



**STUDI MODIFIKASI NATA DE COCO DENGAN
4-(2-PYRIDYLAZO) RESORCINOL [PAR] DAN
KEMAMPUAN PENGIKATANNYA TERHADAP ION
LOGAM Co (II)**

SKRIPSI

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



Asal : Hadiah
Terima : Pembelian
No. Induk : Tgl 6 JUL 2003
Klass 541.37
HAR
S @ 1

Oleh :

Eanti Haryati

NIM. 981810301071

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER**

Juni, 2003

MOTTO

*Bacalah (Kai Muhammad) dengan nama Tuhanmu
yang menciptakan.*

Q.S. 96 Surat Al-Alaq

Maka hadapkanlah wajahmu dengan mantap kepada agama menurut fitrah Allah yang telah menciptakan fitrah itu pada manusia. Tidak dapat diubah (hukum-hukum) ciptaan Allah. Itulah agama yang benar, tetapi kebanyakan manusia tiada mengetahui

Qs. 30 Surat Ar Ruum

Bukankah sebaik-baiknya kamu orang yang bekerja untuk dunianya saja lampa akhiratnya dan tidak pula orang-orang yang bekerja untuk akhiratnya saja dan meninggalkan dunianya. Dan sesungguhnya sebaik-baiknya kamu adalah orang yang bekerja untuk akhirat dan untuk dunia

Hadis

Take Time to Think. It is The Source of Power

Take Time to Read. It is The Foundation of Wisdom

Take Time to Quiet. It is Opportunity to Seek God

Take Time to Dream. It is Future Made of

Take Time to Pray. It is Greatest Power on Earth

Author Unknown

PERSEMBAHAN

- *Sujud dan Syukur kepada Allah SWT, Aku mohon pertolonganMu dalam meluruskan hati dan menyempurnakan ikhtiar*
- *Bapak dan Ibu, terimakasih atas semua doa dan pengorbanan yang telah diberikan dengan ikhlas, semoga aku dapat membalasnya*
- *Adikku tercinta Cucuk, kritikan dan dorongan semangatmu membuatku terpacu untuk menjadi lebih baik, "kejarlah impianmu"*
- *Kakek Rusti, Keluarga (Suprayitno dan Adb Azis), terimakasih telah memberikan dukungan moril dan materi*
- *Sepupu-sepupuku tersayang, Mbak (Ida, Ely, Emi) dan Dik (Kiki, Audi, Wiwin)*
- *Sahabat-sahabatku, Kurnia, Diana, Siti, Ika, Via dan Kakakku Titin Ketulusan dan kebersamaan yang kalian berikan sangat berarti bagiku, "semoga kalian bahagia"*
- *Teman-teman group nata de coco Ewa, Totok, Jacky diskusi dengan kalian mendorongku menyempurnakan karya tulis ini. Dik Amy terimakasih telah menjadi sahabatku*
- *Teman-teman group sensor (98) Remi (terimakasih untuk pembelian bahan), Neny, Yanti, Lia, Tri, Hendri, Dayat, "terapkanlah ilmu yang kalian dapat"*
- *Teman-teman '98, group Sensor dan Zeolit '99, Mas Budi (Aku takkan melupakan kenangan menyenangkan selama di Lab)*
- *Warga Kalimantan 8/4, Dik (Sulis, Diah, Eni, Aning, Elis, Yeni), kekeluargaan yang telah terjalin akan kuingat selalu*
- *Almamaterku UNEJ, terimakasih untuk semua ilmu yang telah aku dapat*

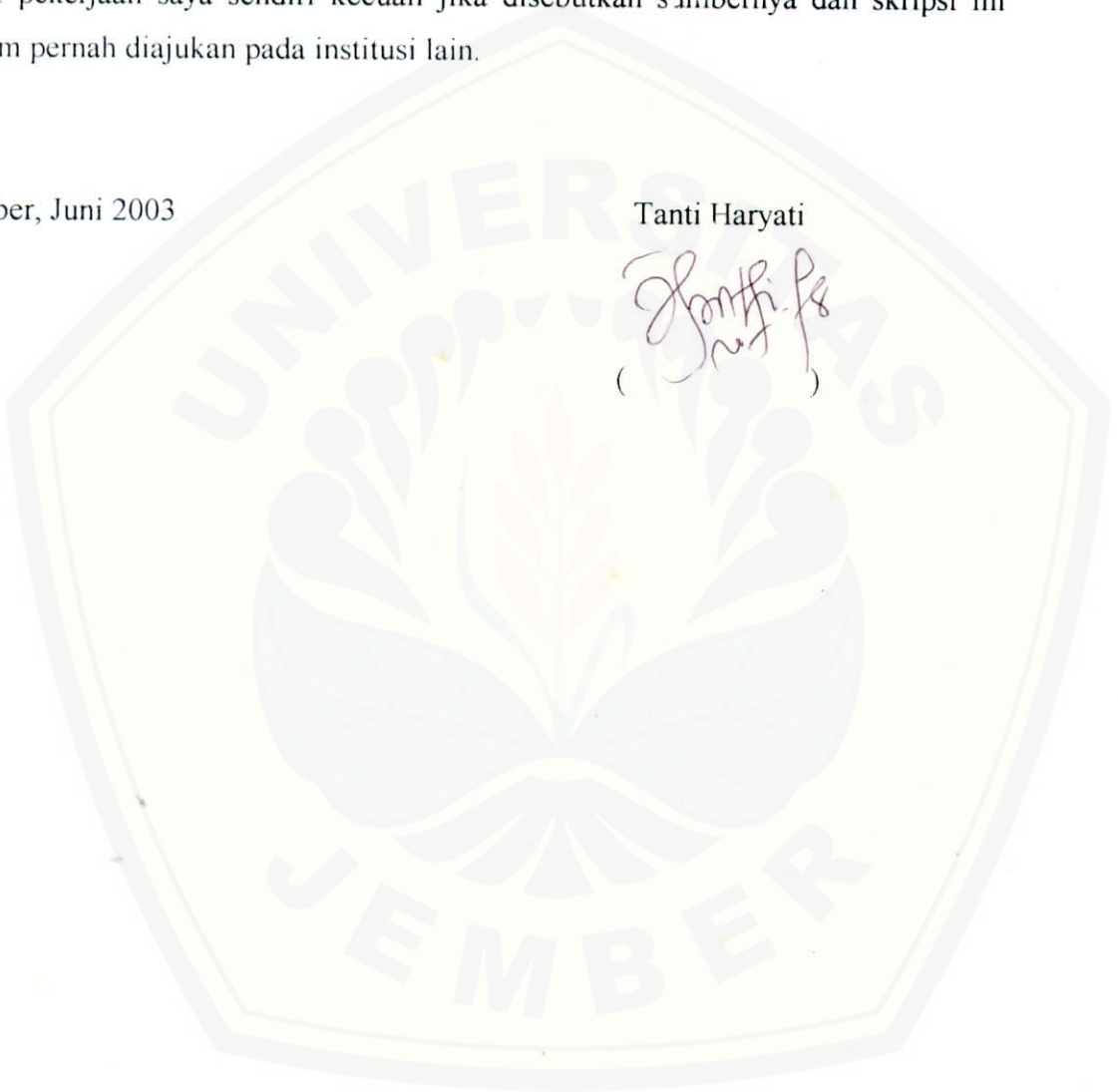
DEKLARASI

Skripsi ini berisi hasil kerja/penelitian mulai bulan November 2002 sampai dengan Mei 2003 di Laboratorium Kimia Analitik dan Fisik Fakultas MIPA Universitas Jember. Bersama ini saya menyatakan bahwa isi skripsi ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri kecuali jika disebutkan sumbernya dan skripsi ini belum pernah diajukan pada institusi lain.

Jember, Juni 2003

Tanti Haryati

(*Tanti Haryati*)



ABSTRAK

Studi Modifikasi Nata De Coco Dengan 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol [PAR] dan Kemampuan Pengikatannya Terhadap Ion Logam Co(II), Tanti Haryati, 981810301071, Skripsi, Juni 2003, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

Proses preparasi membran selulosa-PAR berlangsung melalui tiga tahap, yaitu: preparasi membran nata de coco, oksidasi menggunakan natrium periodat, dan modifikasi menggunakan 4-(2-pyridylazo) resorcinol [PAR]. Proses preparasi dari keseluruhan membran tersebut dilakukan menggunakan sistem vakum cair dengan ketebalan membran rata-rata 0.15 mm. Membran selulosa-PAR secara kualitatif menunjukkan sifat yang berbeda dengan membran sebelumnya. Membran selulosa nata kuat, membran selulosa teroksidasi kuat dan liat, sedangkan membran selulosa-PAR kuat dan keras. Hasil tersebut didukung oleh karakterisasi IR dan UV-Vis. Spektra IR dari ketiga membran secara umum mengalami perubahan yang cukup signifikan, terutama pada gugus -OH dan vibrasi ulur C-O sebagai indikasi terbentuknya penjerapan (entrapment) melalui ikatan hidrogen dan didukung ikatan kovalen. Spektra UV-Vis menunjukkan terjadi pergeseran panjang gelombang maksimum pada masing-masing membran. Membran selulosa nata memiliki $\lambda_{\max} = 265$ nm, selulosa teroksidasi pada $\lambda_{\max} = 305$ nm sedangkan membran selulosa-PAR pada $\lambda_{\max} = 301$ nm. Membran selulosa-PAR dalam air mengalami leaching untuk reagen PAR yang berinteraksi fisik saja, sedangkan yang terikat kuat (entrapment dan ikatan kovalen) tidak terjadi leaching. Kemampuan dalam mengikat ion logam Co(II) dipelajari dengan mengamati parameter konsentrasi, waktu reaksi PAR dan kondisi pH reaksi. Membran selulosa-PAR menunjukkan kemampuan pengikatan ion Co(II) optimum pada 25 ppm PAR selama 3 jam dan kondisi reaksi pada pH 7.

Kata kunci: nata de coco, 4-(2-pyridylazo) resorcinol [PAR], membran selulosa-PAR, ion Co(II)

HALAMAN PENGESAHAN

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

Hari : SENIN

Tanggal : 30 JUN 2003

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

Tim Penguji

Ketua (Dosen Pembimbing Utama)

Sekretaris (Dosen Pembimbing Anggota)



Drs. Zulfikar, PhD
NIP. 131 660 785



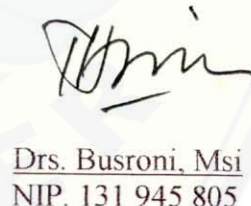
Drs. Bambang Kuswandi, MSc, PhD
NIP. 132 094 129

Anggota I

Anggota II



Bambang Piluharto, SSi, Msi
NIP. 132 164 055



Drs. Busroni, Msi
NIP. 131 945 805

Mengesahkan
Dekan FMIPA UNEJ



Ir. Samadi, MS
NIP. 130 368 784

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT atas segala berkah dan rahmat-Nya, akhirnya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul “*Studi Modifikasi Nata De Coco dengan 4-(2-Pyridylazo) resorcinol [PAR] dan Kemampuan Pengikatannya Terhadap Ion Logam Co(II)*”.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan serta dukungan dari banyak pihak, baik moril maupun saran dan pemikiran. Untuk itu tidak lupa penulis sampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.
3. Dosen Pembimbing Utama, atas ide, bimbingan dan sarannya.
4. Dosen Pembimbing Anggota, atas bimbingan dan saran-sarannya.
5. Dosen Penguji, atas kritik dan sarannya.
6. Ketua Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia fakultas MIPA Universitas Jember.
7. Ketua Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia fakultas MIPA Universitas Jember.
8. Seluruh keluargaku tercinta yang telah banyak memberikan dukungan baik moril maupun material.
9. Keluarga besar kimia angkatan '98
10. Seluruh pihak yang telah membantu dari awal hingga selesainya penyusunan skripsi ini.

