

**ISSN 1410-8720**



# **PROSIDING**

## **SIMPOSIUM NASIONAL POLIMER XI**

Sinergisme Pengembangan Teknologi Polimer  
untuk Meningkatkan Daya Saing Global  
Masyarakat Ekonomi ASEAN

**Gedung PDII - LIPI**  
**Jakarta, 06 September 2017**

Editor:

Athanasia Amanda Septevani, PhD  
Indriyati, M.Eng  
Melati Septiyanti, M.T  
Dr. Ir. Sri Handayani, M.T  
Indiah Ratna Dewi, S.Si

Didukung oleh:



## SAMBUTAN KETUA PANITIA SIMPOSIUM NASIONAL POLIMER (SNP) XI 2017

Assalamu'alaikum Wr. Wb.  
Salam Sejahtera Bagi Kita Semua

Puji Syukur, kami panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga kegiatan "Simposium Nasional Polimer XI Tahun 2017" dengan tema "Sinergitas Pengembangan Teknologi Polimer Untuk Meningkatkan Daya Saing Global Masyarakat Ekonomi ASEAN" dapat terselenggara.

Acara ini dapat berlangsung dengan dukungan beberapa lembaga dan Institusi seperti LIPI, Batan, BPPT, Kementrian Perindustrian dan dua perguruan yaitu Universitas Indonesia (UI) dan Institut Teknologi Indonesia (ITI).

Simposium Nasional Polimer XI (SNP XI) ini merupakan salah satu kegiatan Perhimpunan Polimer Indonesia (HPI) yang dilaksanakan setiap 1 tahun sekali. Topik dalam simposium kali ini meliputi **Sintesis Polimer, Modifikasi, Komposit, dan Aplikasi Teknologi Polimer dan Pengembangannya**.

Kami berharap semoga SNP XI dapat menjadi medium bagi para peneliti Indonesia untuk saling bertukar informasi tentang penelitian berbasis polimer, serta menambah pengetahuan tentang pengembangan teknologi polimer, sehingga perkembangan teknologi polimer dapat membantu masyarakat Indonesia dalam meningkatkan daya saing global dalam menghadapi Masyarakat Ekonomi Asean (MEA).

Dalam seminar ini telah dipublikasikan 21 makalah pada jurnal nasional terakreditasi dan 8 makalah pada prosiding SNP XI 2017.

Pada kesempatan ini kami mengucapkan terima kasih kepada Rektor Institut Teknologi Indonesia (ITI) Tangerang Selatan, Dekan fakultas Teknik – Universitas Indonesia, Ketua Program Studi Teknik Kimia ITI, Perwakilan PT. LMS, PT. Chandra Asri Petro Chemical Tbk, PT. Indotech, PT. Axalta Powder Coating, Perwakilan PT. Indonesia Toray Synthetic, Ketua Himpunan Polimer Indonesia (HPI) dan seluruh panitia dan pihak yang telah membantu terselenggaranya acara ini.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Jakarta, 3 Oktober 2018



**Dr. Ir. Aniek S Handayani, M.T**  
Ketua Panitia Simposium Nasional Polimer (SNP) XI 2017

## SAMBUTAN KETUA UMUM PERHIMPUNAN POLIMER INDONESIA (HPI)

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Rasa syukur kami panjatkan kepada Allah SWT, berkat limpahan rahmat dan karunia-Nya. Alhamdulillah, Perhimpunan Polimer Indonesia (HPI) yang berdiri pada tahun 1992, maka tahun 2017 ini menginjak usianya yang ke-25 Tahun. Pada moment yang berbahagia ini mendapatkan kesempatan untuk menyelenggarakan Simposium Nasional Polimer (SNP) XI tahun 2017 serta Kongres HPI di Gedung PDII LIPI Jakarta. SNP XI merupakan pertemuan ilmiah tingkat Nasional yang rutin dilaksanakan oleh HPI, disamping kegiatan ilmiah lain yang dilakukan untuk memberikan ajang networking dan diskusi antar anggota HPI dan praktisi polimer Indonesia. Simposium ini diharapkan berfungsi secara optimal sebagai sarana diseminasi dan diskusi dalam rangka mencari solusi permasalahan yang dihadapi masyarakat secara luas dan pelaku usaha (industri) bidang polimer di Indonesia dalam pemanfaatan dan penerapan hasil-hasil penelitian.

