan Maret sampai dengan September 2002 di Laboratorium Kimia Fisika dan Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember. Bersama ini saya menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil penelitian saya sendiri kecuali jika disebutkan sumbernya. Skripsi ini belum pernah diajukan pada institusi lain.

Jember, November 2002

Ewa Pisesidharta



ABSTRAK

Ewa Pisesidharta, 98-1108, Oktober 2002, **Preparasi Membran Nata De Coco-Etilendiamin dan Studi Karakteristik Pengikatannya Terhadap Ion Cu^{2+}** , Skripsi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember, Dosen Pembimbing Utama: Drs. Zulfikar, Ph.D, Dosen Pembimbing Anggota: Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc, Ph.D.

Proses preparasi membran nata de coco-etilendiamin (nata-en) dilakukan menggunakan sistem vakum cair. Karakterisasi struktur dilakukan dengan metode spektroskopi infra merah dan UV-VIS. Stabilitas membran dalam sistem cairan etanol dan air, dan kemampuannya dalam mengikat ion logam Cu(II) juga diamati. Proses preparasi berlangsung melalui tiga tahap, meliputi: preparasi nata de coco, aktivasi menggunakan asam sulfat, dan modifikasi menggunakan etilendiamin. Parameter yang diamati dalam penelitian antara lain: konsentrasi aktivator (asam sulfat), waktu aktivasi, dan konsentrasi etilendiamin. Membran nata-en menunjukkan perilaku yang berbeda dengan dua tipe membran dari tahap preparasi sebelumnya, dalam hal sifat mekanik dan strukturnya. Membran nata murni memiliki sifat mekanik sedang, nata teraktivasi cenderung rapuh, sedangkan nata-en bersifat liat. Spektra infra merah dari tipe tiga membran (nata murni, nata teraktivasi, dan nata-en) secara umum tidak mengalami perubahan yang signifikan, namun dalam spektra UV-VIS terjadi pergeseran panjang gelombang maksimum dari masing-masing membran. Membran nata murni memiliki panjang gelombang maksimum pada 265 nm, nata teraktivasi pada 280 nm, sedangkan membran nata-en pada 290 dan 295 nm, masing-masing untuk nata-en yang dipreparasi dengan lama aktivasi 10 menit dan 30 menit. Membran nata-en mengalami degradasi struktur, baik didalam air maupun dalam etanol dengan lama waktu yang dibutuhkan untuk degradasi, masing-masing 2×15 menit dan 3×15 menit. Setiap parameter penelitian memiliki pengaruh pada kemampuan membran nata-en untuk mengikat ion Cu(II) . Membran nata-en menunjukkan kemampuan pengikatan ion Cu(II) paling optimum pada saat di preparasi menggunakan 2 M asam sulfat selama 30 menit dan konsentrasi etilendiamin 1:6 M.

Kata kunci: Nata de coco, etilendiamin, membran nata de coco-etilendiamin (nata-en), ion Cu^{2+} .

Skripsi ini diterima oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

Hari : *Rabu*

Tanggal : **13 NOV 2002**

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

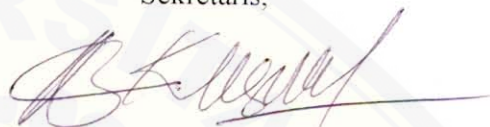
Tim penguji

Ketua,



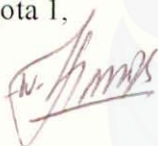
(Drs. Zulfikar, Ph.D)
NIP. 131 660 785

Sekretaris,



(Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc, Ph.D)
NIP. 132 094 129

Anggota 1,



(drh. Wuryanti Handayani, M.Si)
NIP. 131 450 744


Anggota 2,



(Bambang Piluharto, S.Si, M.Si)
NIP. 132 164 055

Mengesahkan,

Dekan FMIPA UNEJ



(Ir. Sumadi, MS)
NIP. 130 368 784

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan segala rahmat, taufik, dan hidayah-Nya, sehingga penulisan skripsi dengan judul "Preparasi Membran Nata De Coco-Etilendiamin dan Studi Karakteristik Pengikatannya Terhadap Ion Cu^{2+} " dapat terselesaikan.

Skripsi ini disusun sebagai salah satu persyaratan untuk meraih gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Terlepas dari segala kekurangan yang ada, skripsi ini memuat hasil penelitian yang telah dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika dan Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia selama bulan Maret-September 2002 dan merupakan salah satu wujud nyata pengembangan ilmu pengetahuan, khususnya pada pengembangan material selulosa nata de coco yang berbasis pada pemahaman terhadap ilmu kimia.

Dalam kesempatan ini, disampaikan ucapan terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada Drs. Zulfikar, Ph.D selaku Dosen Pembimbing Utama dan Drs. Bambang K, M.Sc, Ph.D selaku Dosen Pembimbing Anggota yang dengan penuh kesabaran telah membimbing penulis mulai dari penentuan topik, pelaksanaan penelitian, sampai tersusunnya skripsi ini.

Selanjutnya penulis juga menyampaikan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan kontribusi dalam penyelesaian skripsi ini. Terima kasih pula kepada saudara Khudzaqie dan Tanti yang telah banyak menyumbangkan tenaga, pikiran, dan waktunya selama berlangsungnya penelitian.

Akhirnya penulis berharap skripsi ini dapat memberikan kontribusi yang sangat berarti bagi semua pihak demi kemajuan Ilmu Pengetahuan Indonesia, utamanya pada pengembangan material selulosa nata de coco.

Jember, November 2002

Penulis,

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN MOTTO	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN DEKLARASI	iv
ABSTRAK	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Nata De Coco	5
2.2 Selulosa	6
2.2.1 Struktur dan Sifat Molekul Selulosa	6
2.2.2 Reaksi-reaksi Dalam Selulosa	8
2.3 Etilendiamin	11
2.4 Aplikasi Selulosa Sebagai Membran	12
BAB III. METODE PENELITIAN	14
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	14
3.2 Alat dan Bahan	14
3.3 Rancangan Percobaan	14
3.4 Prosedur Percobaan	15
3.4.1 Pembuatan Nata De Coco	15

3.4.2	Preparasi Membran Nata-en	16
3.4.3	Karakterisasi Membran Secara Spektroskopi	17
3.4.4	Stabilitas Membran Dalam Sistem Cairan	17
3.4.5	Karakteristik Larutan Ion Cu (II) Terhadap Membran Nata-en....	17
3.4.6	Penentuan Kapasitas Pengikatan Membran Terhadap Ion Cu (II)	18
3.4.7	Penentuan Faktor Yang Mempengaruhi Pengikatan Membran Terhadap Ion Cu ²⁺	20
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN		21
4.1	Membran Nata De Coco-Etilendiamin	21
4.2	Karakteristik Spektroskopi Membran Nata De Coco	26
4.3	Stabilitas Membran Dalam Sistem Cairan	33
4.4	Karakteristik Larutan Ion Cu ²⁺ Terhadap Membran Nata-en	35
4.5	Karakteristik pengikatan Nata-en Terhadap Ion Cu ²⁺	40
4.5.1	Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat	40
4.5.2	Pengaruh Waktu Reaksi Asam Sulfat	41
4.5.3	Pengaruh Konsentrasi Etilendiamin	42
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN		44
5.1	Kesimpulan	44
5.2	Saran	45
DAFTAR PUSTAKA		46
LAMPIRAN		48

DAFTAR GAMBAR

2.1	Satu unit rantai molekul selulosa	7
2.2	Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa dalam kondisi asam	9
2.3	Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa dalam kondisi basa	10
2.4	Struktur molekul etilendiamin	11
3.1	Sistem pencetakan membran vakum cair	16
3.2	Hubungan antara jumlah mol Cu (II) dengan absorbansi larutan setelah bereaksi dengan membran nata-en	18
3.3	Kurva kalibrasi larutan Cu (II) dan Cu(en) pada panjang gelombang maksimum Cu (II) dan Cu(en)	19
4.1	Proses fibrilasi rantai linier nata de coco akibat degradasi mekanik	22
4.2	Reaksi hipotetik selama proses modifikasi nata de coco menggunakan etilendiamin	24
4.3	Mekanisme penataan ulang rantai selulosa pendek oleh molekul etilendiamin	25
4.4	Spektra IR nata de coco murni	26
4.5	Spektra IR nata de coco teraktivasi oleh asam sulfat 2 M selama 30 menit	27
4.6	Spektra IR nata termodifikasi dengan etilendiamin	28
4.7	Spektra UV-VIS nata de coco murni	30
4.8	Spektra UV-VIS nata teraktivasi oleh asam sulfat 2 M selama 30 menit	30
4.9	Spektra UV-VIS nata-en, yang di preparasi dengan asam sulfat 2 M selama 10 menit	30
4.10	Spektra UV-VIS nata-en, yang di preparasi dengan asam sulfat 2 M selama 30 menit	31
4.11	Perubahan spektra larutan Cu (II) setelah reaksi dengan membran nata-en variasi konsentrasi asam sulfat, relatif terhadap spektra Cu (II) standar dan Cu(en)	36

4.12	Perubahan spektra larutan Cu (II) setelah reaksi dengan membran nata-en variasi waktu aktivasi, relatif terhadap spektra Cu (II) standar dan Cu(en)	37
4.13	Perubahan spektra larutan Cu (II) setelah reaksi dengan membran nata-en variasi konsentrasi etilendiamin, relatif terhadap spektra Cu (II) standar dan Cu(en)	38
4.14	Perubahan absorbansi larutan Cu (II) di daerah panjang gelombang 800 nm setelah reaksi dengan membran nata-en, pada variasi jumlah mol Cu (II)	39
4.15	Pengaruh konsentrasi asam sulfat pada aktifitas pengikatan nata termodifikasi terhadap ion Cu (II)	40
4.16	Pengaruh waktu aktivasi pada aktifitas pengikatan nata termodifikasi terhadap ion Cu (II)	41
4.17	Pengaruh konsentrasi etilendiamin pada pengikatan ion Cu (II)	42



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nata de coco adalah produk komersial dalam industri makanan yang diperoleh melalui proses fermentasi air kelapa ataupun santan kelapa dengan memanfaatkan kerja dari bakteri *Acetobacter xylinum*. Sebagai bahan pangan, nata de coco sangat digemari karena bermanfaat untuk memperlancar pencernaan dan cocok untuk menu diet. Hal ini disebabkan oleh kandungan seratnya yang tinggi.

Secara kimiawi, serat yang terkandung di dalam nata de coco adalah selulosa. Sementara itu, studi mengenai selulosa sudah sangat meluas baik terhadap senyawaan selulosa itu sendiri maupun terhadap senyawa-senyawa turunannya. Studi tersebut meliputi karakterisasi struktur, modifikasi, hingga studi mengenai aplikasi dan pengembangan dari senyawaan selulosa.