Harapan penulis semoga skripsi ini dapat memberikan kontribusi di bidang kimia analitik. Untuk itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang dapat membangun dari kesempurnaan skripsi ini.

Jember, Juni 2003

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	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat	4
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 Oksidasi Dalam Selulosa	8
2.3 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol	11
2.4 Cobalt (Co)	12
2.5 Teknik Immobilisasi	13

2.6 Teknik Karakterisasi membran Selulosa	13
2.6.1 Spektrofotometer IR.....	13
2.6.2 Spketrofotometer UV-Vis	14
III. METODE PENELITIAN	15
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	15
3.2 Alat dan Bahan	15
3.3 Rancangan Penelitian.....	15
3.4 Prosedur Kerja	16
3.4.1 Pembuatan Nata De Coco	16
3.4.2 Pemurnian Na.a De Coco	17
3.4.3 Preparasi Membran Selulosa-PAR.....	17
3.4.4 Karakteristik Membran Secara Spektroskopi.....	19
3.4.5 Karakteristik Fisik Membran Selulosa-PAR dalam air.....	19
3.4.6 Penentuan Kapasitas Pengikatan Membran Nata-PAR terhadap Ion logam Co(II)	19
3.4.7 Penentuan Faktor Yang Mempengaruhi Pengikatan Membran Terhadap Ion logam Co(II)	20
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1 Membran Selulosa-4-(2-Pyridilazo) Resorcinol [Selulosa-PAR]	21
4.2 Karakteristik Spektroskopi Mambran Nata De Coco.....	28
4.2.1 Karakteristik FT-IR Membran Nata De Coco	28
4.2.2 Karakteristik UV-Vis Membran Nata De Coco	32
4.3 Karakterisrik Fisik Membran Selulosa-PAR Dalam Air	35
4.4 Karakteristik Pengikatan Membran Nata-PAR terhadap ion Logam Co(II).....	36
4.4.1 Pengaruh Konsentrasi PAR.....	36
4.4.2 Pengaruh Waktu Reaksi Dengan PAR	37
4.4.3 Pengaruh pH reaksi dengan PAR	38

V. KESIMPULAN DAN SARAN	40
5.1 Kesimpulan	40
5.2 Saran	41
DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN	



DAFTAR GAMBAR

Gambar-1	Rantai Molekul Selulosa	7
Gambar-2	Proses Reaksi Oksidasi Suatu Turunan Pentulosa Oleh Natrium Periodat	9
Gambar-3	Proses Reaksi Oksidasi Selulosa Oleh Asam Periodat	9
Gambar-4	Proses Reaksi Oksidasi membran Selulosa Oleh Natrium Periodat	10
Gambar-5	Proses Immobilisasi $\text{Dr.s-}\beta\text{-CD}$ Pada Membran Selulosa.....	11
Gambar-6	Struktur Reagen 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol [PAR].....	11
Gambar-7	Sistem Pencetakan Membran Vakum Air	18
Gambar-8	Mekanisme Reaksi Oksidasi Selulosa Nata Dengan Oksidator Natrium Periodat	22
Gambar-9	Mekanisme Reaksi Selulosa Teroksidasi Dengan Air Dalam Media Asam	23
Gambar-10	Reaksi Hipotetik I.....	25
Gambar-11	Reaksi Hipotetik II	26
Gambar-12	Reaksi Hipotetik III	27
Gambar-13	Spektra FT-IR Membran Selulosa-Nata	28
Gambar-14	Spektra FT-IR Membran Selulosa-PAR	30
Gambar-15	Spektra FT-IR Reagen PAR 25 ppm	31
Gambar-16	Spektra UV-Vis Selulosa Nata	33
Gambar-17	Spektra UV-Vis Selulosa Teroksidasi	34
Gambar-18	Spektra UV-Vis Selulosa-PAR	34
Gambar-19	Pengaruh Konsentrasi PAR Terhadap Jumlah Pengikatan Ion Co(II) Terikat	36
Gambar-20	Pengaruh Waktu Reaksi PAR Terhadap Jumlah Pengikatan Ion Co(II) Terikat	37
Gambar-21	Pengaruh pH Reaksi PAR Terhadap Jumlah Pengikatan Ion Co(II) Terikat	38

DAFTAR TABEL

Tabel-1	Signal FT-IR membran selulosa nata dibandingkan selulosa teroksidasi	30
---------	--	----



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran-1	Diagram Alir Proses Modifikasi Nata De Coco	45
Lampiran-2	Spektra FT-IR Membran Selulosa-Nata	46
Lampiran-3	Spektra FT-IR Membran Selulosa Teroksidasi	47
Lampiran-4	Spektra FT-IR Membran Selulosa-PAR	48
Lampiran-5	Spektra FT-IR Larutan PAR 25 ppm	49
Lampiran-6	Data Optimasi Panjang Gelombang Maksimum (λ_{mak}) Ion Logam Co(II) Konsentrasi 0.1 M	50
Lampiran-7	Data Rata-Rata Absorbansi Co(II) 0.1M Pada λ_{mak} 510	51
Lampiran-8	Data Pengamatan Absorbansi Sisa Larutan Co(II) setelah Bereaksi dengan membran selulosa-PAR	52
Lampiran-9	Data Pengamatan Pengaruh Konsentrasi PAR terhadap Pengikatan Ion Co(II) 0.1M	53
Lampiran-10	Data Pengamatan Pengaruh Waktu Reaksi dengan PAR Terhadap Pengikatan Ion Co(II) 0.1 M	54
Lampiran-11	Data Pengamatan Pengaruh Kondisi pH Reaksi Dengan PAR terhadap Pengikatan Ion Co(II) 0.1 M	55
Lampiran-12	Gambar Membran Nata De Coco	66



I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nata de coco merupakan salah satu jenis makanan yang dibuat melalui fermentasi dengan menggunakan bahan dasar dari santan kelapa maupun air kelapa (Suranti, 1990). Produk nata de coco di Indonesia sekarang ini dihasilkan dalam jumlah yang besar pada tingkat industri kecil dan juga diekspor sebagai menu diet (Iguchi, *et al.*, 2000).

Nata de coco pada dasarnya adalah polimer selulosa dengan struktur linier, berbentuk kristal dengan derajat ikatan hidrogen intramolekul dan intermolekul yang tinggi (Steven, 2001).

Studi karakterisasi dengan difraksi sinar X diamati bahwa nata de coco atau selulosa bakteri memiliki struktur kristal yang sama dengan selulosa alam pada tumbuhan. Fakta ini memungkinkan pemanfaatan nata de coco sebagai sumber alternatif untuk selulosa. Disamping itu nata de coco memiliki keistimewaan yaitu hampir semua selulosa yang dihasilkan murni tanpa lignin dan substansi asing lainnya.

Penelitian pada nata de coco telah berkembang pesat pada dekade terakhir ini dengan Jepang sebagai pelopornya. Pada pertengahan 1980-an dilakukan penelitian mengenai sifat fisik dan mekanik nata de coco, Modulus Young yang dihasilkan tercatat 18 GPa dan dapat ditingkatkan sampai dengan 30 GPa, diantara beberapa aplikasi yang telah dipelajari adalah mengenai kegunaan praktis sebagai bahan untuk diafragma transduser. Sony Corporation menggunakan membran ini untuk *loud speaker* yang sangat tinggi dan *headphone*. Mitsubishi Paper Mills Co sedang mengembangkan nata de coco untuk pembuatan uang kertas dan kitab suci. Baru-baru ini telah dikembangkan membran nata de coco sebagai kulit tiruan untuk aplikasi di bidang medis dan sebagai membran pemisah untuk berbagai macam tujuan (Iguchi *et al.*, 2000).

Indrarti L dan Yudianti R (1995) telah mempelajari pengaruh alkali terhadap sifat fisis dan mekanis nata de coco. Bambang P (2001) telah mempelajari penggunaan nata de coco sebagai membran ultrafiltrasi, sedangkan Ewa P (2002) telah mengembangkan proses modifikasi nata de coco dengan etilendiamin. Proses modifikasi tersebut menghasilkan penyerapan molekul etilendiamin ke dalam struktur nata dan membentuk ikatan hidrogen dengan nata. Tetapi dalam sistem larutan membran nata etilendiamin mengalami *swelling* dan etilendiamin yang terikat dalam membran terlepas menuju sistem cairan.

Rute lain yang dapat digunakan untuk memodifikasi selulosa adalah menggunakan oksidator yang dapat mengoksidasi setiap gabungan hidroksil dari selulosa, yaitu natrium periodat. Oksidasi 1,2 diol dengan oksidator yang tepat seperti NaIO_4 adalah proses pemutusan ikatan-ikatan karbon ($\text{C}_2\text{-C}_3$) diol untuk menghasilkan dua gugus karbonil (Binkley, 1988). Oksidator ini juga telah dimanfaatkan oleh Tetsuya Tanabe (2001) pada membran selulosa sebagai matrik pendukung dalam fabrikasi sensor kimia dengan cyclodekstran untuk mendeteksi suatu molekul. Pada penelitian ini nata de coco dioksidasi dengan natrium periodat, selanjutnya hasil oksidasi direaksikan dengan reagen 4-(2-pyridylazo) resorcinol [PAR]. Membran yang dihasilkan memiliki gugus aktif yang pemanfaatannya diarahkan pada sensor kimia, dengan studi pendahuluannya mempelajari karakteristik pengikatannya terhadap ion logam Co(II) .

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi bagi perkembangan nata de coco sebagai material yang memiliki kemampuan yang tinggi, terutama dalam hal kemampuannya sebagai matrik pendukung di bidang sensor kimia.

1.2 Rumusan Masalah

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

- 1) bagaimanakah teknik modifikasi nata de coco menggunakan PAR yang efektif untuk pembentukan membran aktif ?

- 2) bagaimanakah karakteristik membran yang dihasilkan (membran selulosa nata, selulosa teroksidasi oleh NaIO_4 dan membran selulosa-PAR)?
- 3) bagaimanakah karakter fisik membran selulosa-PAR dalam air?
- 4) bagaimanakah reaktifitas membran selulosa-PAR dalam mengikat ion logam Co(II) ?
- 5) faktor apa yang mempengaruhi karakter struktur dan pengikatan membran selulosa-PAR?

1.3 Batasan Masalah

Karakteristik membran dipelajari menggunakan spektroskopi IR dan UV-Vis.

Membran yang dimaksudkan dalam penelitian ini adalah suatu membran yang bersifat aktif dalam mengikat logam dengan membentuk suatu senyawa kompleks.

Ion logam yang digunakan untuk menguji reaktifitas membran ini terbatas pada ion Co(II) . Ion Co(II) adalah salah satu ion logam yang dapat membentuk suatu senyawa kompleks dengan reagen PAR.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini dimaksudkan untuk :

- 1) mempelajari teknik modifikasi nata de coco menggunakan PAR yang efektif untuk pembentukan membran aktif
- 2) mempelajari karakteristik membran yang dihasilkan (membran selulosa nata, selulosa teroksidasi oleh NaIO_4 dan membran selulosa-PAR)
- 3) mengetahui karakteristik membran selulosa-PAR dalam air
- 4) mengetahui reaktifitas membran selulosa-PAR dalam mengikat ion logam Co(II)
- 5) mengetahui faktor-faktor yang mempengaruhi karakter struktur dan pengikatan membran

V. Manfaat Penelitian

Penelitian ini berguna bagi pengembangan nata de coco sebagai material yang memiliki kemampuan yang tinggi, terutama dalam mengikat ion logam. Hasil penelitian ini juga bermanfaat sebagai material pendukung di bidang sensor kimia optik.