Perhimpunan Polimer Indonesia (HPI) sebagai organisasi profesi mendorong dan menjembatani proses komersialisasi hasil-hasil penelitian di lembaga penelitian dan perguruan tinggi dengan pelaku usaha (industri) sehingga terjalin hubungan yang harmonis dan sinergi yang baik untuk memanfaatkan hasil-hasil penelitian, sehingga menghasilkan produk yang inovatif dan berdaya saing global. Hasil penelitian selain harus memiliki kualitas ilmiah yang baik, akan tetapi juga harus menjadi produk inovatif yang dapat dimanfaatkan oleh masyarakat luas. Karena itu, bertepatan dengan penyelenggaraan SNP XI tahun 2017 ini, saya berharap simposium ini sebagai wujud nyata pertemuan ilmiah antara lembaga penelitian, perguruan tinggi dan dunia usaha (industri). Hal ini merupakan bentuk apresiasi dan kepedulian HPI terhadap perkembangan kemajuan dan pemanfaatan penelitian polimer di Indonesia.

Harapan kami, diskusi selama Simposium ini dapat memberikan manfaat bagi kemajuan ilmu dan teknologi polimer yang dapat melahirkan karya-karya unggul dan inovatif yang akan membawa dan mensejahterakan bangsa ini lebih maju dan bermartabat, terutama dalam menghadapi persaingan global. Sekaligus kami mengucapkan rasa terima kasih dan apresiasi yang setinggi-tingginya kepada seluruh panitia, pihak PDII LIPI dan pihak-pihak sponsor yang mendukung terselenggaranya SNP XI tahun 2017.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Jakarta, 3 Oktober 2018



**Dr. Eng. Agus Haryono**

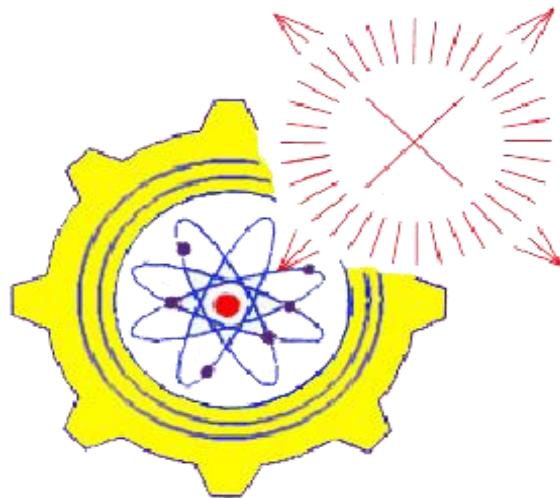
Ketua Umum Perhimpunan Polimer Indonesia Periode 2014-2017

## SUSUNAN PANITIA

<b>Ketua</b>	: Aniek Sri Handayani
<b>Wakil Ketua</b>	: Yenny Meliana
<b>Dewan Pengarah</b>	:
	Dr. Eng. Agus Haryono (Ketua HPI)
	Dra. Nursyamsu Bahar (HPI)
	Prof. Cynthia L. Radiman (MIPA-ITB)
	Prof. Dr. Basuki Wirjosentono (USU)
	Akhmad Zainal Abidin, M.Sc, Ph.D. (Teknik Kimia - ITB)
	Ir. Lies A. Wisojodhamo (PTM-BPPT)
	Prof. Dr. Myrtha Karina (LPTB - LIPI)
	Ir. Koentari Adi Soehardjo, M.Sc (B4T-Kemenperin)
	Prof. Dr. Ir. Rochmadi (Teknik Kimia - UGM)
	Prof. Dr. Eniya Listiyani Dewi (Deputi TAB-BPPT)
	Dr. Sunit Hendrana (P2F – LIPI)
	Dr. Sudirman, M.Si (PSTBM – BATAN)
	Dr. Sumarno (TK-ITS)
	Dr. Moch. Chalid, S.Si. M.Sc.Eng (FT – UI)
	Dr. Rike Yudianti (LPTB – LIPI)