Dalam bidang aplikasi, senyawaan selulosa telah banyak digunakan untuk formulasi pasta gigi, cat, tinta, tekstil, dan kertas. Selain itu senyawaan selulosa dan berbagai jenis senyawa turunannya telah banyak digunakan dalam industri obat-obatan, industri semen (industri bahan bangunan), dan juga dalam industri pengeboran minyak. Senyawa turunan selulosa juga dapat digunakan sebagai absorben dalam popok bayi serta digunakan sebagai media filtrasi (Baldwin, S. D., et al, 1995).

Sato, T., et al (1988) dari Universitas Tokyo telah mengembangkan senyawaan selulosa yang dapat menghasilkan aktivitas redoks spesifik dengan memodifikasi senyawaan tersebut sedemikian rupa sehingga memiliki gugus bermuatan. Dalam perkembangan di bidang kimia analitik, utamanya dalam bidang sensor, senyawaan selulosa dapat dikembangkan dan dimanfaatkan sebagai bahan untuk pembuatan elektrode selektif ion atau *ion selective electrode* (ISE). Saat ini, selulosa asetat telah banyak digunakan sebagai bahan pembuatan membran elektrode selektif ion. Dalam hal ini selulosa asetat bertindak sebagai membran pemisah antar larutan (Strobel, 1989). Tanabe, T., et al (2001)

melaporkan bahwa membran selulosa sangat berguna sebagai matriks (material pendukung) dalam fabrikasi sensor kimia untuk mendeteksi suatu molekul.

Beberapa studi terhadap selulosa nata diantaranya telah dilaporkan oleh Iguchi, M., Yamanaka, S., Budhiono, A. (2000). Dalam studi karakterisasi terhadap nata de coco (*bacterial cellulose*) dengan menggunakan metode difraksi sinar x diketahui bahwa struktur kristalnya sama dengan struktur kristal yang dimiliki oleh selulosa tumbuhan. Informasi tersebut tentunya dapat dijadikan pedoman untuk pengembangan lebih lanjut terhadap senyawaan selulosa, utamanya yang berasal dari nata de coco.

Nata de coco atau *bacterial cellulose* merupakan salah satu sumber alternatif bagi penyediaan selulosa dimana bahan ini lebih mudah dibuat, mudah diolah, dan mudah diperoleh dengan biaya produksi yang lebih murah. Studi mendalam terhadap nata de coco untuk berbagai bidang aplikasi sangat diperlukan untuk meningkatkan nilai tambah bagi produk nata de coco dan tidak terbatas pada pemanfaatannya sebagai produk makanan.

Indrarti, L. dan Yudianti, R. (1995) telah mempelajari pengaruh alkali terhadap sifat fisis dan mekanis dari nata de coco sedangkan Piluharto, B. (2001) telah mempelajari kemungkinan penggunaan selulosa dari nata de coco sebagai membran ultrafiltrasi.

Studi modifikasi struktur nata de coco melalui proses kopolimerisasi belum banyak dilakukan. Pada umumnya, modifikasi struktur selulosa dilakukan untuk meningkatkan sifat fisik dan ketahanan selulosa terhadap bahan-bahan kimia (Fengel dan Wegener, 1995). Pada tahun 1990, Lokhande dan Thakare telah melakukan pembentukan kompleks selulosa-etilendiamin melalui sistem fasa cair maupun fasa gas. Akan tetapi, kompleks yang terbentuk sangat mudah terdegradasi pada berbagai sistem cairan. Dalam penelitian ini, akan dipelajari proses modifikasi nata de coco menggunakan etilendiamin untuk menghasilkan membran selulosa dengan sifat-sifat yang lebih unggul dibandingkan membran selulosa yang telah ada. Dipelajari pula kemampuan membran nata de coco-etilendiamin (nata-en) dalam mengikat ion Cu^{2+} serta karakteristiknya dalam larutan logam Cu^{2+} .

1.2 Perumusan Masalah

Dalam penelitian ini, beberapa masalah yang muncul antara lain adalah sebagai berikut:

- a) bagaimanakah teknik preparasi membran nata de coco-etilendiamin (nata-en)?
- b) bagaimanakah karakter strukturnya ditinjau secara spektroskopi (IR dan UV-VIS) ?
- c) bagaimanakah stabilitas membran nata de coco-etilendiamin dalam sistem cairan (air dan etanol) ?
- d) bagaimanakah kemampuan membran nata de coco-etilendiamin dalam mengikat ion Cu^{2+} ?
- e) faktor apa yang mempengaruhi karakter struktur dan pengikatan membran nata-en ?

1.3 Batasan Masalah

Karakter struktur membran dipelajari menggunakan metode spektroskopi infra merah dan UV-VIS.

Ion Cu^{2+} dipilih untuk mempelajari kemampuan pengikatan membran berdasarkan anggapan bahwa pengikatan membran berlangsung melalui kompleksasi logam-etilendiamin dan Cu^{2+} merupakan salah satu ion logam yang mampu membentuk kompleks dengan etilendiamin serta memiliki konstanta pembentukan kompleks yang tinggi ($\sim 10^{19}$).

Karakteristik larutan Cu^{2+} setelah reaksi dengan membran nata-en juga dipelajari sebagai pendukung dalam menentukan metode kuantifikasi ion Cu^{2+} yang dapat diikat oleh membran nata-en.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini antara lain adalah:

- a) mempelajari teknik preparasi membran nata-en;
- b) mempelajari karakter struktur membran secara spektroskopi (IR dan UV-VIS);
- c) mengetahui stabilitas membran nata-en dalam sistem cairan (air dan etanol);
- d) mengetahui kemampuan pengikatan membran nata-en terhadap ion Cu^{2+} ;

- e) mengetahui faktor-faktor yang mempengaruhi karakter struktur dan pengikatan membran.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi berharga bagi perkembangan ilmu pengetahuan, utamanya dalam pengembangan material selulosa nata de coco. Hasil penelitian ini diharapkan juga bermanfaat sebagai material dasar untuk dikembangkan pada berbagai bidang aplikasi, misalnya sebagai bahan filter gas atau sebagai material dasar sensor kimia.





BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nata De Coco

Nata de coco merupakan produk hasil fermentasi air kelapa yang mengandung senyawa kimia dan unsur-unsur mineral (Giyarto, 1997). Nata digunakan sebagai istilah terhadap materi yang bergelatin yang terbentuk pada permukaan larutan yang mengandung gula, terutama sukrosa atau gula tebu. Mendoza (1961) mendefinisikan nata sebagai lapisan yang tebal berwarna putih atau krem, tidak larut, lapisan bergelatin dari sel, dan merupakan polisakarida yang dibentuk oleh *Acetobacter xylinum* pada permukaan medium yang mengandung gula dan diasamkan, mengandung etanol, dan nutrien lain (Suranti, 1991).

Air kelapa merupakan media yang cocok untuk pertumbuhan bakteri *Acetobacter xylinum*. Apabila ditumbuhkan dalam media yang mengandung gula dan kondisinya sesuai, bakteri ini mampu memecah gula yang ada di dalam substrat untuk membuat polisakarida yaitu selulosa ekstraseluler. Pada proses awal bakteri tersebut mengeluarkan substansi yang berlendir. Pada waktu yang tidak lama, benang selulosa segera dibentuk (Suranti, 1991). Bakteri ini akan terperangkap dalam massa fibrilar yang dibuatnya dalam suatu pelikel (jaringan halus) selulosa yang disebut nata (Giyarto, 1997). Berdasarkan pengamatan menggunakan mikroskop elektron, diketahui bahwa selulosa yang dibuat oleh *Acetobacter xylinum* memiliki bentuk serat dan diameter yang sama dengan serat selulosa dari dinding tanaman (Suranti, 1991).

Telah diketahui bahwa selulosa yang diproduksi melalui fermentasi dengan bakteri memiliki sifat mekanik yang sangat bagus. Hal ini mendorong pada setiap orang untuk memanfaatkannya secara luas, tidak hanya terbatas pada pembuatan nata de coco sebagai bahan makanan tetapi juga untuk aplikasi lainnya, misalnya sebagai bahan pembuatan sensor pada headphone (Iguchi, M., et al, 2000).

2.2 Selulosa

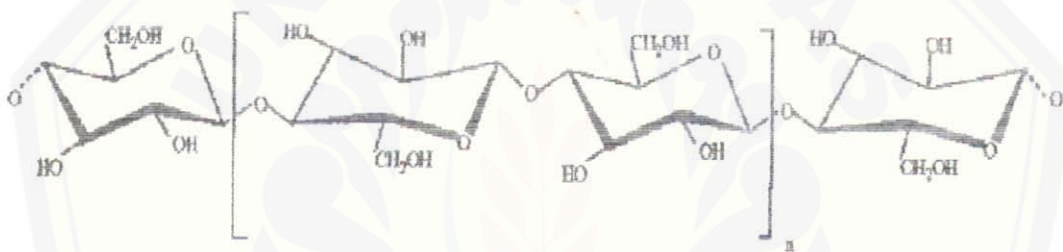
Selulosa adalah polisakarida yang tersusun atas satuan-satuan glukosa yang dihubungkan dengan ikatan glikosida β -1,4 antar molekul glukosa penyusunnya (Fessenden, 1999). Bahan ini merupakan komponen penyusun dinding sel tumbuhan yang memberikan daya regang sangat tinggi sehingga memungkinkan bagi tumbuhan untuk tumbuh dan berkembang (John, P., 1992). Penggunaannya sebagai bahan dasar industri cukup meluas sehingga selulosa banyak diisolasi untuk kepentingan tersebut.

2.2.1 Struktur dan Sifat Molekul Selulosa

Secara kimiawi selulosa merupakan polimer linier glukuan dengan struktur rantai yang seragam. Bukti adanya keseragaman unit dan ikatan didalam selulosa diperoleh melalui proses metilasi dan percobaan-percobaan lainnya (Fengel, Wegener, 1995). Saat ini telah diketahui bahwa selulosa memiliki empat bentuk struktur yaitu selulosa I, selulosa II, selulosa III, dan selulosa IV. Selulosa I dimiliki oleh selulosa alam. Walaupun sumbernya berasal dari jenis tumbuhan yang berbeda namun strukturnya memiliki bentuk kristalografi yang sama (John, P., 1992). Berdasarkan studi difraksi sinar x, selulosa yang disintesa melalui proses fermentasi dengan bakteri (*Bacterial cellulose*) juga memiliki bentuk kristalografi seperti selulosa I. Dalam hal ini, dua unit selobiosa ditata secara paralel dan molekul selulosa cenderung memiliki orientasi planar yang spesifik (Iguchi, M., et al, 2000). Penataan secara paralel berarti setiap rantai dalam mikrofibril selulosa memiliki orientasi arah yang seragam (Sjostrom, E., 1995). Jika selulosa alam (selulosa I) dilarutkan pada suatu pelarut yang sesuai dan kemudian diendapkan, atau apabila selulosa tersebut diolah dalam larutan basa dan dicuci dengan air maka selulosa akan mengkristal dalam bentuk yang berbeda dengan bentuk pertama. Selulosa ini disebut selulosa II (John, P., 1992). Struktur selulosa II memiliki ikatan hidrogen yang sangat kuat sehingga secara termodinamika strukturnya lebih stabil daripada struktur selulosa I dan dengan demikian selulosa II tidak dapat diubah kembali menjadi selulosa I. Diketahui pula bahwa setiap rantai di dalam selulosa II memiliki orientasi anti paralel

(Sjostrom, E., 1995). Selulosa III dan IV merupakan hasil konversi selulosa I dan selulosa II pada suhu tinggi. Keempat bentuk selulosa tersebut memiliki perbedaan utama pada susunan kisi kristalnya (Fengel, Wegener, 1995).

