

**PEMBUATAN KOMPOSIT KITOSAN ALUMINA SEBAGAI AGEN FIKSASI ZAT WARNA
RODAMIN B PADA KAIN KATUN**

**SYNTHESIS OF CHITOSAN ALUMINA COMPOSITE AS FIXATION AGENT FOR
RODHAMIN B DYE ON COTTON FABRICS**

Ika Dessy Kurniasari dan Dina Kartika Maharani*

Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences

State University of Surabaya

Jl. Ketintang Surabaya (60231), Telp. 031-8298761

*Corresponding author, email: ika.dessy261291@gmail.com

Abstrak. Tujuan penelitian ini tentang pembuatan dan karakterisasi komposit kitosan alumina sebagai agen fiksasi zat warna rodamin B pada kain katun. Pembuatan komposit kitosan alumina dilakukan dengan cara mencampurkan kitosan dengan sol alumina yang dibuat dari prekursor aluminium isopropoksida dengan perbandingan volume 3:7. Karakterisasi komposit kitosan alumina dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR. Pelapisan kain dengan agen fiksasi berupa komposit dan zat warna dilakukan dengan 3 variasi metode pencelupan dan teknik pad-dry-cure. Kain yang telah terlapisi komposit dan zat warna dikarakterisasi dengan analisis DRUV, SEM dan Uji Kekuatan Mekanik. Hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa telah terjadi penurunan intensitas kitosan dengan penambahan alumina pada pita serapan 3433 cm^{-1} sampai 3448 cm^{-1} dan terdapat serapan khas vibrasi ulur gugus Al-O-Al pada bilangan gelombang 617 cm^{-1} serta pada bilangan gelombang 1080 cm^{-1} dan 478 cm^{-1} menandakan bahwa Al-O berhasil terintegrasi dengan kitosan pada komposit. Hasil kain yang dilapisi komposit kitosan alumina dan zat warna dari metode A memiliki persen leaching (pelepasan zat warna) terendah yaitu sebesar 3,18 %. Dari hasil SEM dapat terlihat bahwa komposit kitosan alumina telah berhasil melapisi serat dan antar serat kain.

Kata kunci: Alumina, kitosan, rodamin b, komposit.

Abstract. The purpose of this study was to prepare and characterize chitosan alumina composites as fixation agent of rhodamine B dye on cotton fabric. The preparation of chitosan alumina composite was done with sol gel method by mixing chitosan into alumina sol which were made from aluminum isopropoxide precursor with a ratio of volume 3:7. Chitosan alumina composite was characterized by FTIR spectrophotometer. Coating fabric with fixation agents such as composite and the dye was done with 3 variations dyeing methods and techniques pad-dry-cure. The fabrics which has been coated with composite and dye were characterized by DRUV analysis, SEM and mechanical strength test. The FTIR analysis results showed that there has been a decrease in the intensity of chitosan with the addition of alumina in the absorption band 3433 cm^{-1} to 3448 cm^{-1} and are typical stretching vibration absorption group Al-O-Al at wave number 617 cm^{-1} and the wave number 1080 cm^{-1} and 478 cm^{-1} indicates that the Al-O successfully integrated with chitosan in the composite. The results of coated chitosan alumina composite fabrics and dye from method A more than lowest leaching percent (deliverance dye) with 3,18%. From the SEM analysis can be seen that the chitosan alumina composite managed fairly evenly coat the fibers and between fiber.

Key words: Alumina, chitosan, rhodamine b, composite

PENDAHULUAN

Tekstil merupakan salah satu kebutuhan yang penting bagi kehidupan manusia. Besarnya permintaan untuk produk tekstil saat ini semakin meningkat, sehingga banyak dikembangkan tekstil multifungsi melalui proses akhir (*finishing*) secara

kimia untuk memberikan nilai tambah fungsional tekstil. Kain tekstil fungsional harus memenuhi persyaratan untuk kebutuhan konsumen dalam hal kenyamanan, perawatan yang mudah, kesehatan dan kebersihan sambil memastikan perlindungan

terhadap mekanik, termal, kimia dan gangguan biologis serta pewarnaan yang tahan lama [1].