### Anggota

Athanasia Amanda Septevani	Muhammad Ghozali
Evana Yuanita	Nuri Astrini
Evi Triwulandari	Samsul Bhakri
Ika Juliana	Sri Budi Harmami
Indriyati	Sri Fahmiati
Melati Septiyanti	Sri Handayani
Dewi Kusuma Arti	Tita Puspitasari
Lin Marlina	Dita Adi Saputra
Indiah Ratna Dewi	



**LMS INDONESIA**



**Chandra Asri**  
Petrochemical



**indotech**  
SCIENTIFIC

**INOAC**

**its**

## DAFTAR ISI

Sambutan Ketua Panitia	1
Sambutan Ketua Umum Perhimpunan Polimer Indonesia	2
Kepanitiaan	3
Sponsorship SNP XI Tahun 2017	4
<b>Pengaruh Kadar Selulosa Dan Ukuran Serbuk Pelepas Sawit Terhadap Wood Plastic Composite Berbasis Pelepas Sawit</b> Bahruddin, I. Fauzi, Y. Halawa, S. Sakinah, R. Martani	6-13
<b>Identifikasi Kimia Pada Amilum Modifikasi Melalui Spektroskopi Raman</b> Prasetya, I G.N. Jemmy A, I G.N.A.P. Deddy Mahardika, I M.A. Gelgel Wirasuta	14-18
<b>Viskositas Dan Waktu Curing Resin Polyester Pada Variasi Temperatur</b> A H Dawam Abdullah, F. Ramdani Nugraha	19-23
<b>Preliminary Study Of Alkaline Pretreatment To Produce Nano Cellulose Crystalline From Coconut Coir</b> A. Rifathin, O. Ujianto, Zulkifli	24-31
<b>Sintesis Dan Karakterisasi Komposit Lifepo4/C Dengan Penambahan Polypyrrole Ppy Sebagai Bahan Katoda Baterai Li-Ion</b> I. Gunawan, J. Ginting, B. Sugeng	32-40
<b>Efektivitas Processing Oil Pada Sifat Fisika Kompon Karet Untuk Cushion Gum Karet-Karet Pada Ban</b> D.A. Fitriani, D.K. Arti, R. Fidyaningsih, D.A. Saputra, S. Septiva, Jayatin	41-48
<b>Perbandingan Pengaruh Jenis Filler terhadap Sifat Fisika Kompon Karet Untuk Cushion Gum Karet-karet dan Karet-Canvas</b> A. Rohmah, A. Amry, E. Kalembang, H. Susanto, N.A. Lestari	49-55
<b>Sintesis Micro-Nano Selulosa Bakteri Sebagai Penguat (Reinforcement ) Pada Komposit Bioplastik Dengan Matriks Pva (Poli Vinyl Alcohol)</b> Maryam, D.Rahmad	56-62

# PENGARUH KADAR SELULOSA DAN UKURAN SERBUK PELEPAH SAWIT TERHADAP WOOD PLASTIC COMPOSITE BERBASIS PELEPAH SAWIT

Bahruddin\*, Iwan Fauzi, Yusnila Halawa, Siti Sakinah, Russita Martani

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau  
Kampus Bina Widya KM 12,5 Simpang Baru, Pekanbaru, 28293  
Telp : (0761) 566937, Fax : (0761) 566937  
Email: bahruddin@lecturer.unri.ac.id