Secara umum selulosa merupakan polimer alam yang sangat kokoh dan cenderung bersifat kristalin. Kokohnya struktur selulosa merupakan kontribusi dari interaksi molekulernya secara keseluruhan. Molekul selulosa yang berupa rantai-rantai atau mikrofibril dari D-glukosa, tersusun sebagai berkas-berkas terlipat mirip tali dimana setiap lipatan tersebut satu dengan lainnya dihubungkan oleh ikatan hidrogen (Fessenden, 1999). Satu rantai molekul selulosa dilukiskan dalam gambar 2.1.



Gambar 2.1. Satu unit rantai molekul selulosa

Ikatan hidrogen di dalam selulosa terjadi secara intermolekuler maupun intramolekuler. Dalam hal ini, pembentukan ikatan hidrogen melibatkan peranan gugus hidroksil yang terdapat di dalam molekul selulosa. Ikatan hidrogen intra molekul berlangsung pada gugus-gugus OH yang terdapat pada satu rantai molekul selulosa sedangkan ikatan hidrogen intermolekul berlangsung pada gugus-gugus OH dari satu rantai dengan gugus OH dari rantai selulosa yang lain. Banyaknya gugus OH yang dapat membentuk ikatan hidrogen akan menentukan kekuatan dari struktur selulosa. Keberadaan gugus-gugus OH tidak hanya menentukan struktur supramolekul selulosa tetapi juga menentukan sifat fisika dan kimia selulosa (Fengel, Wegener, 1995)

Gugus OH bebas yang terdapat pada kedua ujung rantai polimer selulosa memiliki sifat atau perilaku yang berbeda. Gugus OH yang terikat pada ujung

atom C₁ adalah gugus hidrat aldehid yang diturunkan dari pembentukan cincin melalui ikatan hemiasetal intramolekul. Hal ini menyebabkan gugus OH tersebut memiliki sifat pereduksi. Gugus OH yang terikat pada ujung atom C₄ pada selulosa merupakan hidroksil alkoholat. Akibatnya gugus tersebut bersifat bukan pereduksi. Lebih lanjut dapat dinyatakan bahwa selulosa merupakan senyawa polialkohol karena setiap unit glukosa di dalam rantai molekulnya mengandung tiga gugus hidroksil.

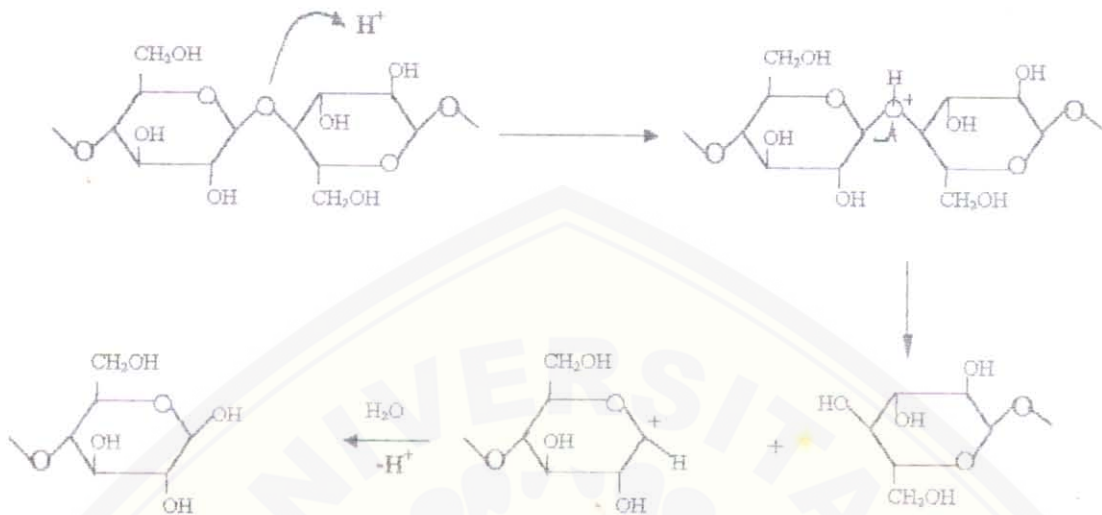
Dalam proses modifikasi maupun pelarutan selulosa, keberadaan gugus OH akan tetap mempunyai peran penting. Gugus tersebut dapat bereaksi seperti halnya pada senyawaan alkohol lainnya untuk membentuk senyawaan-senyawaan turunannya. Untuk melakukan proses modifikasi, pada umumnya perlu dilakukan pelarutan selulosa sehingga dalam melakukan proses-proses transformasi tersebut dapat berlangsung dengan baik. Biasanya selulosa akan dikonversi terlebih dahulu dalam bentuk turunan ester atau eter. Dengan demikian, proses reaksi selanjutnya dapat berlangsung dalam kondisi yang homogen.

Selama proses transformasi selulosa untuk membentuk berbagai senyawa turunannya, kondisi reaksi harus diperhatikan dengan baik karena dapat menyebabkan degradasi struktur selulosa dan hasilnya tidak sesuai dengan yang diinginkan. Kondisi tersebut meliputi pH, konsentrasi, temperatur, dan sebagainya. Berbagai model reaksi dapat berlangsung dalam proses transformasi senyawa selulosa, misalnya reaksi hidrolisis, reduksi-oksidasi, substitusi, dan eliminasi (Binkley, 1988).

2.2.2 Reaksi-reaksi Dalam Selulosa

Di dalam media yang bersifat asam, selulosa dapat mengalami reaksi hidrolisis, baik secara total maupun secara parsial. Reaksi hidrolisis tersebut melibatkan proses pemecahan ikatan glikosida sehingga menghasilkan satuan-satuan glukosa. Pada tahap awal dari reaksi ini, ion H⁺ (proton) akan menyerang atom oksigen pada ikatan glikosida. Langkah ini diikuti dengan pemecahan ikatan C-O yang berlangsung dalam proses yang lambat. Selanjutnya akan terbentuk zat antara karbokation siklik dan segera bereaksi dengan molekul air membentuk

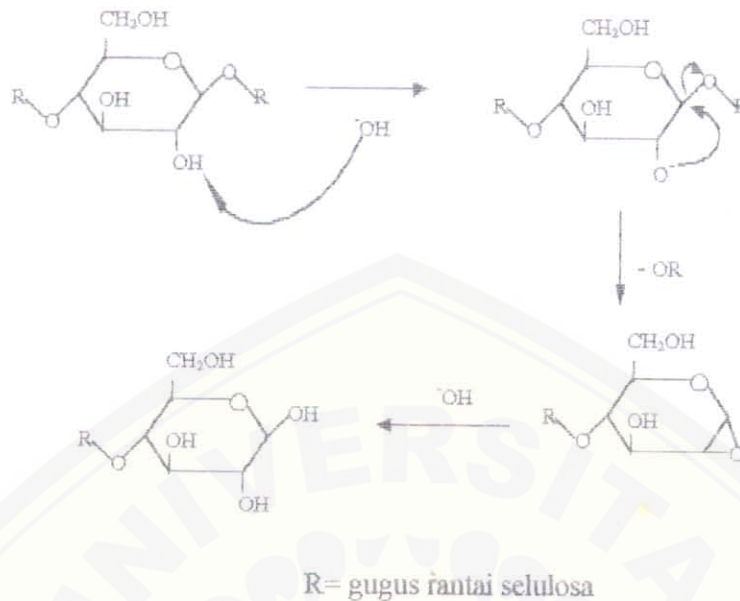
produk akhir yang stabil dengan disertai pelepasan proton. Mekanisme reaksi hidrolisis asam dinyatakan dalam gambar 2.2.



Gambar 2.2 Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa dalam kondisi asam

Selain reaksi hidrolisis, reaksi dehidrasi juga dapat berlangsung dalam media asam. Reaksi dehidrasi merupakan salah satu model reaksi eliminasi dimana pada proses reaksinya disertai dengan pelepasan molekul air. Reaksi-reaksi dehidrasi secara khusus terjadi selama perlakuan panas terhadap selulosa. Sebagaimana yang telah disebutkan di muka, reaksi dehidrasi merupakan reaksi-reaksi samping pada proses hidrolisis dalam suasana asam. Dehidrasi yang dikatalisis asam pada kondisi yang lunak dapat menghasilkan pembentukan gula anhidrat (Fenger, Wegener, 1995).

Di dalam media yang bersifat basa, selulosa juga dapat mengalami berbagai macam proses reaksi. Salah satu macam reaksi yang dapat berlangsung adalah reaksi degradasi ujung. Proses degradasi tersebut akan menyebabkan pemutusan ikatan glikosida seperti halnya reaksi hidrolisis dalam media asam. Akan tetapi, proses pemecahan ikatan glikosida dalam media basa cenderung pada laju yang lebih lambat bila dibandingkan dengan proses pemecahan ikatan glikosida dalam media asam (Fengel, Wegener, 1995).



Gambar 2.3. Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa dalam kondisi basa

Pembentukan kopolimer cangkok merupakan salah satu proses reaksi selulosa yang tidak kalah penting, terutama di dalam proses modifikasi struktur selulosa. Kopolimer cangkok merupakan produk senyawaan yang tersusun atas kerangka polimer alam yang memiliki rantai samping berupa polimer sintetik yang berikatan secara kovalen dengan bahan asal. Pencangkokan terhadap selulosa dilakukan terutama untuk memperbaiki sifat dan perilakunya.

Proses reaksi pencangkokan dapat berlangsung melalui tiga kelompok reaksi dasar meliputi pencangkokan dengan cara polimerisasi radikal, interaksi ion, dan pencangkokan dengan reaksi kondensasi atau adisi. Sampai dengan tahun 1989, studi yang paling banyak digunakan adalah melalui cara polimerisasi radikal. Radikal yang diperlukan untuk menjalankan reaksi dapat diproduksi dengan cara kimia, radiasi ataupun cara mekanis. Salah satu contoh pembentukan kopolimer cangkok dengan cara polimerisasi radikal adalah pencangkokan ester akrilat kedalam serat selulosa yang berikatan silang. Produk yang dihasilkan adalah berupa elastomer.