Zat pewarna yang sering digunakan untuk skala industri kecil maupun industri besar pada industri tekstil atau batik adalah zat pewarna sintesis. Keunggulan zat pewarna ini yaitu harganya yang murah, mudah diperoleh, ketersediaan warna terjamin, dan jenis warna bermacam-macam, disisi lain kekurangan zat pewarna ini adalah memberikan dampak negatif bagi lingkungan sekitarnya karena sifatnya yang non-biodegradable dan toksik. Salah satu zat pewarna sintesis dan penghasil limbah yang paling banyak digunakan oleh industri tekstil adalah Rodamin B. Namun proses pewarnaan kain yang kurang maksimal akan berpotensi menyebabkan permasalahan pencemaran lingkungan seperti kerusakan ekosistem atau biota-biota laut di lingkungan sekitar akibat banyak zat warna yang lepas dari serat saat pencucian dan dengan banyaknya zat warna yang luntur pada kain tekstil atau batik maka akan menyebabkan kurangnya ketertarikan para konsumen terhadap kain tersebut. Salah satu cara untuk menghasilkan tekstil yang tidak mudah luntur serta memiliki warna yang cemerlang adalah melapisi kain dengan atau bahan tambahan pada saat proses pewarnaan yang fungsinya sebagai agen fiksasi atau pengikat zat warna [2] dan supaya penambahan agen fiksasi tersebut tidak menimbulkan masalah terhadap lingkungan maka diperlukan agen fiksasi yang ramah lingkungan dan bersifat non-toksik. Salah satu material organik yang memiliki peran sebagai agen fiksasi alami yaitu kitosan.

Kitosan merupakan senyawa biopolimer alam yang bersifat ramah lingkungan, *biocompatible*, *biodegradable*, dan tidak beracun. Selain itu, dengan adanya gugus spesifik amina (NH_2) dan hidroksi (OH^-) serta sifatnya yang polikationik dalam larutan asam menyebabkan kitosan dapat mengikat senyawa-senyawa maupun logam. Namun, penggunaan kitosan dalam fiksasi zat warna pada tekstil memiliki ketahanan yang kurang memuaskan terhadap proses pencucian. Hal ini dikarenakan, stabilitas yang rendah terhadap proses pencucian [3]. Oleh karena itu, diperlukan peningkatan stabilitas pada tekstil dengan cara mengkompositkan kitosan dengan material

anorganik untuk meningkatkan sifat mekanik dan termal selama proses pemakaian.

Salah satu material anorganik oksida nontoksik yang dikompositkan dengan kitosan yaitu alumina. Pemberian alumina pada larutan kitosan dapat meningkatkan ketahanan mekanik dan stabilitas termal yang baik [4], sehingga dapat digunakan untuk proses akhir (*finishing*) yaitu pelapisan pada tekstil karena dapat membentuk lapis tipis transparan pada tekstil melalui metode sol-gel.

Secara umum pembuatan alumina menggunakan proses sol-gel. Proses sol-gel merupakan proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (*sol*) membentuk fasa cair kontinyu (*gel*) [5] yang berdasarkan pada reaksi hidrolisis dan kondensasi [6] dengan senyawa logam transisi alkoksida atau metaloid [7]. Kain yang dilapisi dengan alumina (Al_2O_3) meningkatkan sifat mekanik dan kekuatan tarik mulur hingga 7,9% dan 5,7% [8] serta ketahanan pemakaian setelah 5 kali pencucian [9]. Selain itu, komposit Si/Al dengan zat warna menghasilkan interaksi elektrostatis antara keduanya dan menyebabkan meningkatnya ketahanan luntur dari zat warna pada kain [10].

Berdasarkan uraian diatas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan komposit kitosan-alumina untuk meningkatkan daya ketahanan luntur zat warna rodamin B pada kain katun, sehingga diharapkan dapat mengurangi dampak pencemaran lingkungan akibat limbah zat warna yang luntur pada kain saat proses pencucian. Pelapisan komposit kitosan-alumina pada kain katun dilakukan dengan metode *dip-coating* dan teknik *pad-dry-cure*. Metode pelapisan ini secara praktis lebih menguntungkan karena relatif sederhana dan mudah, mempunyai sifat ketahanan mekanis yang lebih baik dan memerlukan bahan aktif lebih sedikit [1].