## Abstrak

**PENGARUH KADAR SELULOSA DAN UKURAN SERBUK PELEPAH SAWIT TERHADAP WOOD PLASTIC COMPOSITE BERBASIS PELEPAH SAWIT.** Pelepas sawit merupakan limbah perkebunan kelapa sawit yang mengandung kadar selulosa tinggi dan ketersediaannya berlimpah di Indonesia. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari sifat dan morfologi material wood plastic composite (WPC) dari pengaruh kadar selulosa dan ukuran serbuk pelepas sawit (SPS) yang digunakan sebagai bahan bakunya. Sebagai komponen termoplastik digunakan polipropilena (PP). Variasi kadar selulosa dalam SPS diperoleh dengan melarutkan SPS tersebut dalam pelarut berbeda, yaitu meliputi air, hidrogen peroksida, natrium oksida, kalium oksida dan asam oksalat. Panjang serat SPS divariasikan pada ukuran 1 mm, 1 cm dan 5 cm dengan diameter 80-100 mesh. Komposisi kompon WPC dibuat dengan nisbah PP/SPS 50/50 dan kadar MAPP 5% w/w serta parafin 2% w/w, menggunakan Internal Mixer pada suhu 200°C dan kecepatan rotor 80 rpm selama 30 menit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa jenis pelarut asam oksalat menghasilkan kadar selulosa SPS tertinggi, yaitu mencapai 68,3 % w/w, sedangkan yang terendah diperoleh dengan menggunakan pelarut air, yaitu sebesar 36,9 % w/w. Hasil terbaik yang diperoleh pada penelitian ini adalah pada panjang serat dan kadar selulosa SPS masing-masing 1 mm dan 68,3% w/w, yaitu dengan tensile strength 19,2 MPa, flexural strength 43,6 MPa dan serapan air 0,32 % w/w.

**Kata kunci:** selulosa, serbuk pelepas sawit, sifat mekanik, ukuran partikel, wood plastic composite

## Abstract

**EFFECT OF CELLULOSE CONTENT AND PARTICLE SIZE OF PALM FROND FOR WOOD PLASTIC COMPOSITE MATERIAL.** *Palm frond is a waste of oil palm plantation containing high cellulose content and its abundant availability in Indonesia. The purpose of this research is to study properties and morphology of wood plastic composite (WPC) as the effect of cellulose and palm frond fiber (SPS) size. Polypropylene (PP) used as thermoplastic component. Variations of cellulose levels in SPS were obtained by dissolving SPS in different solvents, including water, hydrogen peroxide, sodium oxide, potassium oxide and oxalic acid solutions. Length of SPS fiber is varied on the size of 1 mm, 1 cm and 5 cm with a diameter of 80-100 mesh. Composition of WPC was PP/SPS 50/50 ratio and 5% w/w of MAPP and 2% w/w of paraffin, using Internal Mixer at 200°C and rotor speed of 80 rpm for 30 min. The results showed that oxalic acid produced the highest SPS cellulose content, reaching 68.3% w/w, while the lowest was obtained by using water, which was 36.9% w/w. The best results obtained in this study were on SPS fiber length and cellulose content of 1 mm and 68.3% w/w, respectively, by tensile strength 19.2 MPa, flexural strength 43.6 MPa and water absorption 0.32% w/w.*

**Keywords:** cellulose, palm frond fiber, mechanical properties, particle size, wood plastic composite

## PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara dengan perkebunan kelapa sawit terbesar di dunia. Biasanya, setiap dilakukan pemanenan buah kelapa sawit harus dilakukan pemotongan 2 sampai dengan 3 pelepas per tandan kelapa sawit. Diperkirakan dalam satu tahun, jumlah pelepas sawit yang dihasilkan dari perkebunan sawit sekitar 6,3 ton per hektar, sehingga dengan luas perkebunan kelapa sawit lebih dari 5 juta ha, potensi limbah pelepas setiap tahunnya lebih dari 30 juta ton [1].

Pelepas sawit merupakan biomassa yang mengandung kadar selulosa tinggi. Oleh karena itu, pelepas sawit tersebut berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan produk wood plastic composite (WPC). WPC merupakan material yang dibuat dengan cara mencampurkan partikel fiber dengan termoplastik [2]. Sebagai komponen fiber dapat digunakan bahan-bahan yang mempunyai kadar lignoselulosa tinggi, seperti serat kenaf, sisal, jerami, dan lain-lain; sedangkan sebagai komponen termoplastik dapat digunakan bahan-bahan seperti polietilena (PE), polipropilena (PP), poli-vinil klorida (PVC) dan lain-lain. Material ini dapat digunakan sebagai bahan alternatif pengganti kayu solid. Keunggulan produk WPC antara lain biaya produksi relatif murah, bahan bakunya berlimbah, fleksibel dalam proses pembuatannya, kerapatannya rendah, mudah terdegradasi (dibanding plastik), memiliki sifat-sifat yang lebih baik dibandingkan bahan baku asalnya, dapat diaplikasikan untuk berbagai keperluan, serta produknya dapat didaur-ulang [3]. Tipikal spesifikasi standar yang ahrus dimiliki oleh suatu produk WPC adalah tensile strength  $\geq$  15 MPa, flexural strength  $\geq$  30 MPa dan daya serap air  $\leq$  2% [4].