II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nata De Coco

Nata de coco adalah hasil proses fermentasi air kelapa menggunakan *Acetobacter xylinum*. Dengan kandungan utama air kelapa adalah karbohidrat termasuk didalamnya gula sederhana glukosa, fruktosa dan sukrosa maupun gula alkohol utamanya sorbitol (Piluharto, B., 2001). Disamping itu nata juga diartikan sebagai istilah massa bergelatin yang terbentuk pada permukaan larutan yang mengandung gula, terutama sukrosa tebu. Sedangkan Mendoza mendefinisikan nata sebagai lapisan yang tebal berwarna putih atau krem, tidak larut, lapisan yang bergelatin dari sel dan polisakarida yang dibentuk oleh *Acetobacter xylinum* pada permukaan medium yang mengandung gula dan diasamkan, mengandung etil alkohol, dan nutrisi lain (Suranti, 1991).

Bakteri *Acetobacter xylinum* mampu mengubah gula alami yang terdapat dalam air kelapa atau yang disengaja ditambahkan ke dalam substrat menjadi selulosa yang berupa suatu lapisan yang menyerupai gel yang merupakan serat-serat bersama biomassa yang tumbuh pada permukaan medium kultur agak kenyal. Proses awalnya bakteri mula-mula mengeluarkan substansi yang berlendir, pada waktu tidak lama benang selulosa terbentuk. Substansi ini dihasilkan sebagai prekursor selulosa yang mengalami polimerisasi diluar organisme menjadi selulosa pada fase ekstraseluler (Suranti, 1991). Bakteri ini akan terperangkap pada massa fibrilar yang dibuainya dalam suatu pelikel (jaringan halus) selulosa yang kemudian disebut nata (Giyarto, 1997). Dari pengamatan menggunakan mikroskop elektron diketahui bahwa nata de coco memiliki struktur yang sama dengan serat yang diperoleh pada dinding sel tumbuhan (Suranti, 1991).

Nata de coco mempunyai beberapa keunggulan, antara lain kemurnian tinggi akan selulosa, derajat kristanilitas tinggi, kerapatan antara 300-900 kg/m³, kekuatan tarik tinggi, elastis dan terbiodegradasi. Dari berbagai macam keunggulan tersebut, aplikasi selulosa bakteri berkembang pesat pada berbagai

macam bidang, diantaranya industri kosmetik, tekstil, kertas, mesin, medis, makanan dan lainnya. (Krystynowicz, A. Bielecki, S., 2001).

2.2 Selulosa

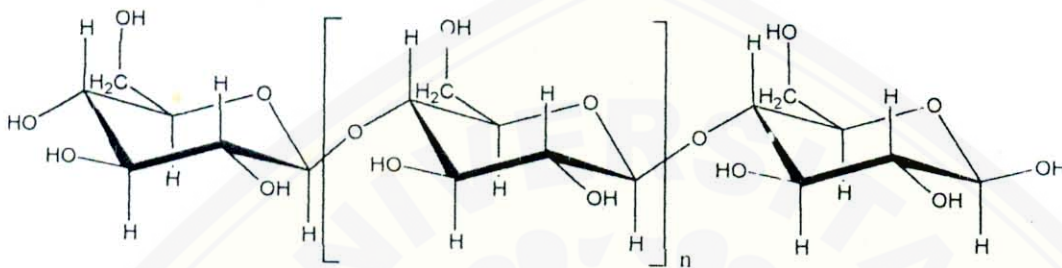
Selulosa merupakan senyawa organik melimpah di bumi sebagai pembentuk komponen serat pada dinding sel tumbuhan. Molekul selulosa tunggal merupakan polimer lurus dari ikatan 1,4'- β -D glukosa. Ketegaran selulosa disebabkan oleh struktur keseluruhannya (Fessenden, 1999), sehingga memungkinkan bagi tumbuhan untuk tumbuh dan berkembang (John, P., 1992).

2.2.1 Struktur dan Sifat Molekul Selulosa

Selulosa terdiri dari unit-unit anhidroglukopiranososa yang bersambung membentuk rantai molekul. Karena itu selulosa dapat dinyatakan sebagai polimer linier glukosa dengan struktur rantai seragam. Rantainya yang memanjang menyebabkan unit-unit glukosa dalam satu bidang. Selulosa memiliki empat bentuk struktur yaitu selulosa I, selulosa II, selulosa III, dan selulosa IV (John, P., 1995). Karena adanya berbagai bentuk polimorf, maka selulosa alam disebut selulosa I yang didasarkan pada kisi kristalnya. Kisi ini menurut pengamatan dengan difraksi sinar X berbentuk monoklin, yaitu mempunyai tiga sumbu yang panjangnya berbeda dan satu sudut tidak 90° (Fengel, Wegener., 1995). Selulosa bakteri secara kristalografi termasuk selulosa I, dimana dua unit selobiosa diatur paralel dan cenderung memiliki orientasi planar yang spesifik (Iguchi, M., 2000). Penataan secara paralel berarti setiap rantai dalam mikrofibril selulosa memiliki orientasi arah yang seragam (Sjostrom, E., 1995). Perubahan dari selulosa I menjadi selulosa II terjadi melalui reaksi dengan larutan alkali, selulosa akan membengkak sampai pada batas-batas tertentu tergantung pada jenis dan konsentrasi alkali (Fengel, W., 1995). 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. Setiap rantai di dalam selulosa II memiliki orientasi anti paralel (Sjostrom, E., 1995). Bentuk polimorf berikut adalah selulosa III dan

IV. Keduanya merupakan hasil konversi selulosa I dan II pada suhu tinggi (Fengel, W., 1995).

Molekul selulosa yang berupa rantai-rantai atau mikrofibril dari D-glukosa, tersusun sebagai berkas-berkas terpuntir mirip tali, yang terikat satu sama lain oleh ikatan hidrogen (Fessender, 1999). Suatu rantai molekul selulosa dilukiskan dalam Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Rantai molekul selulosa

Ikatan hidrogen merupakan faktor yang sangat penting untuk penyusunan dan hubungan rangkaian selulosa dalam kisi kristal. Gugus-gugus OH molekul-molekul selulosa dapat membentuk dua macam ikatan hidrogen tergantung letaknya pada unit-unit glukosa. Terdapat ikatan hidrogen antara gugus-gugus OH dari unit-unit glukosa yang berdekatan dalam molekul selulosa yang sama (ikatan intramolekul) (Anne Fox & Whitesell, 1997). Ikatan tersebut memberikan kekakuan tertentu pada masing-masing rantai. Terdapat juga ikatan hidrogen antara gugus-gugus OH dari molekul-molekul selulosa yang berdampingan (ikatan intermolekul) (Fengel, Wegener., 1995). Ikatan hidrogen juga dapat terbentuk antara gugus hidroksil dengan oksigen ikatan glikosida (Malcolm, 1999). Keberadaan gugus-gugus OH tidak hanya menentukan struktur supramolekul selulosa tetapi juga menentukan sifat fisika dan kimia selulosa (Fengel, Wegener., 1995).

Gugus-gugus OH pada kedua ujung rantai selulosa memperlihatkan perilaku yang berbeda. Gugus OH yang terikat pada ujung atom C₁ adalah gugus hidrat aldehyd 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 C_4 pada selulosa merupakan hidroksil alkoholat. Akibatnya gugus tersebut bersifat bukan pereduksi (Fengel, Wegener., 1995).

Untuk menentukan sifat-sifat molekul selulosa diperlukan pelarutan selulosa. Larutan selulosa diperlukan untuk terjadinya reaksi-reaksi homogen pada gugus-gugus OH dan untuk transformasi struktural. Proses pelarutan selulosa dimulai dengan degradasi struktur serat dan fibril yang akan menghasilkan disintegrasi sempurna menjadi molekul-molekul individual dengan panjang rantai tidak berubah (Fengel, Wegener., 1995).

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

2.2.2 Reaksi Oksidasi Dalam Selulosa

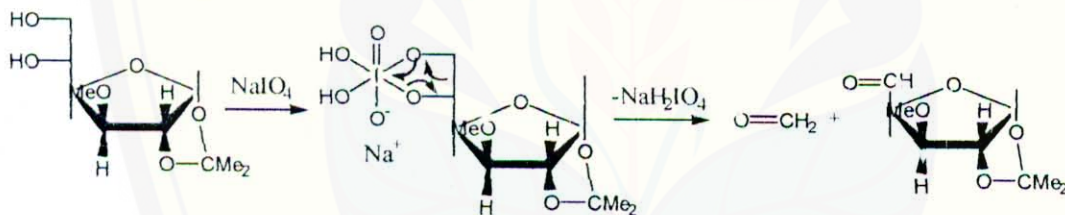
Seperti dalam reaksi asam dan basa, reaksi oksidasi selalu terjadi berpasangan. Ketika suatu senyawa organik dioksidasi reagen yang menjadi proses transformasi disebut oksidator, begitu juga ketika suatu senyawa organik direduksi reagen yang mengakibatkan proses transformasi disebut reduktor (Loudon., G.M, 1995).

Reaksi oksidasi pada karbohidrat melibatkan gugus-gugus aldehyd, keton dan karboksil. Dalam media asam produk oksidasi menghasilkan asam uronat, asam aldonat dan asam aldarat (Fessenden, 1999). Dalam media basa reaksi oksidasi meliputi pelepasan dan hidrolisis polisakarida. Proses oksidasi ini tergantung pada konsentrasi alkali, suhu dan reaksi degradasi pereduksi tambahan (Fengel, Wegener., 1995).

Oksidasi menggunakan asam periodat adalah salah satu macam reaksi dalam media asam. Asam periodat secara komersial terdapat sebagai dihidrat $HIO_4 \cdot 2H_2O$ atau H_5IO_6 (yang disebut asam meta periodat). Natrium periodat

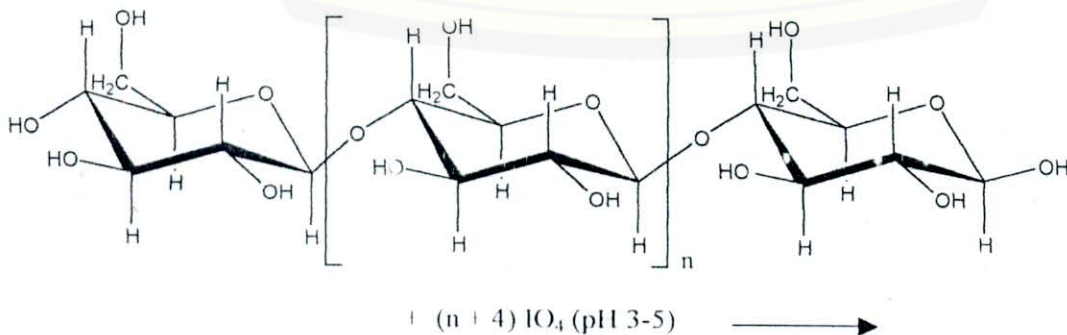
seringkali juga digunakan (Loudon., G.M, 1995). Oksidasi asam periodat merupakan uji 1,2 diol dan untuk 1,2 atau α -hidroksi dari aldehid maupun keton (Fessenden, 1999). Keberadaan dari tiap-tiap gugus hidroksil atau gugus karbonil pada masing-masing karbon dari karbohidrat membuatnya dapat teroksidasi, yaitu dengan proses oksidasi yang menghitung jumlah periodat yang dibutuhkan dan jumlah produk yang terbentuk (Baker., D.A & Engel., R, 1992). Reaksi-reaksi ini dapat digunakan untuk analisis suatu karbohidrat sederhana dengan degradasi struktur (Vollhardt & Schore, 1999).