Sejauh ini studi terhadap cara kondensasi dan adisi masih sedikit dilakukan. Beberapa studi awal yang telah dilakukan misalnya pada kondensasi

polieter molekul rendah (dari bahan etilen glikol dan asam adipat) dengan selulosa yang dilakukan oleh Rogovin (1960). Rebek et al pada tahun 1976 telah mencangkokkan siloksan kedalam selulosa dengan cara kondensasi. Sedangkan cara adisi telah dilakukan pada pencangkokan polietilen imin pada selulosa (Fengel, Wegener, 1995).

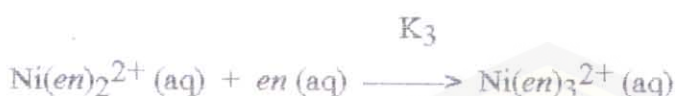
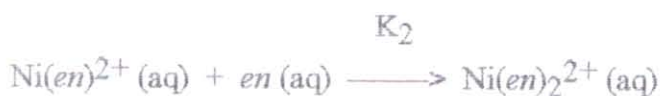
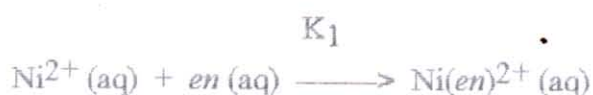
2.3 Etilendiamin

Dalam kimia koordinasi, etilendiamin dikenal sebagai ligan bidentat yang biasa digunakan untuk membuat senyawa kompleks dengan logam (Sukardjo, 1992). Senyawaan ini termasuk dalam kategori ligan pengganti yang cukup kuat, berdasarkan posisinya dalam deret spektrokimia ligan (Cotton, Wilkinson, 1990). Pada proses pengolahan selulosa, etilendiamin biasanya digunakan sebagai bahan pengembang bagi struktur selulosa, terutama pada proses transformasi struktur selulosa (Palikar, K., M., Batrabet, S., M., 1981). Secara struktural, molekul etilen diamin dinyatakan dalam gambar 2.4.



Gambar 2.4. Struktur molekul etilendiamin

Berdasarkan struktur molekulnya dapat dilihat bahwa molekul tersebut memiliki gugus reaktif pada atom N-nya. Etilendiamin mampu membentuk senyawaan dengan berbagai jenis logam antara lain Ni^{2+} , Co^{2+} , dan Cr^{3+} (Sukardjo, 1992). Hal tersebut memberikan manfaat, utamanya dalam proses analisa yang didasarkan pada warna kompleks yang terbentuk, misalnya pada analisa menggunakan spektrofotometer cahaya tampak. Pembentukan senyawaan kompleks etilendiamin dengan logam dicontohkan dalam persamaan reaksi berikut:



Penggunaan etilendiamin tidak terbatas pada pembuatan senyawa kompleks dengan ion-ion logam. Dalam tahun 1990, Lokhande dan Thakare melaporkan pembentukan senyawaan kompleks selulosa dengan etilendiamin. Pada studi difraksi sinar X diketahui bahwa etilendiamin membentuk kompleks yang stabil dengan selulosa. Etilendiamin mampu menjadikan selulosa katun mengembang. Akan tetapi dilaporkan pula bahwa senyawaan kompleks tersebut dapat terdekomposisi dalam dimetilformamida, utamanya pada suhu 100 °C. Selain itu senyawaan tersebut mudah rusak dalam pelarut etanol (Lokhande, Thakare, 1990). Pada laporan itu tidak disebutkan bagaimana interaksi antara selulosa dengan etilendiamin. Studi tersebut masih terbatas pada perbandingan hasil terhadap dua metode sintesa yang dilakukan yaitu metode sintesa dalam fasa cair dan metode sintesa fasa uap.

2.4 Aplikasi Selulosa Sebagai Membran

Secara umum, membran dapat dinyatakan sebagai pembatas antara dua fasa dan bersifat selektif (Mulder, M., 1991). Membran elektroaktif merupakan salah satu jenis membran yang umumnya dicirikan oleh aktivitas redoksnya. Dalam hal ini, material elektroaktif tersebut mampu melakukan pemutusan dan pembentukan ikatan melalui proses transfer muatan (iupac.org/goldbook, 2001). Toshihiko Sato dan Takeshi Endo (1988) menunjukkan bahwa membran selulosa yang dimodifikasi menggunakan 1-propil-4-(4'-piridil)piridinium bromida mampu menghasilkan aktivitas redoks spesifik.

Penggunaan selulosa sebagai bahan pembuatan membran semakin meluas oleh karena sifat mekaniknya yang kuat. Proses pembuatan membran dari bahan selulosa melibatkan berbagai macam reaksi melalui gugus-gugus hidroksil yang terdapat di dalam molekul selulosa. K.V. Cheng, dkk (1994) menggunakan selulosa sebagai membran penukar ion untuk penanganan limbah logam berat. Dalam studi tersebut, selulosa dirombak menjadi selulosa xantat yang memiliki gugus aktif ditiokarbonat sebagai gugus penukar kation.

Dalam perkembangan teknologi membran, berbagai turunan selulosa ester, misalnya selulosa asetat, selulosa nitrat, telah banyak dikembangkan sebagai membran filtrasi untuk berbagai bidang aplikasi. Proses desalinasi air laut adalah salah satu bidang aplikasi yang memanfaatkan senyawaan selulosa sebagai membran filter (Mulder, 1991). Studi awal penggunaan selulosa nata juga telah dilakukan. Lucia Indrarti dan Rike Yudianti (1995) telah mempelajari pengaruh alkali terhadap sifat fisis dan mekanis dari nata de coco sedangkan Bambang Piluharto (2001) telah mempelajari kemungkinan penggunaan selulosa dari nata de coco sebagai membran ultrafiltrasi.

Kaitannya dengan perkembangan di dunia analitis, utamanya di bidang sensor, selulosa juga banyak digunakan sebagai matriks sensor. Tetsuya Tanabe dkk (2001) melaporkan bahwa membran selulosa sangat berguna sebagai matriks (material pendukung) dalam fabrikasi sensor kimia untuk mendeteksi suatu molekul. Dalam hal ini, selulosa dimodifikasi melalui proses oksidasi sehingga menghasilkan gugus-gugus aldehid. Gugus aldehid tersebut digunakan sebagai media untuk mengikatkan reagen secara kovalen sehingga dihasilkan material aktif untuk deteksi molekuler.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisika dan Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember, pada bulan Mei sampai dengan September 2002.

3.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: *blender*, nampan plastik, *hot plate*, mikrometer, neraca analitik, stirrer magnetik, *stop watch*, pH meter, penyaring Whatmann, *vacum water pipe*, press kaca, spektrometri 21D, spektrofotometer UV-VIS merk Shimadzu tipe UV-365, spektrofotometer infra merah (FT/IR-5300 merk Jasco) serta beberapa peralatan gelas (beaker glass, gelas ukur, pipet tetes, pipet mohr, pipet volume, pengaduk, dan labu ukur).

Bahan yang digunakan yang digunakan ini meliputi: air kelapa, gula pasir, *Acetobacter xylinum*, amonium sulfat, asam asetat glasial, natrium hidroksida, etilendiamin monohidrat, etanol absolut, asam sulfat, aquades, dan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

3.3 Rancangan Percobaan

Preparasi membran nata de coco-etilendiamin (nata-en) dilakukan melalui tiga tahap:

- a) degradasi mekanik nata de coco;
- b) aktivasi nata de coco menggunakan asam sulfat;
- c) modifikasi nata de coco menggunakan etilendiamin (Zulfikar, 2001).

Parameter penelitian yang digunakan untuk mempelajari faktor-faktor yang mempengaruhi karakteristik membran, antara lain:

- a) konsentrasi aktivator (asam sulfat);
- b) lama aktivasi;

c) konsentrasi etilendiamin.

Dalam setiap tahap preparasi membran, salah satu parameter di variasi di mulai dari parameter pertama, sedangkan parameter yang lain dijaga konstan. Hasil optimum tahap sebelumnya, digunakan untuk tahap berikutnya. Kondisi optimum dari setiap tahap, ditentukan dari hasil penentuan jumlah ion logam (Cu^{2+}) yang terikat pada membran nata-en. Tingkat signifikan setiap hasil percobaan diuji melalui perhitungan standar deviasi (SD) dan relatif standar deviasi (RSD).

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}}$$

dimana;

x_i = hasil pengukuran setiap ulangan

n = jumlah ulangan

\bar{x} = hasil pengukuran rata-rata

Nata de coco yang digunakan untuk preparasi membran nata-en diperoleh melalui proses fermentasi air kelapa. Penyiapan nata de coco disampaikan dalam prosedur percobaan 3.4.1.

Alur kerja percobaan, ditunjukkan dalam lampiran 1.

3.4 Prosedur Percobaan

3.4.1 Pembuatan Nata De Coco

400 mL air kelapa diletakkan dalam beaker glass dan dipanaskan sampai mendidih. Air kelapa yang telah mendidih ditambahkan 10 % gula dan 2,5 % amonium sulfat lalu diaduk hingga gula dan amonium sulfat terlarut sempurna. Larutan tersebut didinginkan, di pindah dalam nampan plastik, kemudian ditambahkan asam asetat glasial hingga pH 4 (kurang lebih sebanyak 1% asam asetat) lalu ditambahkan 10 % starter (*Acetobacter xylinum*). Persentase dari setiap bahan yang ditambahkan mengacu pada jumlah air kelapa yang digunakan (400 mL). Berikutnya, wadah ditutup menggunakan kertas koran dan di fermentasi selama 7-10 hari. Nata de coco yang dihasilkan, dicuci dengan air sampai pH netral. Selanjutnya dibersihkan berulang kali dengan menggunakan larutan NaOH 2 % dan dibilas dengan aquades hingga pH netral. Pada tahap akhir,

nata de coco dicuci menggunakan etanol. Hal ini dimaksudkan untuk menghilangkan bakteri yang masih tertinggal di dalam nata serta material-material non-selulosa yang tersisa (Iguchi, M., et al, 2000).

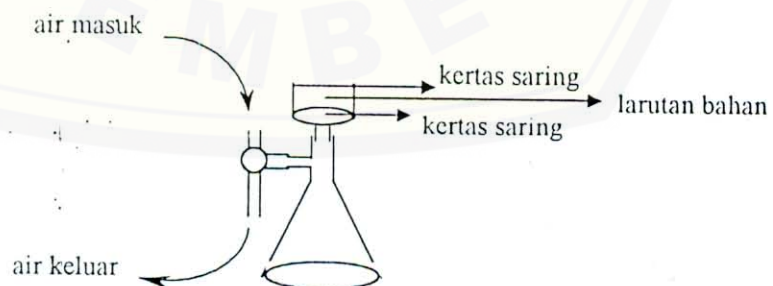
3.4.2 Preparasi Membran Nata-en

25 gram nata basah di degradasi secara mekanik menggunakan *blender* kemudian diaktivasi menggunakan asam sulfat pada berbagai konsentrasi (1-4 M) dan waktu (10, 30, 50, 70 menit).