METODE PENELITIAN

Alat

Hot plate stirrer, pengaduk magnet, kaca arloji, termometer air raksa, neraca analitis, oven, *Fourier Transform Infra-Red Spectrophotometer*

(FTIR, Shimadzu), difraksi sinar-X (XRD, Philips Analytical), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan Spektrofotometer *Diffuse Reflectant Uv-Visible* (DRUV, Shimadzu ISR-2200).

Bahan

Kitosan, Asam asetat 2%, HCl 3M, Etanol p.a, Etanol teknis, Aluminium Isopropoksida (Sigma), PVA (Brataco), Rodamin B, Sodium Dodesil Sulfat (SDS) 1%, Kain Katun dan Akuades.

PROSEDUR PENELITIAN

Pembuatan Sol Alumina

Sol alumina 0,01 M dibuat dengan metode sol-gel menggunakan 0,2042 gram Aluminium Isopropoksida (AIP) sebagai prekursor dengan penambahan 1 mL HCl 3 M sebagai katalis dan dilarutkan dengan 100 mL campuran etanol air (perbandingan volum, 1:1) selanjutnya diaduk selama 2 jam dengan suhu 80 °C, lalu larutan diukur dengan pH meter dan ditambahkan PVA (perbandingan molar, 2:1) dengan AIP. Campuran larutan tersebut diaduk selama 24 jam dalam temperatur ruang.

Pembuatan Komposit Kitosan Alumina

Komposit kitosan alumina dibuat dengan cara mencampurkan larutan kitosan 1% dengan sol alumina 0,01 M. Larutan kitosan 1% dibuat dengan cara melarutkan 1 gram kitosan dalam 100 mL asam asetat 2% dengan menggunakan labu ukur 100 mL. Kemudian distirer selama 1 jam untuk menghasilkan larutan yang homogen. Perbandingan volum kitosan dengan alumina sebanyak 30 mL larutan kitosan dan 70 mL sol alumina (3:7).

Pembuatan Larutan Zat Warna

Sebanyak 0,004 gram serbuk Rodamin B dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL selanjutnya ditambahkan etanol p.a sampai tanda batas dan diaduk sampai campuran homogen.

Pembuatan Komposit dengan Zat Warna

Sebanyak 18 gram komposit dan 0,9 gram larutan Rodamin B dimasukkan dalam gelas kimia 250 mL kemudian ditambah 81,1 mL akuades dan diaduk hingga tercampur sempurna.

Metode Pelapisan Zat Warna dan Komposit pada Kain

Kain katun yang akan dilapisi oleh material komposit dan zat warna dipotong dengan ukuran 7 x 3 cm. Dibuat batas atas sebesar 1 cm untuk mengaitkan benang pada kain agar bisa digantung setelah proses pencelupan. Selanjutnya kain dicuci dengan menggunakan etanol teknis untuk menghilangkan kotoran yang menempel dan dikeringkan pada suhu 60 °C selama 15 menit. Kemudian kain dilapisi dengan agen fiksasi dan zat warna dengan variasi metode A pelapisan zat warna terlebih dahulu dilanjutkan dengan komposit, metode B pelapisan komposit terlebih dahulu dilanjutkan dengan zat warna dan metode C pelapisan campuran zat warna dan komposit.

Pencelupan kain dilakukan sebanyak 10 kali dengan kecepatan tarik ~ 3 cm/detik. Selanjutnya kain dikering-anginkan selama 15 menit kemudian ditimbang untuk memperoleh berat *wet pick-up*.

$$\text{Wet-pick up (\%)} = \frac{B-A}{A} \times 100 \%$$

Dengan,

A : berat kain awal

B : berat kain setelah dikering-anginkan setelah diberi perlakuan pencelupan

Kain selanjutnya dikeringkan dalam oven (*drying*) pada temperatur 60 °C selama 5 menit dan dilanjutkan dengan *curing* pada temperatur 160 °C selama 1 menit kemudian ditimbang beratnya hingga konstan.