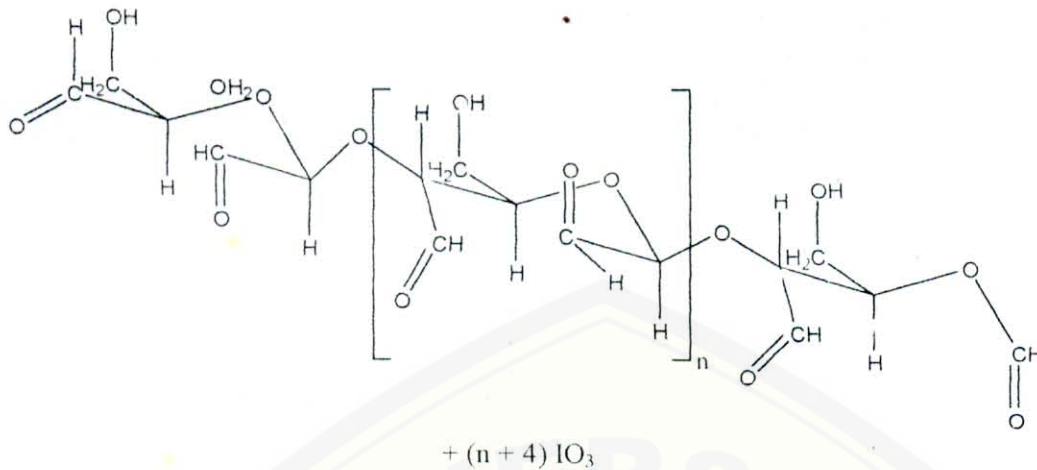
Oksidasi 1,2 diol dengan oksidator yang tepat seperti natrium periodat adalah proses pemutusan ikatan-ikatan karbon pada diol untuk menghasilkan dua gugus karbonil. Tipe reaksi ini digunakan secara luas untuk menentukan struktur sebelum adanya instrumen modern. Oksidasi diol dengan periodat menunjukkan metode yang sempurna untuk mereduksi panjang cincin atom karbon dengan satu atom dan menghasilkan gugus aldehid. Oksidasi cincin dari suatu turunan pentulosa ditunjukkan pada Gambar 2.2. berikut (Binkley, 1988):



Gambar 2.2 Proses reaksi oksidasi cincin suatu turunan pentulosa oleh natrium periodat

Proses reaksi ditunjukkan pada gambar 2.3 (Sjostrom, E., 1995).

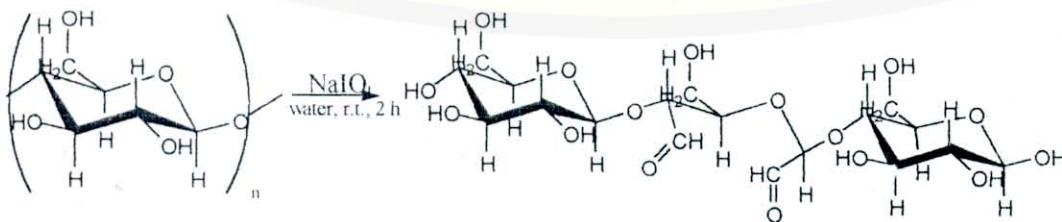




Gambar 2.3 Oksidasi periodat terhadap 1,4- β -D-glukan (selulosa). Ikatan-ikatan karbon dengan karbon 1,2-diol dipecah dengan penggunaan satu periodat untuk setiap pemecahan ikatan.

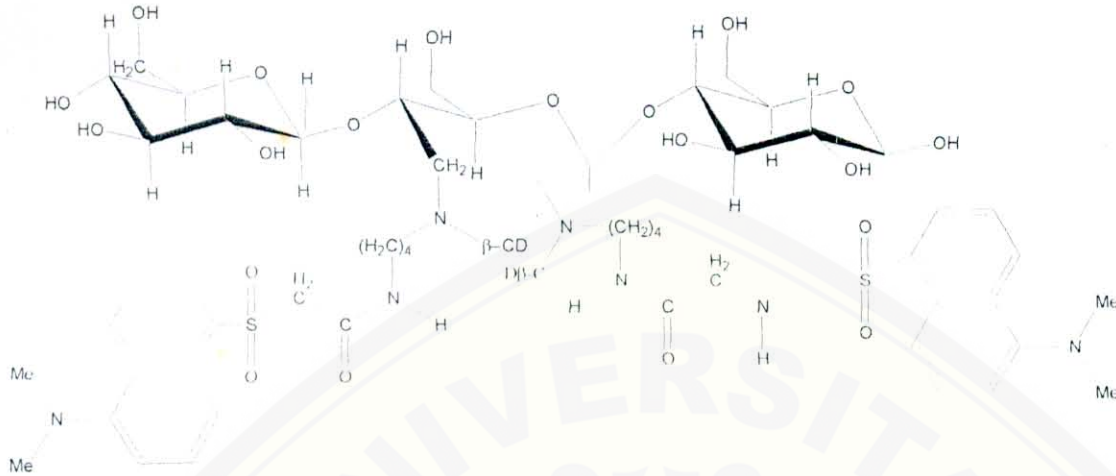
Proses oksidasi dengan natrium periodat ini dikembangkan oleh C.S Hudson (1881-1952) yaitu seorang ahli karbohidrat Amerika (Loudon., G.M, 1995).

Tetsuya Tanabe *et, al* (2001) telah memanfaatkan selulosa sebagai membran. Membran selulosa ini sebagai matrik pendukung dalam fabrikasi sensor kimia untuk mendeteksi suatu molekul. Dalam hal ini, selulosa dimodifikasi dengan proses oksidasi dengan suatu oksidator natrium periodat sehingga menghasilkan gugus-gugus aldehyd. Membran selulosa dengan ketebalan 0.33 mm dan diameter 11 cm direndam dan distirer dalam larutan natrium periodat konsentrasi 0.5 N, volume 20 mL selama 2 jam. Seperti ditunjukkan pada Gambar 2.4 berikut :



Gambar 2.4 Proses oksidasi membran selulosa oleh natrium periodat

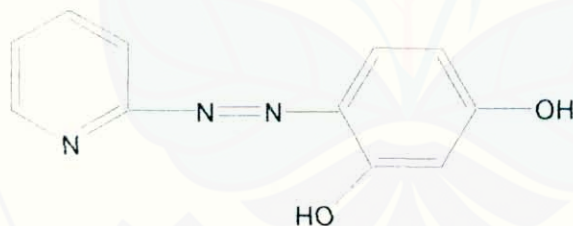
Immobilisasi fluorescent Cyclodextrin (Dns C₄ - β - CD) pada membran selulosa hasil oksidasi menghasilkan reaksi sebagai berikut:



Gambar 2.5 Proses immobilisasi dari Dns C₄ - β - CD pada membran selulosa

2.3 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol (PAR)

PAR merupakan suatu senyawa azo. Senyawa azo merupakan suatu kelompok senyawa yang memiliki gugus -N=N- (gugus azo) mengikat dua gugus aromatik (Mulyono, H., 1996). Struktur PAR ditunjukkan dalam Gambar 2.6:



Gambar 2.6 Struktur Reagen PAR

PAR dalam larutan air berwarna orange kecoklatan. Konformasi molekul PAR terdiri dari nitrogen piridin, gugus azo dan gugus fenolik. PAR memberikan kompleks yang berwarna dengan ion-ion logam polivalen. Di dalam larutan sulfat 0,5-0,05 M reagen bereaksi dengan ion Cu(II), Bi(IV), Ti(IV), Zr(III), Pd(III) dan Ti(IV). Dalam medium asetat (pH 3-6) PAR memberikan warna dengan Zn, Cd, Co, Ni, Mn, U, Pb, La dan dengan logam-logam lain. Beberapa logam ditentukan dengan PAR dalam media basa lemah. Larutan kompleks PAR memberikan warna merah atau violet.

PAR terdapat dalam 6 bentuk berbeda. Dalam asam sulfat 90%, 50% dan pH < 2 membentuk protonasi H_3R^{3+} , H_4R^{2+} , dan H_5R^+ . Molekul PAR netral berada diantara pH 2,1-4 ($\lambda_{\text{mak}} = 385$). Anion HR^- ($\lambda_{\text{mak}} = 413\text{nm}$) terjadi pada range pH 4,2-7. Dalam larutan alkali (pH 10,5-12) kedua gugus hidroksil terdisosiasi, membentuk R^{2-} ($\lambda_{\text{mak}} = 490\text{nm}$) (Marzenko, 1986).

Senyawa kompleks antara logam-logam bermuatan +2 dengan reagen PAR membentuk perbandingan tertentu. Dalam media asam dan basa, kompleks PAR dengan banyak logam membentuk perbandingan 1:1 dan 1:2 dengan struktur oktahedral. Untuk logam Zn(II) dan Cd(II) membentuk kompleks dengan perbandingan 1:2. Kompleks yang terbentuk antara Zn(II) atau Cd(II) adalah ML_2^{2-} dimana M adalah Zn(II) atau Cd(II) dan L^{2-} adalah PAR dalam bentuk dianion (Molina, M,F, *et al*, 1999).

2.4 Cobalt

Cobalt merupakan unsur ke-32 yang paling melimpah di kerak bumi. Berat atomnya 58,9, nomor atom 27, berat jenis 8,9 g/cm. Titik leleh 1495°C dan titik didih 2870°C . Dalam bentuk logam berwarna kebiru-biruan, mengkilat, keras, dan bersifat magnetik. (Cotton, 1989).

Dalam larutan air dari senyawa-senyawa cobalt (I), terdapat ion Co(II) yang berwarna merah. (Shevta, G, 1990). Kompleks Co(II) yang paling umum berbentuk oktahedral atau tetrahedral, mempunyai kestabilan yang berbeda dengan kedua jenis ligan yang sama, yang terdapat dalam kesetimbangan. Jadi dalam air terdapat konsentrasi ion tetrahedral yang sangat stabil namun terbatas.



Co(II) membentuk kompleks tetrahedral lebih mudah daripada ion logam transisi manapun dan satu-satunya ion d^7 yang mudah didapat.

2.4 Teknik Immobilisasi

Teknik immobilisasi reagen adalah suatu teknik memasukkan reagen yang spesifik untuk analit tertentu pada suatu matrik pendukung, sehingga terbentuk transduser kimiawi (Eggins, 1997). Secara garis besar berbagai macam teknik tersedia untuk immobilisasi reagen yaitu secara kimia maupun fisik (Meiha, Cheryan., 1990).

Immobilisasi dengan ikatan kimia terdiri dari adsorpsi, dan crosslinking. Adsorpsi secara kimia disebut kemisorpsi dimana ikatan yang terjadi melalui ikatan kovalen. Sedangkan crosslinking merupakan teknik molekul diikat secara kimia dengan membran atau bahan pendukung padat lainnya. Senyawa dengan dua gugus fungsi yang mengikat satu sisi molekul dan yang lainnya mengikat membran atau bahan pendukung lainnya.

Immobilisasi secara fisik dapat dilakukan melalui adsorpsi, entrapment dan encapsulasi. Adsorpsi secara fisik disebut fisorpsi dimana ikatan yang terjadi pada material melalui gaya van der Waals, ikatan hidrogen atau berdasarkan transfer muatan. Dengan entrapment reagen dijerap dengan struktur polimer permeabel. Sedangkan dengan encapsulasi reagen terperangkap dalam membran inert yang selanjutnya dilekatkan pada transduser (Eggins, 1997).

2.5 Teknik Karakterisasi Membran Selulosa

2.5.1 Spektrofotometri Infra Red (IR)

Metode spektroskopi yang paling umum dipakai untuk penelitian polimer adalah spektroskopi IR dan NMR, dimana pemakaian IR ditekankan pada metode Fourier Transform (FT) yang menggunakan prinsip interferometri. Kelebihan-kelebihan dari FT-IR mencakup persyaratan ukuran sampel yang kecil, perkembangan spektrum yang cepat, dan karena instrumen ini memiliki komputer yang terdedikasi, kemampuan untuk menyimpan dan memanipulasi spektrum. Penelitian mengenai struktur polimer bisa diperoleh melalui pertimbangan pada pita-pita absorpsi gugus-gugus fungsional, atau dengan membandingkan spektrum dengan spektrum senyawa-senyawa model molekul rendah (Steven, 2001).