Nata yang telah di aktivasi dengan asam sulfat, direaksikan dengan etilendiamin, dalam kondisi sistem reaksi yang *distirrer*. Konsentrasi etilendiamin di variasi (1.2, 1.6, 2, 2.4 M) dan waktu reaksi dijaga konstan (20 menit).

Disiapkan tiga jenis membran sesuai dengan tiga tahap modifikasi, untuk mengamati perubahan struktur nata de coco. Masing-masing adalah membran nata de coco murni, nata teraktivasi, dan nata termodifikasi (nata-en). Membran nata murni (membran jenis 1) disiapkan dari hasil degradasi mekanik nata. Membran nata teraktivasi (membran jenis 2) disiapkan dari membran jenis 1 yang telah direaksikan dengan asam sulfat. Membran nata-en diperoleh dari membran jenis 2 yang telah direaksikan dengan etilendiamin.

Setiap jenis membran di preparasi menggunakan sistem pencetakan membran seperti skema berikut:



Gambar 3.1. Sistem pencetakan membran vakum cair

Dalam sistem tersebut, larutan bahan (nata de coco) dilewatkan penyaring secara perlahan agar diperoleh membran dengan permukaan yang homogen.

Membran akan terbentuk setelah komponen cairan dari larutan bahan melewati penyaring dan komponen bahan tertahan oleh penyaring. Bahan yang tertahan oleh kertas saring dicetak menggunakan plat kaca yang diberi beban seberat 1 kg. Waktu pencetakan kurang lebih 24 jam dan dikeringkan pada suhu 50-60 °C

3.4.3 Karakterisasi Membran Secara Spektroskopi

Masing-masing jenis membran (nata murni, nata teraktivasi, dan nata-en) dikarakterisasi menggunakan metode spektroskopi UV-VIS dan infra merah. Metode karakterisasi ini digunakan untuk mempelajari perubahan struktur nata de coco dalam setiap tahap proses modifikasi.

Karakterisasi spektroskopi UV-VIS menggunakan spektrofotometer UV-VIS Shimadzu tipe UV-365. Membran dengan ukuran yang sesuai diletakkan ke dalam kuvet dan dibaca pada daerah panjang gelombang antara 200-800 nm.

Karakterisasi infra merah dilakukan dengan spektrofotometer FT/IR-5300 Jasco. Membran dibuat pelet dengan KBr dan dibaca pada daerah bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} .

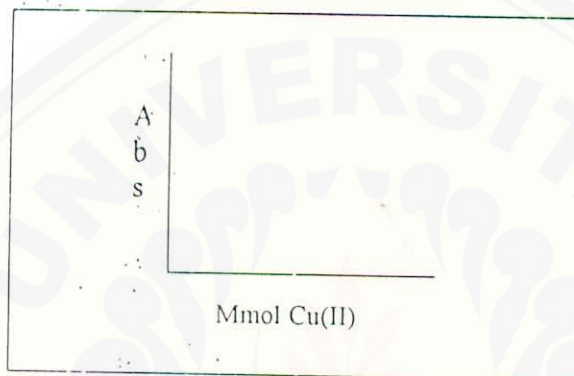
3.4.4 Stabilitas Membran Dalam Sistem Cairan

Cairan yang digunakan untuk pengujian ini adalah air dan etanol. Membran berukuran 1x2 cm direndam dalam 150 mL cairan selama 15 menit dan diulang hingga menunjukkan perubahan. Perubahan diamati dengan menambahkan beberapa tetes larutan Cu^{2+} pada membran. Jika membran menghasilkan perubahan warna menjadi ungu atau biru gelap, etilendiamin masih berada dalam membran, sedangkan bila membran tidak menghasilkan perubahan warna berarti etilendiamin telah terdegradasi secara sempurna oleh cairan uji.

3.4.5 Karakteristik Larutan Ion Cu(II) Terhadap Membran Nata-en

Percobaan ini digunakan sebagai pendukung terhadap pengujian stabilitas membran dalam sistem cairan, dan merupakan informasi pendukung pada tahap penelitian mengenai ion Cu^{2+} yang terikat pada membran nata-en.

Membran nata-en berukuran 1x2 cm direaksikan dengan larutan Cu (II) 0,1 M selama 30 menit, dengan variasi jumlah volume Cu (II). Setiap hasil reaksi membran-larutan Cu(II) pada variasi jumlah volume yang berbeda, dilakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang maksimum Cu(II). Variasi jumlah volume larutan Cu (II) yang dilakukan, sebanding dengan variasi jumlah mol larutan Cu (II). Hubungan antara absorbansi vs jumlah mol Cu(II) dalam grafik akan menunjukkan karakteristik membran dalam larutan Cu(II).



Gambar 3.2. Hubungan antara jumlah mol Cu(II) dengan absorbansi larutan setelah bereaksi dengan membran nata-en

3.4.6 Penentuan Kapasitas Pengikatan Membran Terhadap ion Cu^{2+}

Pengukuran dilakukan menggunakan Spectronic 21D. Mula-mula, dilakukan pengukuran absorbansi larutan Cu (II) 0,1 M pada daerah panjang gelombang 400-840 nm. Selanjutnya, membran nata-en direaksikan dengan 25 mL larutan Cu (II) 0,1 M selama 30 menit. Sisa larutan Cu (II) hasil reaksi dengan membran, diukur absorbansinya pada daerah panjang gelombang 400-840 nm.

Apabila terjadi peningkatan absorbansi pada larutan hasil reaksi dengan membran, dilakukan pengujian sifat aditif larutan standar Cu^{2+} , relatif terhadap absorbansi larutan standar kompleks Cu(en)^{2+} . Sifat aditif kedua larutan ditentukan dari spektra Cu^{2+} dan Cu(en)^{2+} . Jika pada λ_{maks} Cu(II) mengandung serapan Cu(en) dan pada λ_{maks} Cu(en) mengandung serapan Cu(II), maka kedua larutan tersebut bersifat aditif satu sama lain.

Kemampuan membran dalam mengikat ion Cu(II) dideteksi melalui pengukuran serapan larutan logam pada panjang gelombang maksimum dari Cu(II) dan Cu(en). Besarnya logam yang terikat ke membran ditentukan melalui persamaan sistem dua komponen sebagai berikut:

$$\text{Abs}_{\lambda_{\text{maks Cu}}} = K_{1,1} [\text{Cu(II)}] + K_{2,1} [\text{Cu(en)}]$$

$$\text{Abs}_{\lambda_{\text{maks Cu(en)}}} = K_{1,2} [\text{Cu(II)}] + K_{2,2} [\text{Cu(en)}]$$

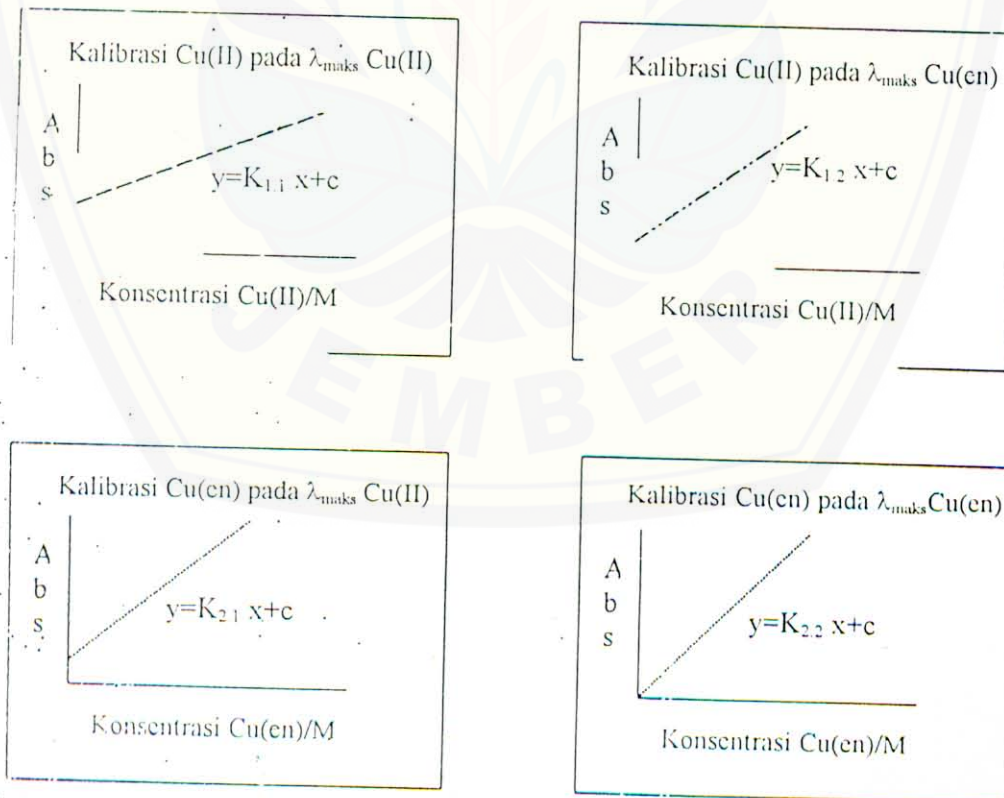
Keterangan: $K_{1,1}$ = absorpsivitas Cu(II) pada $\lambda_{\text{maks Cu(II)}}$

$K_{1,2}$ = absorpsivitas Cu(II) pada $\lambda_{\text{maks Cu(en)}}$

$K_{2,1}$ = absorpsivitas Cu(en) pada $\lambda_{\text{maks Cu(II)}}$

$K_{2,2}$ = absorpsivitas Cu(en) pada $\lambda_{\text{maks Cu(en)}}$

Masing-masing konstanta absorpsivitas larutan ditentukan melalui kurva kalibrasi berikut:



Gambar 3.3. Kurva kalibrasi larutan Cu(II) dan Cu(en) pada $\lambda_{\text{maks Cu(II)}}$ dan $\lambda_{\text{maks Cu(en)}}$

3.4.7. Penentuan Faktor Yang Mempengaruhi Pengikatan Membran Nata-en Terhadap Ion Cu^{2+}

Tahap ini diperoleh dari hasil penentuan kapasitas pengikatan ion Cu (II). Berdasarkan hasil tersebut, apabila setiap variasi dari masing-masing parameter (konsentrasi asam sulfat, lama aktivasi, dan konsentrasi etilendiamin) yang digunakan dalam preparasi membran menunjukkan perbedaan kapasitas pengikatan ion Cu (II), maka setiap parameter yang diamati memiliki pengaruh terhadap kemampuan pengikatan ion Cu (II).





BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Terdapat beberapa hal yang dapat disimpulkan dari hasil penelitian ini, antara lain:

- 1) Membran nata-en yang dipreparasi menggunakan sistem vakum menghasilkan ketebalan membran rata-rata 0,1 mm.
- 2) Selama preparasi membran nata-en, terjadi penyerapan molekul etilendiamin dalam jaringan selulosa nata. Selain itu, membran nata-en yang diperoleh dari tahap akhir modifikasi nata memiliki sifat mekanik yang lebih kuat dibandingkan nata murni maupun nata yang diaktivasi dengan asam sulfat.
- 3) Perbedaan yang nyata dari spektra IR untuk setiap tahap modifikasi, muncul pada daerah serapan gugus OH terutama dalam lebar dan intensitas serapannya. Sedangkan pada spektra UV-VIS, serapan masing-masing terjadi pada panjang gelombang 265 nm (nata murni), 280 nm (nata teraktivasi), 290 nm dan 295 nm (nata-en yang diaktivasi selama 10 dan 30 menit).
- 4) Dalam sistem cairan, air maupun etanol, membran nata-en mengalami pelepasan etilendiamin dalam jangka waktu yang berbeda. Degradasi membran nata-en dalam sistem cairan menunjukkan bahwa membran tersebut sangat rentan terhadap serangan molekul air. Namun demikian, pengikatan ion Cu (II) oleh membran nata-en dapat dipelajari karena masih terdapat etilendiamin di dalam membran.
- 5) Hasil optimasi dari setiap parameter penelitian menunjukkan bahwa membran nata-en mampu mengikat ion Cu^{2+} paling efektif saat membran dipreparasi dengan asam sulfat 2 M selama 30 menit dan konsentrasi etilendiamin 1,6 M dalam jangka waktu reaksi 20 menit. Jadi, setiap parameter yang diamati dalam penelitian memiliki pengaruh terhadap kuantitas ion Cu (II) yang dapat diikat oleh membran nata-en.
- 6) Ion Cu (II) yang dapat diikat oleh membran nata-en optimum adalah 0.01127 M atau 11,27 % dari larutan Cu (II) mula-mula (0,1 M).

5.2 Saran

Sebagai kajian ilmiah, penelitian ini masih perlu dikembangkan lebih dalam. Merujuk pada hasil yang diinginkan, penelitian ini belum mampu mencapai sasarannya sehingga diperlukan studi lanjut yang lebih meyakinkan, baik secara teoritis maupun eksperimental, agar dapat memperoleh hasil yang lebih baik. Dalam hal ini, disarankan agar meninjau kembali penggunaan asam sebagai aktivator atau menguji penggunaan aktivator lain yang lebih berpeluang melangsungkan aktivasi secara lebih efektif untuk keperluan modifikasi nata de coco. Salah satu contoh aktivator yang berpeluang dapat digunakan secara lebih efektif adalah natrium periodat.

Natrium periodat merupakan salah satu jenis oksidator yang telah terbukti efektif untuk mengaktifasi gugus hidroksil selulosa. Hasil oksidasi gugus hidroksil selulosa menggunakan natrium periodat adalah gugus aldehid, sebagaimana yang telah dilakukan oleh Tanabe, T., et al (2001). Hasil ini diperkirakan bersifat lebih aktif dalam mengikat gugus amina dari etilendiamin, daripada hasil aktivasi menggunakan asam sulfat, seperti yang telah dilakukan dalam penelitian ini.

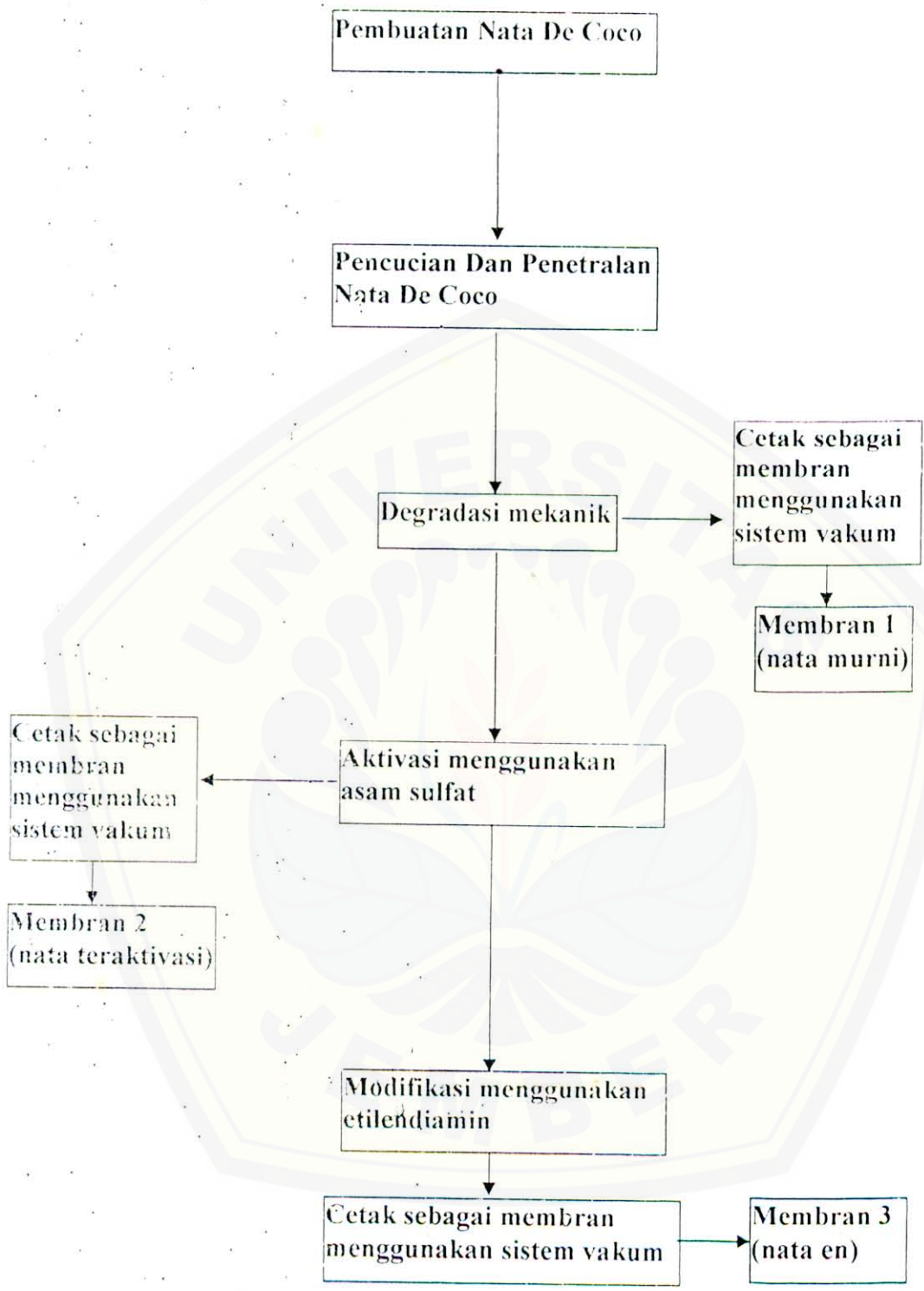
DAFTAR PUSTAKA

- Baldwin, S., D., et al, 1995, *Plastics, Rubber, and Paper Recycling. A Pragmatic Approach*, American Chemical Society, Washington, D.C
- Binkley, R.,W., 1988, *Modern Carbohydrate Chemistry*, Marcel Dekker, Inc, New York
- Cheng, V. K, Wong, T. C, Chan, W. H, , 1994, "The Preparation and Characterization of a Cellulose Xanthate Based Ion-Exchange Reagent", *Journal of Chemical Education*, vol. 71, p. 803-805
- Cotton, F., A., Wilkinson, G., 1989, *Kimia Anorganik Dasar*, penerjemah: Suharto, S., UI-Press, Jakarta
- Fengel, Wegener, 1995, *Kayu*, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta
- Fessenden, 1999, *Kimia Organik*, Jilid 2, Edisi Ketiga, Erlangga, Jakarta
- Giyarto, Ir, 1997, *Teknologi Fermentasi. Penuntun Praktikum*, Fakultas Pertanian, Universitas Jember, Jember
- Iguchi, M, Yamanaka, S., Budhiono, A., 2000, " Review Bacterial Cellulose- A Masterpiece of Nature's Arts", *Journal of Material Science*, vol. 35, p. 1-10
- Indrarti, L., Yudianti, R., 1995, "Pengaruh Alkali Pada Sifat Fisis Dan Mekanis Dari Lapisan Tipis Bioselulosa", *Simposium Nasional-Himpunan Polimer Indonesia*, hal. 97- 100
- Isaacs, N., 1996, *Physical Organic Chemistry*, 2nd edition, Longman, Singapore
- [iupac.org/goldbook/http://www.](http://www.iupac.org/goldbook/http://www.), 2001
- James, E., D., Crouch, 1988, *Spectrometry Chemical Analysis*, Ellis Horwood-Prentice Hall, England
- John, P., 1992, *Biosynthesis of The Major Crop Products*, John Wiley and Sons, Chicester
- Lokhande, H., T., Thakare, A., M., 1990, " Formation of Ethylenediamine-Cellulose Complexes by Vapor-Phase Treatment", *Journal of Polimer Science: Part C: Polymer Letters*, vol. 28, p. 21-23

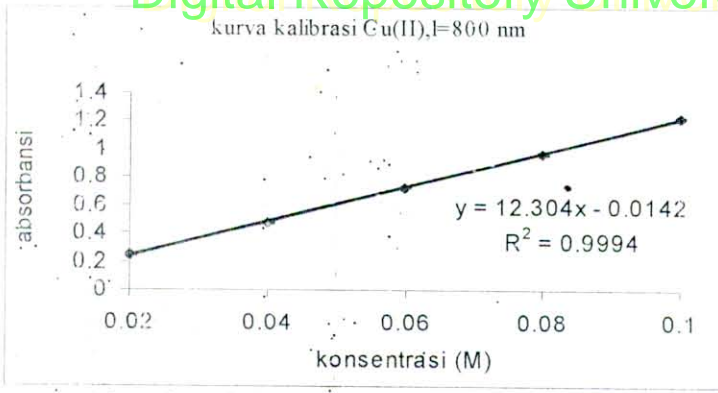
- Mulder, M., 1991, *Basic Principles of Membrane Technology*, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht
- Paralihar, K., M., Batrabet, S., M., 1981, "The Structures of Cellulose II and III Investigated by Electron Diffraction Technique", *Journal of Polymer Science: Polymer Letters Edition*, vol. 19, p. 555-560
- Piluharto, B., 2001, "Studi Awal Penggunaan Nata De Coco Sebagai Membran Ultrafiltrasi", *Tesis*, ITB, Bandung
- Sjostrom, E., 1995, *Kimia Kayu*, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta
- Stecher, P., G., et al, 1960, *The Merck Index of Chemicals and Drugs*, 7th edition, Merck and Co, Inc., New Jersey
- Strobel, A. H., Heineman, R. W., 1989, *Chemical Instrumentation: A Systematic Approach*, 3rd edition, John Wiley and Sons
- Sukardjo, 1992, *Kimia Koordinasi*, Rineka Cipta, Jakarta
- Suranti, 1990, "Usaha Mempertinggi Hasil Nata De Coco Dengan Penambahan Kecambah Kedelai", *Laporan Penelitian*, Pusat Penelitian UNEJ, Jember
- Sato, T., Takhesi, E., 1988, "Preparation of Cellulose Derivatives Containing The Viologen Moiety", *Journal of Polymer Science: Part C: Polymer Letters*, vol. 26, p. 341-345
- Tanabe, T., et al, 2001, "Immobilized Fluorescent Cyclodextrin on a Cellulose Membrane as a Chemosensor for Molecule Detection", *Analytical Chemistry*, vol. 73, p. 3126-3130
- Zulfikar, 2001a, "Surface Study of Pure and Hydrolyzed Nata De Coco Membrane", *Jurnal Agribisnis*, vol. 5, p. 18-26
- Zulfikar, 2001b, *Report Non Degree Programme*, DUE Project, Jember University