Pengembangan produk WPC berbasis limbah padat berlignoselulosa sudah dikaji oleh beberapa peneliti. Chen dkk [5] telah membuat WPC dari campuran recycled wood waste dan PE yang ditambahkan soybean oil sebagai plasticizer. Nzokou dkk [6] telah membuat WPC dari campuran partikel kayu oak dan PVC. Shi dkk [7] juga telah membuat WPC dari partikel kayu pinus dan PP dengan bahan tambahan carbon nanofiber dan maleated polypropylene (MAPP). Jarusombuti dan Ayrilmis [8] juga telah membuat WPC dari serbuk kayu karet dan PP dengan bahan tambahan MAPP. Bahruddin [9;10] juga telah membuat WPC dari partikel batang sawit dan juga dari bahan campuran serat pelepas sawit dan PP. Hasil dari penelitian-penelitian tersebut menunjukkan bahwa kadar dan ukuran partikel biomassa mempengaruhi sifat dari WPC yang dihasilkan. Makalah ini memaparkan tentang pengaruh kadar selulosa dan ukuran panjang serat SPS terhadap sifat dan morfologi WPC berbasis pelepas sawit tersebut

## METODOLOGI

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah pelepas sawit yang diperoleh dari perkebunan lokal di Pekanbaru, sebagai komponen serat/filler; polipropilena (PP) jenis PF1000 produksi PT. Pertamina Plaju, sebagai komponen termoplastik; maleated polypropylene (MAPP) jenis epolene G3003 produksi Eastman, USA, sebagai kompatibiliser; dan paraffin sebagai plastisizer, yang dibeli di distributor lokal.

Peralatan utama yang digunakan meliputi Internal Mixer jenis Labo Plastomill, volume chamber 60 cc dengan persentase pengisian 70%. Peralatan untuk pengujian sifat tensile dan flexural adalah Instron Universal Tensile Machine (UTM), merk Orientec Co. Ltd, Model UCT-5T dengan loading maksimum 500 kg. Peralatan untuk pengamatan morfologi menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM), model JEOL JSM-T330A.

### Penyiapan SPS

Pelepas sawit yang telah dibersihkan kulitnya diperkecil ukurannya menjadi serbuk. Selanjutnya dimaserasi menggunakan pelarut yang berbeda pada suhu 120 °C selama 15 menit. Pelarut yang digunakan meliputi air; hidrogen peroksida 0,05 M; natrium oksida 0,05 M; kalium oksida 0,05 M; dan asam oksalat 0,05 M. Serat pelepas sawit (SPS) yang telah dimaserasi tersebut, selanjutnya dikeringkan hingga kadar airnya mencapai maksimal 5%. Setelah dikeringkan, SPS dipotong-potong sehingga ukuran panjangnya adalah 1 mm, 1 cm dan 5 cm serta disaring sehingga diameter serat menjadi 80-100 mesh. Kadar selulosa SPS tersebut ditentukan dengan menggunakan standar pengujian SNI 0444-2009.

### Pembuatan Sampel WPC

Sampel WPC dibuat dengan mencampurkan termoplastik PP, filler SPS, kompatibilizer MAPP dan plastisizer paraffin dalam Internal Mixer pada suhu 200 °C dan kecepatan rotor 80 rpm selama 30 menit.

Tahapan pembuatan sampel WPC dari tahap pelehan PP sampai dengan tahap penghentian proses, ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Tahapan proses pencampuran bahan dalam Internal Mixer

Aktivitas	Menit ke
Pelelehan PP	0
Penambahan plastisiser	10
Penambahan SPS	15
Penambahan MAPP	20
Penghentian proses pencampuran	30

Pembuatan spesimen uji dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu pembuatan lembaran WPC menggunakan hot press pada suhu 200°C dan tekanan 200 bar. Lembaran yang dihasilkan kemudian dipotong menggunakan dumpbell menjadi spesimen uji yang sesuai peruntukan pengujiannya.