Cara kerja spektrofotometer IR adalah sinar yang dilewatkan melalui cuplikan senyawa organik, maka sejumlah frekuensi diserap sedang frekuensi yang lain diteruskan tanpa diserap. Transisi yang terjadi di dalam serapan infra merah berkaitan dengan perubahan-perubahan vibrasi di dalam molekul. Vibrasi menyebabkan perubahan momen dipol yang dapat diamati dalam daerah IR pada daerah $650\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$. Penggunaan spektrometri IR adalah untuk identifikasi gugus-gugus fungsional dan sidik jari (Sastrohamidjojo, 1991).

2.4.1 Spektrofotometer Ultraviolet-Visible (UV-Vis)

Spektroskopi absorpsi UV-Vis dipakai untuk deteksi pengukuran kuantitatif kromofor-kromofor yang menjalani transisi. Karena sensitivitasnya, spektroskopi ini bermanfaat dalam menganalisis bahan asing dalam polimer-polimer monomer residu, inhibitor, antioksidator, dan lain-lain. (Steven, 2001)

Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum ultraviolet dan visible (200-700 nm) tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Spektra ultraviolet dari senyawa-senyawa berkaitan erat dengan transisi-transisi diantara tingkatan-tingkatan energi elektronik. Oleh karena itu, maka serapan radiasi ultraviolet/visible sering dikenal sebagai spektroskopi elektronik.

Dalam mempelajari serapan secara kuantitatif, berkas radiasi dikenakan pada cuplikan dan intensitas radiasi yang ditransmisikan diukur. Radiasi yang diserap oleh cuplikan ditentukan dengan membandingkan intensitas dari berkas radiasi yang ditransmisikan bila spesies penyerap tidak ada dengan yang ditransmisikan bila spesies penyerap ada. Hukum kuantitatif menggunakan persamaan Lambert-Beer yaitu:

$$A = \epsilon b c \quad (2.2)$$

Dimana : A = absorbansi

ϵ = koefisien serapan molar (liter/mol-cm)

b = panjang sel (cm)

c = konsentrasi (mol/liter)

(Khopkar, 1990)

III. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik dan Kimia Fisik Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Jember dan Lab Dasar Bersama Universitas Airlangga pada bulan November 2002 sampai dengan bulan Mei 2003

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat:

Penyaring buchner, vakum water pipe, beaker gelas, gelas ukur, pipet mohr, pipet volume, pipet tetes, labu ukur, petri disk, pengaduk, press kaca, blender, nampan plastik, hot plate, stirer magnetik, mikrometer, stop watch, neraca analitik, oven, pH meter, spektronik 21D, spektrofotometer UV-Vis-NIR Merk Shimadzu tipe UV-365, dan spektrofotometer infra merah (FT/IR -5300 Merk Jasco).

3.2.2 Bahan:

Air kelapa, gula pasir, bakteri *Acetobacter xylinum*, amonium sulfat, asam asetat glasial, natrium hidroksida, etanol absolut, natrium periodat, 4-(2-pyridylazo) resorcinol, [PAR], H_3PO_4 , KH_2PO_4 , K_2HPO_4 (buffer phospat 0.5M), heksaaquokobalt(II) nitrat, aquades, kertas saring merk whatman.

3.3 Rancangan Penelitian

Pembuatan membran aktif nata de coco dengan PAR dilakukan dengan tiga tahap, yaitu :

- a) degradasi mekanik nata de coco selama 1jam
- b) oksidasi selulosa nata menggunakan natrium periodat dengan konsentrasi 0.5 M; waktu reaksi oksidasi 2 jam (Tanabe, T, *et al*, 2001)
- c) modifikasi selulosa nata dengan PAR

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

- a) konsentrasi PAR (M)
- b) waktu reaksi (jam)
- c) kondisi pH reaksi

Pada setiap tahap preparasi membran, salah satu parameter divariasikan mulai dari parameter pertama (konsentrasi PAR), sedangkan parameter lainnya dijaga konstan. Hasil optimum tahap sebelumnya digunakan untuk menentukan tahap berikutnya. Kondisi optimum dari setiap tahap ditentukan dari hasil penentuan jumlah ion logam Co(II) yang terikat pada membran selulosa-4-(2-pyridylazo) resorcinol [selulosa-PAR]. Tingkat signifikan setiap hasil percobaan diuji melalui perhitungan standar deviasi (SD) dan standar deviasi relatif (RSD)

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}} \quad (3.1)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \quad (3.2)$$

keterangan : X_i = hasil pengukuran setiap ulangan

\bar{X} = hasil pengukuran rata-rata

n = jumlah ulangan

Nata de coco yang digunakan untuk preparasi membran selulosa-PAR diperoleh melalui proses fermentasi air kelapa. Pembuatan nata de coco terdapat pada prosedur penelitian 3.4.1

Alur kerja penelitian, ditunjukkan dalam lampiran 1.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Pembuatan Nata De Coco

Media fermentasi dalam pembuatan nata de coco terdiri dari air kelapa yang dididihkan. Kemudian ditambahkan 10% gula dan 2.5% amonium sulfat sebagai bahan nutrisi untuk bakteri *Acetobacter xylinum*. Setelah itu didinginkan, pH medium diatur hingga mencapai 4 dengan menambahkan asam asetat glasial ($\pm 1\%$), kemudian diinokulasi dengan starter 10% *Acetobacter xylinum*.

Persentase dari setiap bahan yang ditambahkan berdasarkan pada jumlah air kelapa yang ditambahkan. Proses fermentasi berlangsung selama 7-10 hari.

3.4.2 Pemurnian Nata De Coco

Nata de coco hasil fermentasi yang berupa gel direndam dan dicuci dengan air, kemudian dididihkan sampai pH netral. Selanjutnya direndam dan dicuci dengan larutan NaOH 2%, kemudian dicuci lagi dengan air hingga netral. (Iguchi, *et al.*, 2000). Pada tahap akhir, nata de coco dicuci menggunakan etanol. Hal ini dimaksudkan untuk menghilangkan bakteri yang masih tertinggal di dalam nata de coco.

3.4.3 Preparasi Membran Selulosa-PAR

Nata de coco yang telah dimurnikan selanjutnya didegradasi secara mekanik dengan blender kurang lebih selama 1 jam.

Nata de coco murni yang masih basah disaring menggunakan penyaring buchner seperti pada gambar 3.1. Selanjutnya selulosa nata hasil saringan dengan berat kurang lebih 1 gram direndam dan distirer dengan oksidator natrium periodat. Proses oksidasi berlangsung selama 2 jam dengan konsentrasi sebesar 0.5 M dan volume 25 mL.

Selulosa nata yang telah dioksidasi dengan natrium periodat dicuci dengan aquades sebanyak 3 kali untuk menghilangkan sisa oksidator. Kemudian dicuci dengan buffer fosfat 0.5 M sesuai dengan kondisi pH yang telah ditentukan. Proses selanjutnya selulosa nata hasil oksidasi direndam dan distirer dengan larutan PAR sebanyak 25 mL. Parameter yang diamati adalah konsentrasi, waktu reaksi, kondisi pH reaksi dengan PAR, yang masing-masing divariasi, yaitu:

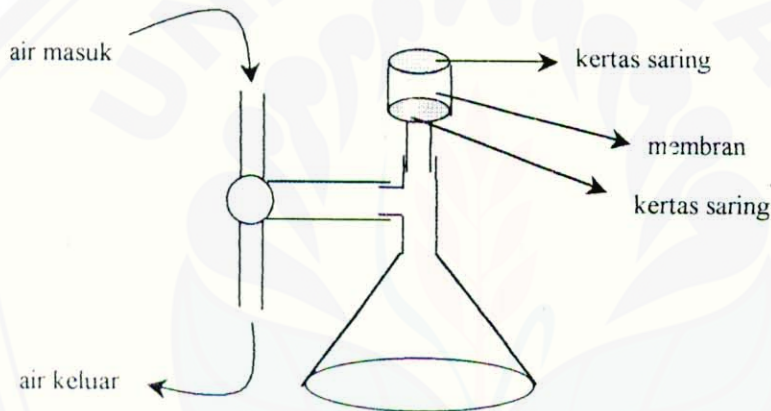
- a. konsentrasi PAR (15, 25, 35, 50) ppm
- b. waktu reaksi (1, 2, 3, 4) jam
- c. kondisi pH reaksi (4, 5, 6, 7, 8)

Preparasi membran dilakukan sebanyak 3 jenis untuk mengamati perubahan struktur nata de coco. Membran jenis 1 adalah membran selulosa nata yang disiapkan dari hasil degradasi mekanik. Membran jenis 2 adalah membran selulosa teroksidasi disiapkan dari membran jenis 1 yang telah direaksikan dengan

natrium periodat dan yang terakhir adalah membran selulosa-PAR diperoleh dari membran jenis 2 yang telah direaksikan dengan PAR.

Setiap jenis membran dipreparasi menggunakan sistem pencetakan membran seperti pada gambar 3.1.

Dalam sistem pencetakan tersebut, setiap jenis larutan bahan hasil reaksi dilewatkan pada penyaring sehingga diperoleh membran dengan permukaan yang homogen. Membran akan terbentuk setelah komponen cairan dari larutan bahan melewati penyaring sedangkan komponen bahan tertahan oleh penyaring. Bahan yang telah tertahan oleh kertas saring dicetak menggunakan plat kaca yang diberi beban seberat 1 kg. Waktu pencetakan membran kurang lebih 24 jam dan dikeringkan pada suhu 60-65 °C.



Gambar 3.2 Sistem Pencetakan Membran

Seperti yang digambarkan diatas, pembentukan membran terjadi akibat adanya perbedaan tekanan antara bagian atas (tempat larutan bahan) dan bagian bawah (penampung larutan). Bagian bawah memiliki tekanan yang lebih rendah yang dihasilkan oleh adanya aliran air, sedangkan bagian atas memiliki tekanan yang sama dengan tekanan atmosfer (~ 1 atm). Sistem pencetakan membran tersebut digunakan agar membran yang terbentuk memiliki permukaan yang rata karena proses pembentukan membran relatif berlangsung perlahan (Pisesidharta, E., 2002).

3.4.4 Karakteristik Membran Secara Spektroskopi

Masing-masing jenis membran (selulosa nata, selulosa teroksidasi oleh NaIO_4 dan selulosa-PAR) dikarakterisasi menggunakan metode spektroskopi UV-Vis dan IR. Metode karakterisasi ini digunakan untuk mempelajari perubahan struktur nata de coco dalam setiap proses modifikasi.

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

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

3.4.5 Karakter Fisik Membran Selulosa dalam Air

Membran selulosa yang dihasilkan direndam dalam air dengan volume 25 mL selama 15 menit. Kemudian sisa air rendaman diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum 413 nm (yaitu panjang gelombang maksimum PAR pada pH 4.2-7). Perlakuan tersebut diulang sebanyak tiga kali atau sampai absorbansi yang dihasilkan mendekati 0 (tidak memberikan serapan).