Digital Repository Universitas Jember

DIAGRAM ALIR PROSES MODIFIKASI NATA DE COCO

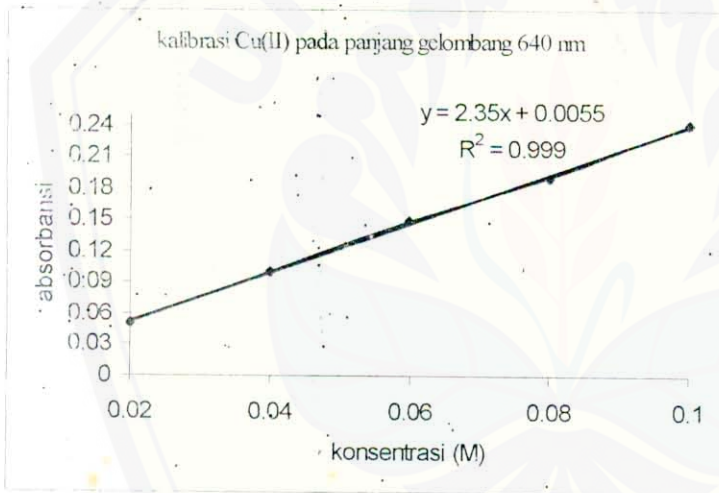


Kurva Kalibrasi Larutan Cu (II)



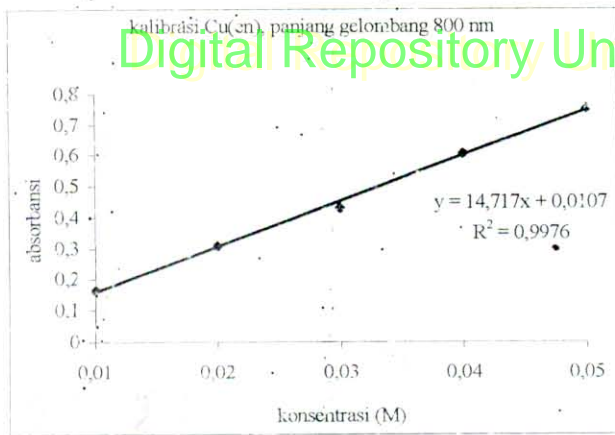
Absorbansi Cu(II), $\lambda= 800$ nm

[Cu(II)]	Absorbansi						rata-rata	SD	RSD
0.02	0.241	0.243	0.241	0.243	0.243	0.242	0.242167	0.000983	0.00406
0.04	0.47	0.469	0.47	0.469	0.469	0.47	0.4695	0.000548	0.001167
0.06	0.716	0.722	0.72	0.72	0.72	0.72	0.719667	0.001966	0.002732
0.08	0.964	0.962	0.966	0.96	0.962	0.964	0.963	0.002098	0.002178
0.1	1.22	1.22	1.22	1.235	1.235	1.225	1.225833	0.00735	0.006004



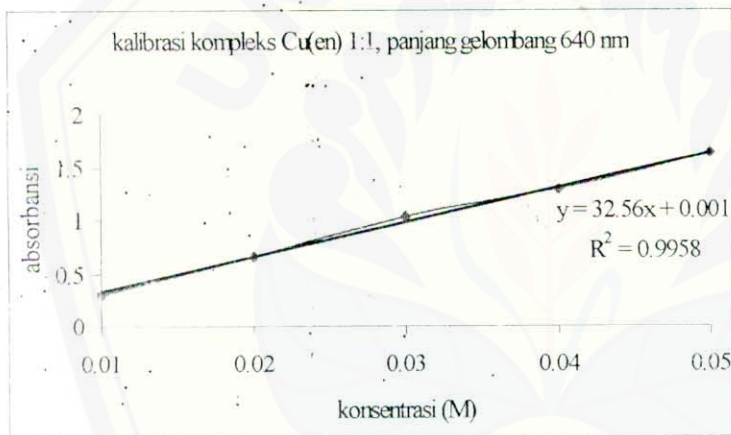
Absorbansi Cu (II), $\lambda= 640$ nm

[Cu(II)]	absorbansi						rata-rata	SD	RSD
	1	2	3	4	5	6			
0.02	0.05	0.05	0.051	0.052	0.05	0.05	0.0505	0.000837	0.016568
0.04	0.102	0.103	0.101	0.102	0.1	0.101	0.1015	0.001049	0.010333
0.06	0.149	0.149	0.149	0.147	0.15	0.149	0.148833	0.000983	0.006606
0.08	0.192	0.189	0.191	0.19	0.191	0.19	0.1905	0.001049	0.005506
0.1	0.241	0.24	0.24	0.242	0.241	0.242	0.241	0.000894	0.003711



Absorbansi Cu(en)²⁺, λ = 800 nm

[Cu(en)]	absorbansi						rata-rata	SD	RSD
	1	2	3	4	5	6			
0.01	0.166	0.165	0.166	0.163	0.163	0.162	0.164167	0.001722	0.010492
0.02	0.311	0.31	0.31	0.308	0.306	0.307	0.308667	0.001966	0.006371
0.03	0.433	0.43	0.432	0.43	0.432	0.433	0.431667	0.001366	0.003165
0.04	0.608	0.606	0.605	0.602	0.602	0.601	0.604	0.002757	0.004564
0.05	0.754	0.754	0.748	0.754	0.752	0.752	0.752333	0.002338	0.003108



Absorbansi Cu(en)²⁺, λ = 640 nm

[Cu(en)]	Absorbansi						rata-rata	SD	RSD
	1	2	3	4	5	6			
0.01	0.305	0.304	0.304	0.305	0.305	0.306	0.304833	0.000753	0.002469
0.02	0.678	0.652	0.649	0.652	0.64	0.64	0.651833	0.013949	0.021399
0.03	1.052	1.05	1.036	1.03	1.02	1.02	1.034667	0.014067	0.013595
0.04	1.3	1.28	1.27	1.28	1.265	1.27	1.2775	0.01255	0.009824
0.05	1.62	1.62	1.61	1.61	1.64	1.52	1.62	0.010954	0.006762

Persamaan Umum:

$$\text{Abs}_{\lambda=800} = 12,304 [\text{Cu(II)}] + 14,717 [\text{Cu(en)}]$$

$$\text{Abs}_{\lambda=640} = 2,350 [\text{Cu(II)}] + 32,560 [\text{Cu(en)}]$$

1. Variasi konsentrasi asam sulfat

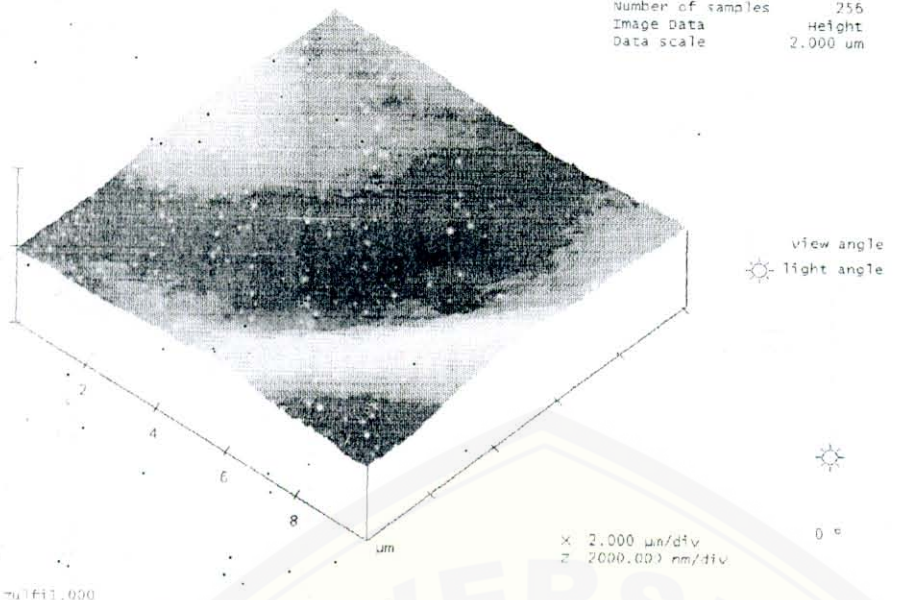
[H ₂ SO ₄] (M)	besarnya Cu(II) yang terikat (M)			rata-rata	SD	RSD
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3			
1	0.02564	0.02776	0.02383	0.025743	0.001967	0.07641
2	0.02877	0.02429	0.02602	0.02636	0.002259	0.085708
3	0.022	0.0259	0.02504	0.024313	0.002049	0.084276
4	0.01683	0.01997	0.01737	0.018057	0.001679	0.092977

2. Variasi waktu reaksi asam sulfat

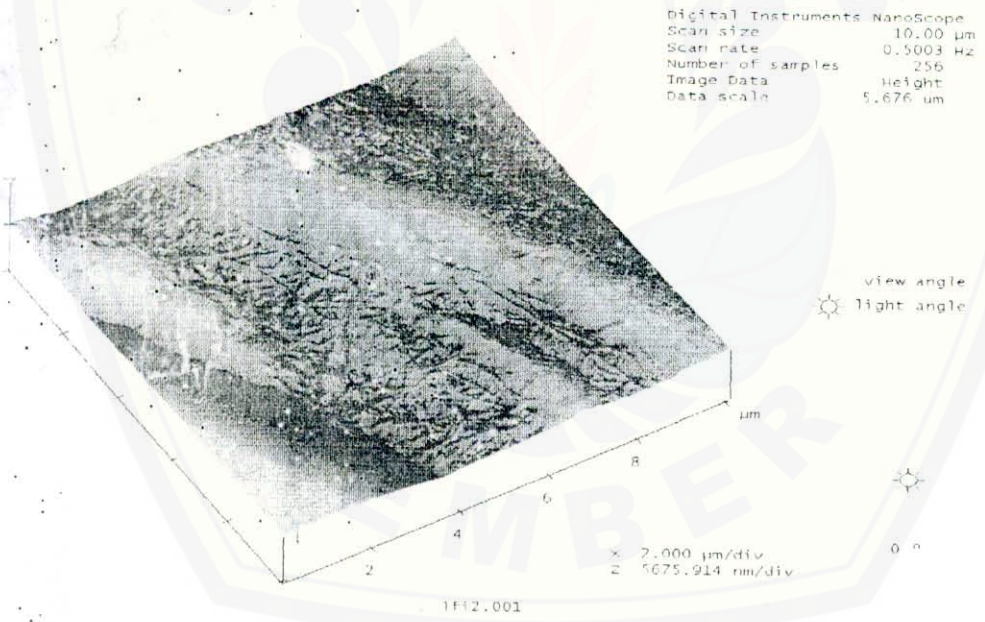
waktu reaksi dengan asam sulfat (menit)	besarnya Cu(II) yang terikat (M)			rata-rata	SD	RSD
	ulangan 1	ulangan 2	ulangan 3			
10	0.00456	0.00461	0.00432	0.004497	0.000155027	0.034476
30	0.01167	0.01164	0.01187	0.011727	0.000125033	0.010662
50	0.00699	0.00667	0.00636	0.006673	0.000315013	0.047205
70	0.00708	0.00816	0.00802	0.007753	0.00058731	0.075749
90	0.00597	0.00597	0.0061	0.006013	0.000075055	0.012481