Uji Ketahanan Luntur Zat Warna Pada Kain

Kain yang sudah dilapisi oleh agen fiksasi dan zat warna selanjutnya dilakukan proses *leaching* atau pelepasan zat warna dengan pencucian terhadap larutan sodium dodesil sulfat atau SDS 1% sebanyak 100 mL. Pemberian sodium dodesil sulfat (SDS) pada penelitian ini dikarenakan surfaktan anionik yang mudah terurai oleh mikroorganisme, sehingga limbah yang dihasilkan tidak menimbulkan pencemaran lingkungan. Uji ketahanan luntur zat warna pada tekstil dilakukan dengan menggunakan analisis spektrofotometer UV-Vis *diffuse reflectant* (DRUV). Persen *leaching* yang dimaksudkan sebagai anti pudar dihitung dengan persamaan dari analisis DRUV yaitu:

$$D = \frac{100(rA - rB)}{(100 - rB)}$$

Dengan:

rA = reflektansi setelah uji *leaching* (setelah proses pencucian)

rB = reflektansi sebelum uji *leaching*

Karakterisasi Kimia Komposit Kitosan Alumina

Larutan komposit kitosan alumina dikeringkan dalam oven sampai kering pada temperatur 60 °C. Beberapa mg serbuk komposit yang didapatkan dicampur dengan beberapa mg KBr kering untuk dibuat pellet selanjutnya dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer FTIR.

Analisis Morfologi Permukaan Kain Terlapisi Komposit Kitosan Alumina dan Zat Warna

Permukaan kain yang telah dilapisi komposit kitosan silika titania akan ditembak dengan berkas elektron berenergi tinggi. Permukaan kain yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan kain.

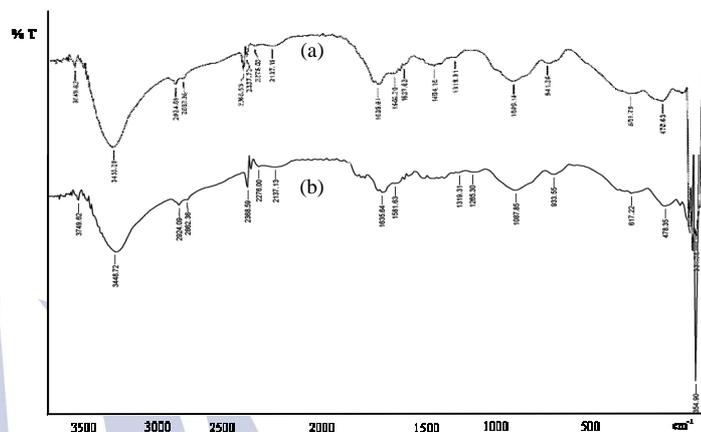
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bab ini akan dibahas mengenai karakterisasi dari komposit dan kain yang terlapisi agen fiksasi dari komposit kitosan alumina dengan 3 variasi metode. Data hasil komposit dikarakterisasi dengan menggunakan instrument FTIR dan untuk karakterisasi kain yang terlapisi komposit menggunakan DRUV dan uji tarik mulur atau kelenturan kain.

Interaksi Kitosan dengan Alumina

Terbentuknya komposit kitosan alumina ditandai dengan tercampurnya kedua larutan tersebut yang menghasilkan warna kuning jernih serta homogen. Larutan yang jernih dan homogen ini dimungkinkan dapat menghasilkan pelapisan yang baik serta tidak memberikan perubahan warna

terhadap kain. Larutan komposit yang didapat, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C untuk selanjutnya dikarakterisasi dengan instrumen FTIR. Hasil spektra FTIR komposit kitosan alumina ditunjukkan dalam Gambar 1.



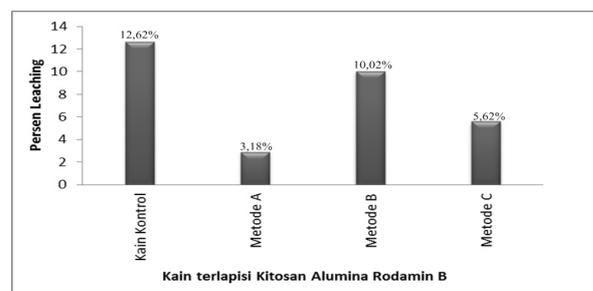
Gambar 1. Hasil spektra FTIR kitosan (a) dan komposit kitosan alumina (b)

Berdasarkan hasil spektra pada Gambar 1 menunjukkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 3448 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur gugus O-H dari Al_2O_3 dan gugus N-H amina primer dari kitosan. Pada komposit terdapat serapan khas pita amida I dan pita amida II dari kitosan pada bilangan gelombang 1635 cm^{-1} dan 1581 cm^{-1} .