3.4.6 Penentuan Kapasitas Pengikatan membran terhadap ion Co (II)

Pengukuran dilakukan menggunakan spektronik 21D. Mula-mula dilakukan pengukuran absorbansi larutan Co (II) 0.1 M pada daerah panjang gelombang 400 – 700 nm. Dari pengukuran absorbansi ini didapat panjang gelombang maksimum Co(II). Selanjutnya membran selulosa-PAR dengan ukuran 1 x 2 cm direaksikan dengan larutan Co(II) 0.1 M dengan volume 5 mL selama 30 menit. Kemampuan membran dalam mengikat ion Co(II) dideteksi melalui pengukuran serapan larutan logam hasil reaksi dengan membran pada panjang gelombang maksimum Co(II). Besarnya logam yang terikat ke membran ditentukan melalui persamaan berikut:

$$A_{\text{Co (II) terikat membran}} = A_{\text{Co(II) 0.1 M}} - A_{\text{Co(II) hasil reaksi dengan membran}} \quad (3.3)$$



V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan beberapa kesimpulan yang didapat antara lain:

1. membran selulosa-PAR yang dipreparasi menggunakan sistem vakum cair, menghasilkan ketebalan membran rata-rata 0.15 mm,
2. selama preparasi membran selulosa-PAR, reagen PAR mengalami penjerapan (entrapment) didukung ikatan hidrogen yang intensif dan juga terjadi pembentukan ikatan kovalen antara karbon karbonil pada selulosa teroksidasi dengan gugus hidroksil reagen PAP. Didukung membran selulosa-PAR secara kualitatif kuat dan keras,
3. perbedaan yang signifikan didukung dari spektra IR yang dihasilkan pada setiap proses modifikasi, terutama daerah serapan pada gugus -OH dan C-O dalam lebar dan intensitas serapannya. Sedangkan pada spektra UV-Vis serapan masing-masing terjadi pada panjang gelombang 265 nm untuk selulosa nata, 305 nm untuk selulosa teroksidasi dan 301 nm untuk selulosa-PAR,
4. reagen PAR dalam air yang terikat lemah atau berinteraksi secara fisik saja dengan selulosa teroksidasi mengalami leaching, sedangkan yang terjerap (entrapment) melalui ikatan hidrogen dan ikatan kovalen tidak mengalami leaching,
5. hasil optimasi dari setiap parameter penelitian menunjukkan bahwa membran selulosa-PAR mampu mengikat ion Co(II) paling efektif saat membran dipreparasi dengan konsentrasi PAR 25 ppm selama 3 jam, dan kondisi reaksi pada pH 7,
6. ion Co(II) yang dapat diikat oleh membran selulosa-PAR optimum adalah 0.0235 M atau 23.5% dari larutan Co(II) mula-mula (0.1M).

5.2 Saran

Penelitian ini perlu dikembangkan lagi, sehingga diperlukan studi lanjut yang lebih meyakinkan baik secara teoritis maupun eksperimental agar memperoleh hasil yang optimum terutama dalam aplikasi untuk mengikat ion logam. Dalam hal ini disarankan untuk mempelajari karakteristik dari parameter pada proses oksidasi selulosa nata, misalnya konsentrasi dan lama reaksi natrium periodat juga kondisi pH reaksi.

Tambahan pula disarankan untuk memodifikasi dengan reagen lain sesama turunan azo atau dengan reagen lain dan mempelajari karakteristik pengikatan dengan ion logam yang berbeda.

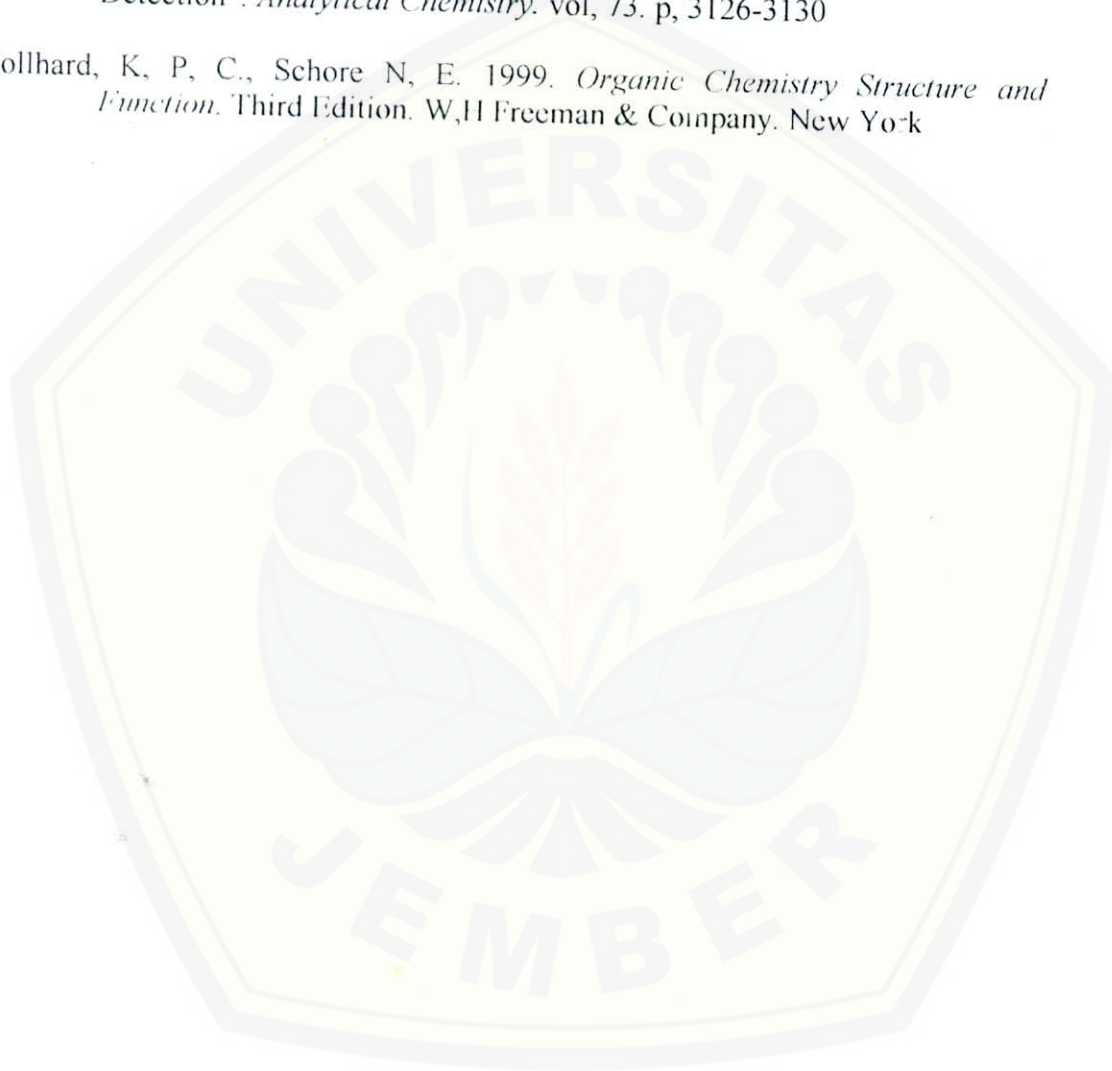
Dari studi lebih lanjut tersebut, merupakan sarana langsung bagi penggunaan nata de coco sebagai matrik pendukung di bidang sensor kimia secara optik, misalnya untuk mendeteksi adanya logam berat dalam lingkungan berair.

DAFTAR PUSTAKA

- Anne F, M., Whitsell, J, K. 1997. *Core Organic Chemistry*. Jones and Bartlett Publishers Sudbury Massachusetts. New York
- Baker, D, A., Engel, R. 1992. *Organic Chemistry*. West Publishing Company. New York
- Binkley, R., W. 1988. *Modern Carbohydrate Chemistry*. Marcel Dekker. Inc. New York
- Cotton, F, A., Wilkinson, G. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Penerjemah: S, Suharto. Universitas Indonesia – Press. Jakarta
- Creswell, C, J., Runquist, O, A., Campbell, M, M. 1982. *Analisis Spektrum Senyawa Organik*. Penerjemah Kosasih, P dan Iwang, S. Edisi Ke-2. ITB. Bandung
- Eggins, B. 1996, *Biosensor: An Introduction*. John Wiley & Sons. Canada
- Fengel., Wegener. 1995. *Kayu*. Gajah Mada University Press. Yogyakarta
- Fessenden., F. 1999. *Kimia Organik*. Jilid 2. Penerjemah: A,H Pudjaatmaka. Edisi Ketiga. Erlangga. Jakarta
- Giyarto. 1997. *Teknologi Fermentasi*. Penuntun Præktikum. Fakultas Pertanian. Universitas Jember. Jember
- Mulyono, H. 2001. *Kamus Kimia Untuk Siswa Dan Mahasiswa Sains Dan Teknologi*. PT Ganesindo. Bandung
- Indrarti, L., Yudianti, R. 1995. "Pengaruh Alkali Pada Sifat Fisis dan Mekanis Dari Lapisan Tipis Bioselulosa". *Simposium Nasional-Himpunan Polimer Indonesia*. Puslitbang Fisika Terapan LIPI. Bandung
- Iguchi, M., Yamanaka, S., Budhiono, A. 2000. "Review Bacterial Cellulosa- A Masterpiece of nature's Arts". *Journal of Material Science*, vol, 35. p, 1-10
- John, P. 1992. *Biosynthesis of The Major Crop Product*. John Wiley and Sons. Chicester
- Khopkar, S,M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Penerjemah A, Saptohardjo. Cetakan Pertama. Penerbit Universitas Indonesia. Jakarta