3. Variasi konsentrasi etilendiamin

[en] (M)	Besarnya Cu(II) yang terikat (M)			rata-rata	SD	RSD
	ulangan 1	ulangan 2	ulangan 3			
1.2	0.00914	0.00807	0.00971	0.008973	0.000833	0.092787
1.6	0.01167	0.01164	0.01187	0.011727	0.000125	0.010662
2	0.00717	0.00782	0.00726	0.007417	0.000352	0.047485
2.4	0.00409	0.00478	0.00462	0.004497	0.000361	0.080316

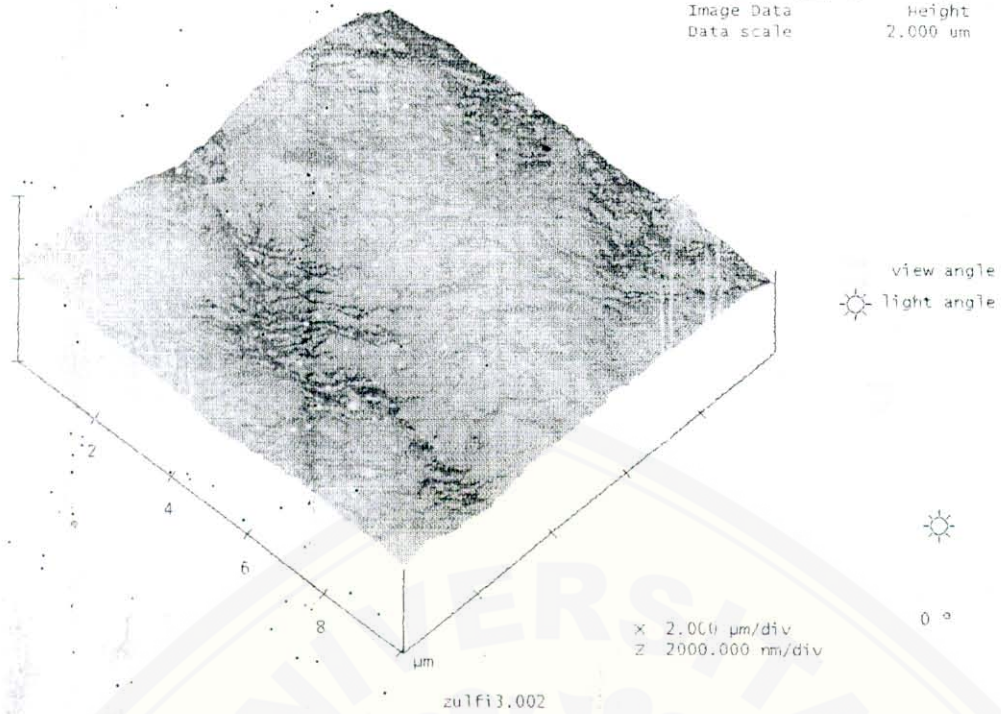


Gambar 1. Struktur tiga dimensi nata de coco murni



Gambar 2. Struktur tiga dimensi nata teraktivasi oleh asam sulfat 2 M

Digital Instruments NanoScope
Scan Size 10.000 μm
Scan Rate 6.000 Hz
Number of samples 256
Image Data Height
Data scale 2.000 μm



Gambar 3. Struktur tiga dimensi nata-en

Lampiran 5

1. Data spektra perubahan panjang gelombang maksimum dari larutan Cu (II) setelah direaksikan dengan membran nata-en variasi konsentrasi asam sulfat, relatif terhadap spektra dari Cu (II) standar 0,1 M dan Cu(en)^{2+}

Panjang gelombang (nm)	ABSORBANSI						
	Cu(en)	Cu^{2+}	Asam sulfat		Asam sulfat		Asam sulfat
			1 M	2 M	3 M	4 M	
400	0.044	0.009	0.036	0.031	0.086	0.069	0.055
420	0.046	0.004	0.035	0.021	0.048	0.045	0.038
440	0.086	0.003	0.034	0.027	0.043	0.044	0.038
460	0.174	0.003	0.04	0.033	0.051	0.044	0.038
480	0.335	0.005	0.056	0.05	0.063	0.06	0.06
500	0.542	0.007	0.11	0.117	0.108	0.093	0.093
520	0.758	0.01	0.195	0.195	0.193	0.158	0.158
540	0.964	0.02	0.33	0.328	0.337	0.246	0.246
560	1.145	0.034	0.525	0.511	0.535	0.354	0.354
580	1.305	0.056	0.738	0.746	0.756	0.475	0.475
600	1.44	0.094	0.982	0.98	0.986	0.6	0.6
620	1.53	0.155	1.19	1.205	1.19	0.72	0.72
640	1.57	0.244	1.38	1.37	1.365	0.84	0.84
660	1.55	0.372	1.52	1.51	1.5	0.956	0.956
680	1.49	0.526	1.62	1.59	1.62	1.056	1.056
700	1.39	0.692	1.7	1.64	1.66	1.145	1.145
720	1.275	0.852	1.72	1.67	1.7	1.21	1.21
740	1.14	1	1.7	1.65	1.66	1.235	1.235
760	0.996	1.115	1.66	1.6	1.61	1.245	1.245
780	0.854	1.185	1.57	1.52	1.54	1.215	1.215
800	0.724	1.23	1.48	1.42	1.45	1.17	1.17
820	0.603	1.22	1.315	1.33	1.345	1.11	1.11
840	0.512	1.19	1.225	1.22	1.24		

2. Data spektra perubahan panjang gelombang maksimum dari larutan Cu (II) setelah direaksikan dengan membran nata-en variasi waktu aktivasi, relatif terhadap spektra dari Cu (II) standar 0,1 M dan Cu(en)²⁺

Panjang gelombang (nm)	ABSORBANSI						
	Cu ²⁺ standar	Cu(en)	10 menit	30 menit	50 menit	70 menit	90 menit
400	0.009	0.044	0.038	0.017	0.014	0.017	0.008
420	0.004	0.046	0.027	0.013	0.009	0.013	0.011
440	0.003	0.086	0.02	0.01	0.01	0.011	0.009
460	0.003	0.174	0.016	0.01	0.011	0.012	0.009
480	0.005	0.335	0.017	0.017	0.022	0.019	0.015
500	0.007	0.542	0.019	0.033	0.03	0.026	0.022
520	0.01	0.758	0.03	0.061	0.056	0.048	0.042
540	0.02	0.964	0.05	0.11	0.103	0.087	0.063
560	0.034	1.145	0.084	0.181	0.169	0.144	0.113
580	0.056	1.305	0.129	0.273	0.258	0.22	0.171
600	0.094	1.44	0.19	0.376	0.357	0.312	0.246
620	0.155	1.53	0.27	0.49	0.465	0.411	0.336
640	0.244	1.57	0.371	0.612	0.585	0.522	0.449
660	0.372	1.55	0.498	0.74	0.714	0.659	0.585
680	0.526	1.49	0.646	0.872	0.858	0.8	0.73
700	0.692	1.39	0.794	0.996	0.99	0.934	0.882
720	0.852	1.275	0.94	1.11	1.115	1.065	1.026
740	1	1.14	1.065	1.2	1.21	1.17	1.145
760	1.115	0.996	1.16	1.26	1.275	1.235	1.235
780	1.185	0.854	1.225	1.285	1.31	1.295	1.285
800	1.23	0.724	1.24	1.27	1.305	1.27	1.26
820	1.22	0.603	1.225	1.23	1.27	1.25	1.255
840	1.19	0.512	1.2	1.175	1.23	1.2	1.21

3. Data spektra perubahan panjang gelombang maksimum dari larutan Cu (II) setelah direaksikan dengan membran nata-en variasi konsentrasi etilendiamin, relatif terhadap spektra dari Cu (II) standar 0,1 M dan Cu(en)²⁺

Panjang gelombang (nm)	ABSORBANSI					
	Cu ²⁺ standar	Cu(en) ²⁺	[en] 1,2 M	[en] 1,6 M	[en] 2,0 M	[en] 2,4 M
400	0.009	0.044	0.01	0.017	0.017	0.025
420	0.004	0.046	0.01	0.013	0.012	0.02
440	0.003	0.086	0.01	0.01	0.013	0.014
460	0.003	0.174	0.01	0.01	0.012	0.011
480	0.005	0.335	0.01	0.017	0.016	0.013
500	0.007	0.542	0.02	0.033	0.025	0.015
520	0.01	0.758	0.05	0.061	0.047	0.026
540	0.02	0.964	0.09	0.11	0.077	0.045
560	0.034	1.145	0.1	0.181	0.128	0.076
580	0.056	1.305	0.22	0.273	0.196	0.12
600	0.094	1.44	0.31	0.376	0.276	0.18
620	0.155	1.53	0.41	0.49	0.368	0.255
640	0.244	1.57	0.54	0.612	0.492	0.369
660	0.372	1.55	0.66	0.74	0.595	0.484
680	0.526	1.49	0.78	0.872	0.724	0.629
700	0.692	1.39	0.9	0.996	0.854	0.78
720	0.854	1.275	1.04	1.11	0.972	0.928
740	1.000	1.140	1.14	1.2	1.065	1.065
760	1.115	0.996	1.2	1.26	1.13	1.16
780	1.185	0.854	1.26	1.285	1.27	1.225
800	1.23	0.724	1.2	1.27	1.265	1.245
820	1.22	0.603	1.2	1.23	1.12	1.225
840	1.19	0.512	1.16	1.175	1.07	1.18

4. Data perubahan absorbansi larutan Cu (II) di daerah panjang gelombang 800 nm setelah direaksikan dengan membran nata-en, pada variasi jumlah mol Cu^{2+}

Jumlah mol Cu (II)	Absorbansi
1	1.285
2	1.275
3	1.24
3.25	1.235
3.5	1.23
4	1.23
4.5	1.23
5	1.23