Hasil analisis spektra FTIR komposit kitosan alumina juga terdapat serapan khas vibrasi ulur gugus Al-O-Al pada bilangan gelombang 617 cm^{-1} dan vibrasi Al-O pada bilangan gelombang 478 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa Al-O berhasil terintegrasi dengan kitosan.

Uji Ketahanan Luntur Warna dengan DRUV

Hasil uji ketahanan warna terhadap kain dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik persen *leaching* dengan variasi Metode Pelapisan

Berdasarkan hasil data diatas menunjukkan bahwa kain yang terlapisi agen fiksasi dari komposit kitosan alumina dengan metode pelapisan A paling rendah dibandingkan dengan kedua metode pelapisan lainnya serta kain kontrol (kain dengan pelapisan zat warna tanpa komposit). Metode A menghasilkan persen *leaching* atau pelepasan zat warna paling rendah sebesar 3,18 % yang menandakan sifat ketahanan luntur untuk metode A paling tinggi. Metode pelapisan ini dimungkinkan terjadinya interaksi yang kuat saat kain dilapisi dengan zat warna, dan pelapisan kedua dengan agen fiksasi dari komposit kitosan alumina dimungkinkan zat warna berinteraksi lebih kuat dengan komposit kitosan alumina sehingga menghasilkan ketahanan warna paling tinggi. Hal ini dikarenakan Agen fiksasi memiliki gugus aktif OH, NH₂⁺ dan Al-OH yang memungkinkan terjadinya interaksi elektrostatis dengan zat warna maupun ikatan hidrogen dengan selulosa [2], sehingga menghasilkan ketahanan luntur warna paling baik.

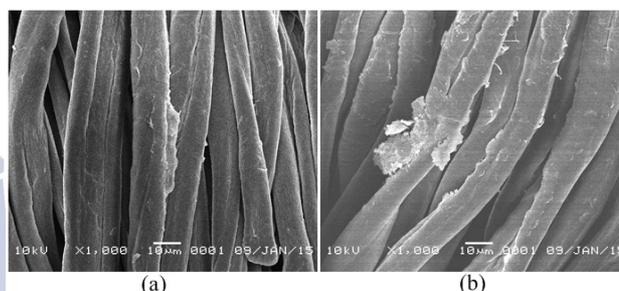
Teknik pelapisan metode B yaitu pelapisan kain pada agen fiksasi dari komposit kitosan alumina yang kemudian dilanjutkan dengan pelapisan terhadap zat warna Rodamin B menghasilkan persen *leaching* paling tinggi sebesar 10,02 %, hal ini menyebabkan ketahanan luntur zat warna pada kain untuk teknik pelapisan metode B yang paling rendah dan kemungkinan karena interaksi komposit kitosan alumina dengan kain berikatan lebih kuat, sehingga saat kain dilapisi dengan zat warna Rodamin B maka kemungkinan terjadi interaksi yang lebih lemah dan menghasilkan ketahanan luntur warna lebih rendah.

Sedangkan untuk teknik pelapisan metode C yaitu pelapisan kain dengan campuran antara agen fiksasi dan zat warna yang menghasilkan persen *leaching* tinggi sebesar 5,62 %, sehingga ketahanan luntur warna dari teknik pelapisan metode C rendah. Hal ini dimungkinkan terjadi interaksi kuat antara komposit kitosan alumina dengan zat warna saat terjadi pencampuran, sehingga saat dilakukan pelapisan pada kain interaksi yang terjadi lemah. Serat kain yang secara langsung berinteraksi dengan campuran dari komposit dan zat warna, menyebabkan kemungkinan kain tidak efektif berinteraksi dengan komposit kitosan alumina dan

zat warna sehingga pada saat proses pencucian banyak zat warna yang berkurang pada kain.

Analisis Morfologi Permukaan Kain Terlapisi Komposit Kitosan Alumina dan Zat Warna

Hasil analisis morfologi kain yang telah dilapisi komposit kitosan silika titania disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Morfologi permukaan kain terlapisi kitosan alumina dan zat warna sebelum pencucian (a) dan permukaan kain terlapisi kitosan alumina dan zat warna setelah pencucian (b)

Hasil analisis menunjukkan bahwa pelapisan komposit kitosan alumina telah berhasil cukup merata pada masing-masing serat dan antar serat kain, baik pada saat sebelum maupun setelah proses pencucian. Namun sudah terlihat adanya patahan atau pelepasan komposit pada serat kain setelah pencucian. Hal ini menunjukkan bahwa teknik pelapisan kain dengan komposit yang dibuat dengan menggunakan metode sol gel memberikan hasil pelapisan yang baik atau halus dan tidak merusak kain sebelum proses pencucian.