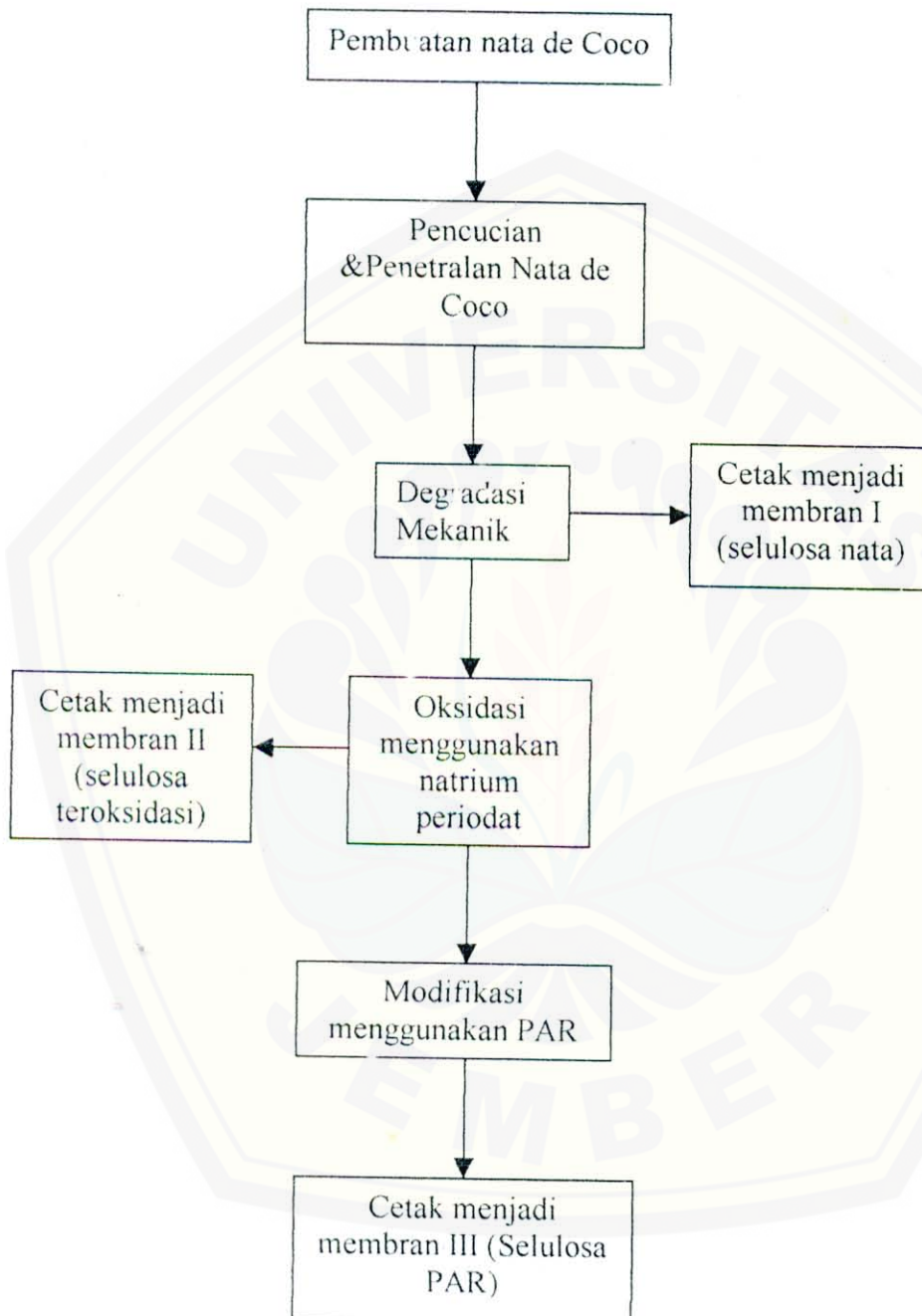
- Krystynowicz, A., Bielecki, A. 2001. *Biosynthesis of Bacterial Cellulose and Its Potential Application in The Different Industries*. Technical University. Lodz. Poland
- Loudon, G, M. 1995. *Organic Chemistry*, Third Edition. Purdue University. The Benjamin Cummings Publishing Company. Inc. Canada
- Malcolm, B.R. 1999. "Cellulose Structure and Biosynthesis". *Journal Macromolekul : Pure Appl. Science* Vol 71. Great Britain. P, 767-775
- Marzenko, Z. 1986. *Separation and Spectrophotometric*. Ellis Horwod Series in Analytical Chemictry. Ellis Horwod Limited-Publisher Chemistry. Halsted Press. John Wiley & Sons. Inc New York
- Mehia A, M., Cheryan, M. 1990. *Membran Bioreactors: Enzym Process in Biotechnology and Food Process Engineering*. Marcell Dekker Inc: New York
- Molina, MF., J.M. Bosque-Sendra. et, al. 1999. Complexes Of Zn(II) And Cd (II) With 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol Sorbed On Sephadex QAE: Characterization And Theoretical Study. *Analytical Chimica Acta*. Elsevier. P, 281-290
- Mulder, M. 1991. *Basic Principles of Membrane Technology*. Kluwer Academic Publisher. Dordrecht
- Piluharto., B. 2001. "Studi Awal Penggunaan Nata De Coco sebagai Membran Ultrafiltrasi". *Tesis*. ITB. Bandung
- Piseshidarta., E. 2002. Preparasi Membran Nata De Coco –Etilendiamin dan Studi Pengikatannya Terhadap Logam Cu^{2+} . *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas MIPA. Universitas Jember. Jember
- Sastrohamidjojo., H. 1991. *Spektroskopi*. Edisi Kedua. Cetakan Pertama. Liberty. Yogyakarta
- Shevla, M,G. 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro*. Penerjemah Setiono, L. Pudjaatmaka, A,H. Edisi Ke-V. Cetakan Ke-2. PT, Kalman Media Pustaka. Jakarta
- Silverstein, Bassler, and Morrill. 1991. *Spectrometric Identification of Organic Compound*. Fifth Edition. By John Wiley & Sons. Inc. Canada
- Steven, M,P. 2001. *Kimia Polimer*. Penerjemah I, Sofyan. Cetakan Pertama. PT, Pradnya Paramita. Jakarta

- Sjostrom, E. 1995. *Kimia Kayu*. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta
- Suranti. 1990. "Usaha Mempertinggi Hasil Nata De Coco Dengan Penambahan Kecambah Kedelai". *Laporan Penelitian*. Pusat Penelitian UNEJ. Jember
- Tanabe, T., Touma, K., Hamasaki, K., Ueno, A., 2001. "Immobilized Fluorescent Cyclodextrin on a Cellulose Membrane as a Chemosensor for Molecule Detection". *Analytical Chemistry*. vol, 73. p, 3126-3130
- Vollhard, K, P, C., Schore N, E. 1999. *Organic Chemistry Structure and Function*. Third Edition. W,H Freeman & Company. New York



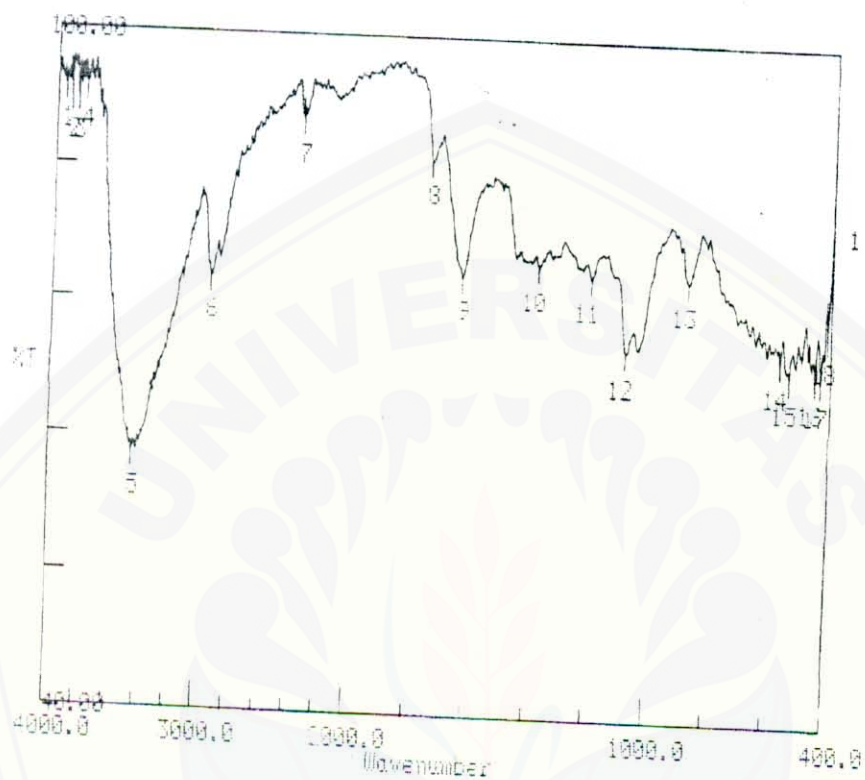
Lampiran-1

Diagram Alir Proses Pembuatan Membran Selulosa-PAR



Lampiran-2

Spektra FT-IR Membran Selulosa-Nata



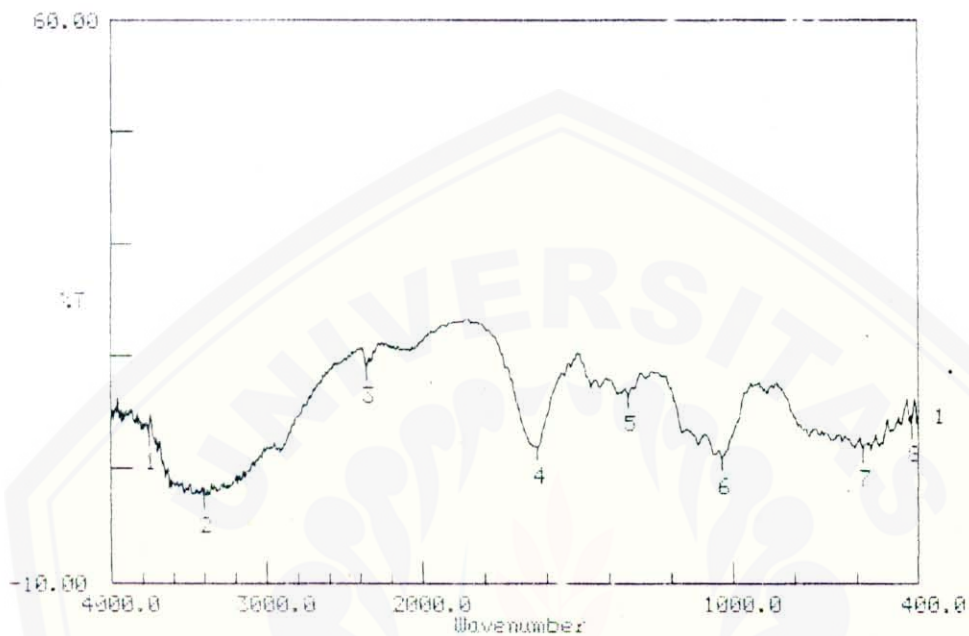
Condition
 upper 100.00 lower 40.00 depth 2.00

Peak table

1: 3944.78(94.7)	2: 3904.27(95.9)	3: 3856.05(93.8)
4: 3602.04(94.8)	5: 3443.25(62.4)	6: 2941.71(78.1)
7: 2355.30(92.4)	8: 1747.56(89.0)	9: 1635.78(78.7)
10: 1363.09(79.8)	11: 1205.62(79.0)	12: 1086.02(72.3)
13: 881.55(78.8)	14: 567.12(72.0)	15: 536.26(70.7)
16: 451.36(70.8)	17: 434.02(70.5)	18: 410.87(74.4)

Lampiran-3

Spektra FT-IR Membran Selulosa Teroksidasi



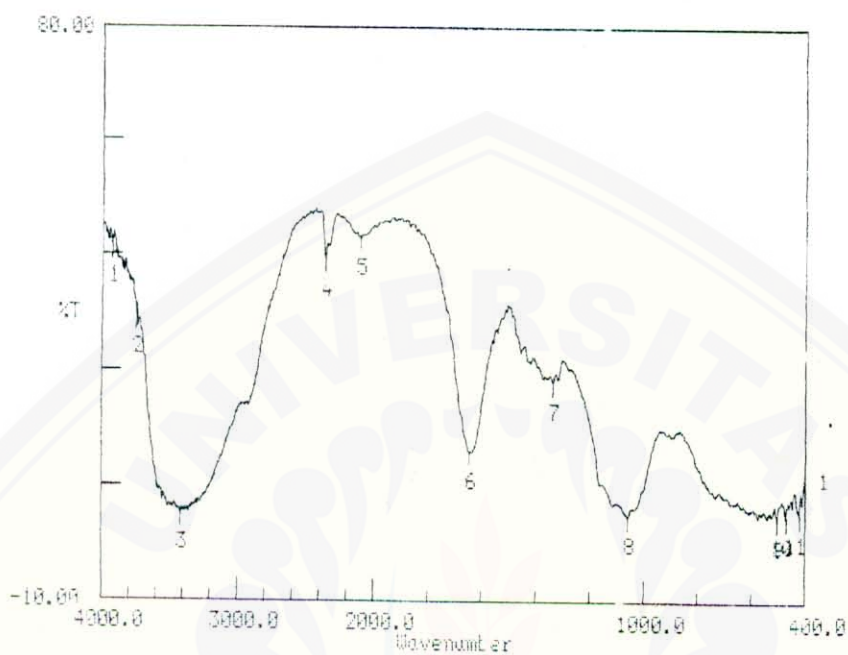
Condition
 upper 60.00 lower -10.00 depth 2.00

Peak table

1:	3755.74(9.3)	2:	3402.74(0.6)	3:	2361.00(16.6)
4:	1630.00(6.6)	5:	1338.72(13.1)	6:	1035.87(5.3)
7:	578.70(6.2)	8:	420.52(9.3)		