SIMPULAN

Berdasarkan data hasil dapat disimpulkan bahwa :

1. Karakterisasi komposit kitosan alumina telah berhasil dilakukan dengan ditandai adanya perubahan bilangan gelombang pada kitosan dengan penambahan alumina pada bilangan gelombang 3433 cm⁻¹ menjadi 3448 cm⁻¹.
2. Dalam penelitian ini dari ketiga metode pelapisan yang menghasilkan persen *leaching* paling rendah atau pelepasan zat warna paling rendah sebesar 3,18 % yaitu metode A dan morfologi permukaan kain yang dilapisi komposit kitosan alumina menunjukkan bahwa komposit kitosan alumina telah berhasil melapisi serat dan antar serat kain.

SARAN

Mengingat hasil uji terhadap ketahanan luntur zat warna rhodamin B pada kain berlapis komposit kitosan alumina cukup tinggi (di atas 90%) maka penelitian selanjutnya dapat dilakukan menggunakan zat warna jenis lainnya seperti jenis anionik untuk mengetahui kemampuan komposit kitosan alumina sebagai agen fiksasi zat warna pada kain

DAFTAR PUSTAKA

- Mahltig, B., H. Haufe, and H. Bottcher. 2005. Functionalisation of Textiles by Inorganic Sol-Gel Coatings. *Journal of Materials Chemistry*. 15, 4385-4398.
- Maharani, Dina Kartika., Rusmini., Dwiningsih, Kusumawati. 2013. Pemanfaatan Potensi Alam Kitosan Berpadu Material Nano $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Sebagai Agen Fiksasi Zat Warna Dalam Upaya Mengurangi Limbah Zat Warna Industri Batik dan Tekstil. *Laporan Penelitian Hibah Bersaing*. Surabaya : Universitas Negeri Surabaya.
- Chung, Y.K., Lee, K.K., and Kim, J.W. 1998. Durable Press and Antimicrobial Finishing of Cotton Fabrics with a Citric Acid and Chitosan Treatment. *Textile Research Journal*, 68, 772-775.
- Edwin, Frank., Bambang Sunendar Purwasasmita, Suhanda, Rifki Septawendar, and Leanddas Nurdiwijayanto. 2011. Synthesis Of Nano- Alumina Composite Crystalline Zirkonia Oryza Sativa Pulp By Template Method Precursor Calcination. *Jurnal Riset Industri*. Bandung : Institut Teknologi Bandung. Vol V, No. 1.
- Kurniyasari. 2012. Sintesis Dan Karakterisasi Membran Komposit Alumina Silika Berpori Dan Aplikasinya Untuk Pemisahan Gas Metanol-Etanol. *Skripsi*. Jakarta: Universitas Indonesia
- Liu, X., Wang, W., Xu, P.. 2010. Improving The Wash Fastness of Direct Dyes on Cotton by Si/Ti Composite Nanosol. *Journal of Fibres and Textiles*. Vol. 18, No. 1 (78):93-96.
- Mahreni. 2010. *Sintesis Membran Nanokomposit Nafion-SiO₂ Menggunakan Metode Sol Gel*. Yogyakarta: UPN. Vol. 11, No. 2, hal: 129 – 133.
- Xiao, Xueliang., Chen, Fang., Wei, Oufu., and Wu, Ning. 2009. Surface modification of polyester nonwoven fabrics by Al_2O_3 sol-gel coating. *Journal Coating Technol*. China : Jiangnan University.
- Brzeziński S., Dorota Kowalczyk, Beata Borak, Marek Jasiorski, and Adam Tracz. 2011. Nanocoat Finishing of Polyester/Cotton Fabrics by the Sol-Gel Method to Improve their Wear Resistance. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*. Vol. 19, No. 6 (89) pp. 83-88.
- Mahltig, B., Bottcher, H., Knittel, D. and Schollmeyer, E.. 2004. Light dan Fading Wash Fastness of Dyed Nanosol-Coated Textiles. *Textile Research Journal*, 74, 521-527.