Lampiran-4

Spektra FT-IR membran Selulosa-PAR



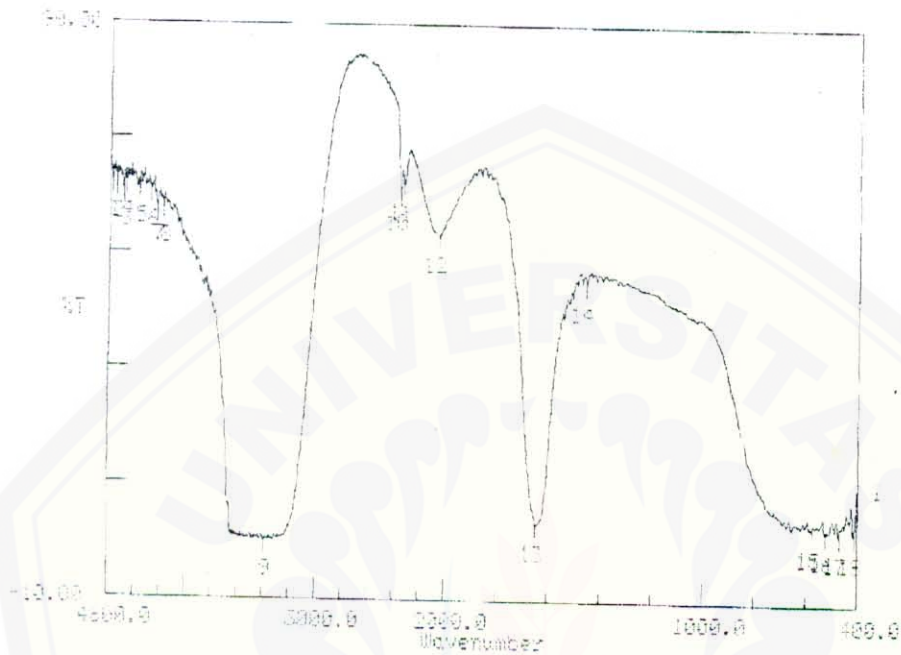
Condition
upper 80.00 lower -10.00 depth 2.00

Peak table

1: 3931.29(45.2)	2: 3748.03(34.2)	3: 3418.17(3.6)
4: 2361.08(43.2)	5: 2102.60(46.7)	6: 1647.36(3.3)
7: 1338.72(24.2)	8: 1060.94(3.4)	9: 503.47(3.1)
10: 470.67(3.5)	11: 420.52(3.7)	

Lampiran-5

Spektra FT-IR Reagen PAR 25 ppm



Condition
upper: 90.00 lower: -10.00 depth: 2.00

Peak table

1:	4585.21	(62.3)	2:	4552.42	(61.8)	3:	4496.47	(60.6)
4:	4421.84	(62.2)	5:	4376.88	(61.1)	6:	4282.36	(60.6)
7:	4216.89	(58.0)	8:	4169.77	(57.8)	9:	3391.16	(3.3)
10:	3263.81	(60.5)	11:	2736.91	(62.2)	12:	2656.70	(67.7)
13:	1643.80	(3.0)	14:	1458.32	(45.2)	15:	524.84	(3.2)
16:	520.76	(2.6)	17:	468.74	(2.4)	18:	410.87	(2.4)

Lampiran-6

Data Optimasi Panjang Gelombang Maksimum Co(II) Pada Konsentrasi 0.1M

λ (nm)	Absorbansi					
	I	II	III	IV	V	VI
400	0.05	0.049	0.05	0.05	0.049	0.049
410	0.061	0.06	0.061	0.059	0.059	0.059
420	0.081	0.078	0.079	0.079	0.077	0.079
430	0.106	0.111	0.109	0.112	0.11	0.11
440	0.158	0.158	0.156	0.159	0.157	0.158
450	0.216	0.221	0.221	0.22	0.22	0.221
460	0.289	0.289	0.287	0.288	0.289	0.291
470	0.335	0.336	0.334	0.336	0.335	0.335
480	0.368	0.369	0.368	0.371	0.367	0.369
490	0.412	0.413	0.414	0.412	0.411	0.414
500	0.46	0.46	0.461	0.461	0.46	0.461
510	0.486	0.486	0.487	0.485	0.488	0.486
520	0.468	0.47	0.469	0.468	0.47	0.47
530	0.408	0.411	0.413	0.411	0.412	0.414
540	0.325	0.325	0.327	0.324	0.326	0.329
550	0.236	0.237	0.239	0.239	0.238	0.236
560	0.165	0.167	0.167	0.165	0.167	0.168
570	0.114	0.113	0.113	0.114	0.114	0.114
580	0.086	0.085	0.084	0.082	0.086	0.085
590	0.072	0.071	0.072	0.071	0.071	0.07
600	0.066	0.065	0.065	0.064	0.065	0.064
610	0.063	0.062	0.061	0.061	0.061	0.06
620	0.06	0.061	0.06	0.06	0.059	0.06
630	0.059	0.06	0.059	0.059	0.058	0.059
640	0.058	0.058	0.057	0.056	0.056	0.058
650	0.056	0.055	0.055	0.054	0.054	0.054
660	0.053	0.051	0.051	0.051	0.052	0.051
670	0.05	0.048	0.048	0.048	0.047	0.045
680	0.047	0.045	0.045	0.044	0.045	0.044
690	0.042	0.041	0.042	0.042	0.042	0.041
700	0.04	0.039	0.039	0.038	0.039	0.039

Lampiran-7

Data rata-rata absorbansi Co(II) 0.1M pada λ_{maks}

n	absorbansi	$(x-x)^2$
1	0.486	1.10889E-07
2	0.486	1.10889E-07
3	0.487	4.44889E-07
4	0.485	1.77689E-06
5	0.488	2.77889E-06
6	0.486	1.10889E-07
Rata-rata = 0.486333		

$$SD = 0.001033$$

$$RSD = 0.212 \%$$

Dik : A Co(II) pada 510 nm = 0.4863

$$[Co(II)] = 0.1 \text{ M}$$

$$b = 1.0 \text{ cm}$$

Dit : ϵ (serapan molar) dari Co(II) 0.1M?

Jawab:

$$A = \epsilon b c$$

$$\epsilon = A/b \cdot c$$

$$\epsilon = 0.4863/1.0 \text{ cm} \times 0.1 \text{ M}$$

$$\epsilon = 4.863 \text{ l/mol} \cdot \text{cm}$$

Lampiran-8

Data Pengamatan Absorbansi Sisa Larutan Co(II) $\lambda_{\text{maks}} = 510 \text{ nm}$ Setelah Bereaksi dengan Membran Selulosa-PAR

konsentrasi PAR (ppm)	absorban sisa				
	I	II	III	IV	V
15	0.41	0.404	0.408	0.412	0.414
25	0.393	0.396	0.393	0.397	0.39
35	0.421	0.42	0.426	0.427	0.43
50	0.437	0.443	0.44	0.436	0.438

Waktu Reaksi	Absorban sisa				
	I	II	III	IV	V
1	0.41	0.413	0.408	0.412	0.41
2	0.43	0.434	0.429	0.426	0.425
3	0.393	0.396	0.393	0.397	0.39
4	0.41	0.412	0.403	0.407	0.405

pH Reaksi	absorban Sisa				
	I	II	II'	IV	V
4	0.41	0.406	0.405	0.415	0.413
5	0.426	0.421	0.428	0.42	0.424
6	0.393	0.396	0.393	0.397	0.39
7	0.376	0.367	0.373	0.365	0.371
8	0.419	0.42	0.417	0.41	0.415

Lampiran-9

Data Pengamatan Pengaruh Konsentrasi PAR Terhadap Pengikatan Ion Co(II) 0.1M

konsentrasi PAR (ppm)	absorban Co (II) terikat pada membran					rata-rata	SD	RSD	konsentrasi awal (M)	konsentrasi terikat (M)	% terikat
	I	II	III	IV	V						
15	0.0763	0.0823	0.0783	0.0743	0.0723	0.0767	0.003847	5.015746	0.1	0.016	16
25	0.0933	0.0903	0.0933	0.0893	0.0963	0.0925	0.002775	2.999878	0.1	0.019	19
35	0.0653	0.0663	0.0603	0.0593	0.0563	0.0615	0.004207	6.840873	0.1	0.0125	12.5
50	0.0493	0.0443	0.0463	0.0503	0.0483	0.0477	0.002408	5.048887	0.1	0.0096	9.6



Milik UPT Perpustakaan
UNIVERSITAS JEMBER

Lampiran-10

Data Pengamatan Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Pengikatan Ion Co(II) 0.1 M

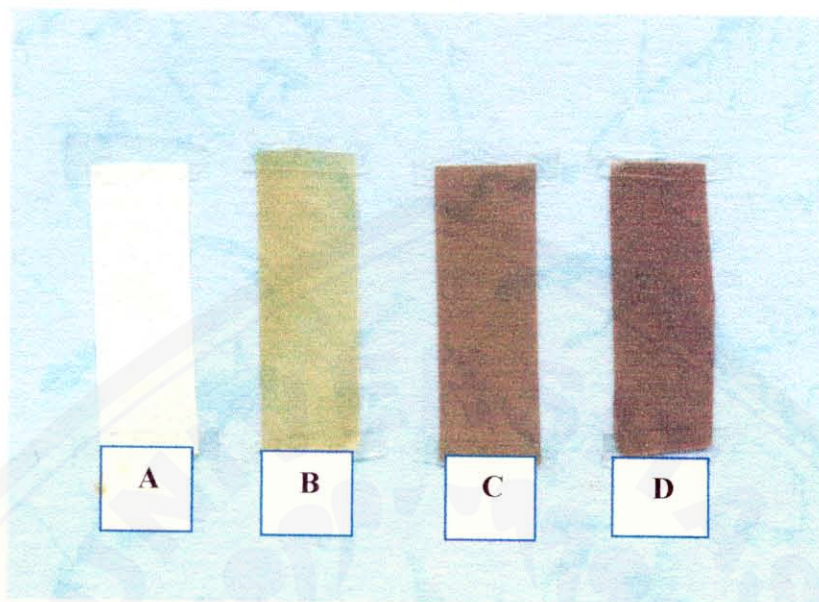
waktu reaksi PAR	absorban Co (II) terikat pada membran					rata-rata	SD	RSD	konsetrasi awal (M)	konsentrasi terikat (M)	% terikat
	I	II	III	IV	V						
1	0.0733	0.0733	0.0783	0.0743	0.0763	0.0757	0.001949	2.575111	0.1	0.0156	15.6
2	0.0563	0.0523	0.0573	0.0603	0.0613	0.0575	0.003564	6.197749	0.1	0.0116	11.6
3	0.0933	0.0903	0.0933	0.0893	0.0963	0.0925	0.002775	2.999878	0.1	0.0119	11.9
4	0.0763	0.0743	0.0833	0.0793	0.0813	0.0789	0.003647	4.622201	0.1	0.0162	16.2

Lampiran-11

Data Pengamatan Pengaruh Kondisi pH Reaksi terhadap Pengikatan Ion Co(II) 0.1 M

pH reaksi	absorban Co (II) terikat pada membran					rata-rata	SD	RSD	konsetrasi awal (M)	konsetrasi terikat (M)	% terikat
	I	II	III	IV	V						
4	0.0763	0.0803	0.0813	0.0713	0.0733	0.0765	0.004324	5.652745	0.1	0.0156	15.6
5	0.0603	0.0653	0.0583	0.0663	0.0623	0.0625	0.003347	5.354624	0.1	0.013	13
6	0.0933	0.0903	0.0933	0.0893	0.0963	0.0925	0.002775	2.999878	0.1	0.019	19
7	0.1103	0.1193	0.1133	0.1213	0.1153	0.1159	0.00445	3.839274	0.1	0.0235	23.5
8	0.0673	0.0663	0.0693	0.0763	0.0713	0.0701	0.003962	5.652386	0.1	0.0144	14.4

Lampiran 12. Gambar Membran Nata De Coco



Keterangan :

- A. Membran Selulosa Nata
- B. Membran Selulosa Teroksidasi
- C. Membran Selulosa-PAR
- D. Membran Selulosa-PAR setelah bereaksi dengan ion Co(II)