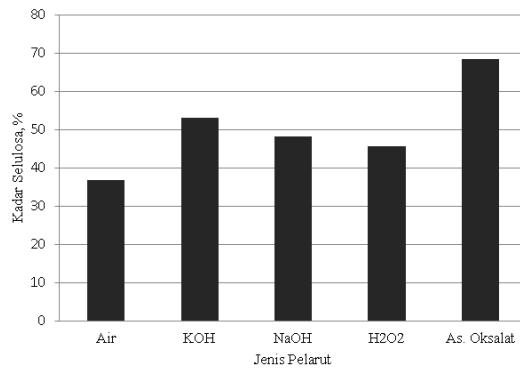
### Pengujian Sampel

Pengujian yang dilakukan pada sampel WPC adalah pengujian sifat mekanik yang meliputi tensile strength (ASTM D-678) dan flexurel strength (ASTM D790), pengujian serapan air (ASTM D570) dan pengujian morfologi menggunakan SEM.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Kadar Selulosa SPS

Pengaruh maserasi SPS dengan berbagai jenis pelarut terhadap kadar selulosanya dapat dilihat pada Gambar 1. Terlihat bahwa kadar selulosa tertinggi dicapai pada SPS yang menggunakan maserasi dengan pelarut asam oksalat, sedangkan yang terendah adalah pada materasi dengan menggunakan pelarut air.



Gambar 1. Pengaruh Proses Maserasi dengan Jenis Pelarut Berbeda terhadap Kadar Selulosa SPS

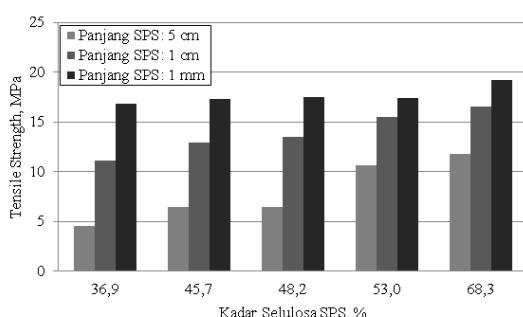
Proses maserasi digunakan untuk menghilangkan/mengurangi komponen hemiselulosa dan lignin serta zat ekstraktif dalam SPS. Pemisahan selulosa dari komponen lainnya dalam SPS tergantung oleh berbagai faktor, diantaranya adalah faktor fisikokimia, struktur dan komposisi kimia penyusunnya. Proses hidrolisis yang menggunakan asam terhadap suatu biomassa terjadi pada bagian amorfosnya seperti lignin dan hemiselulosa, sedangkan selulosa yang bersifat crystalline tidak ikut terhidrolisis [11]. Penelitian yang dilakukan Swaney dkk [12]; Akhtar dkk [13]; dan Kenealy dkk [14] menunjukkan bahwa asam oksalat maupun turunannya cocok digunakan untuk proses maserasi kayu, karena dapat mengurangi konsumsi energi dan meningkatkan sifat fisik. Disamping itu, menurut Kumar [15], maserasi kayu menggunakan asam dapat meningkatkan hidrolisis enzimatik, sehingga gula dapat terlepas secara fermentasi. Asam efektif untuk mengurangi hemiselulosa sebagai gula. Hasil penelitian ini juga menunjukkan bahwa penggunaan asam oksalat dapat meningkatkan kadar selulosa. Hal ini terjadi karena dengan proses hidrolisis dapat terjadi lebih efektif dibandingkan dengan penggunaan alkali dan dalam kondisi netral. Li dkk [16] melakukan penelitian menggunakan kayu pinus yang dimaserasi dengan larutan asam oksalat. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa komposisi arabinan, galactan, xylan dan

mannan yang merupakan gugus dari hemiselulosa menurun setelah dilakukan maserasi, sedangkan galactan yang merupakan gugus selulosa tidak mengalami perubahan.

### Tensile Strength

Pengaruh kadar selulosa dan panjang serat SPS terhadap sifat tensile strength WPC dapat dilihat pada Gambar 2. Terlihat bahwa hasil pengujian tensile strength WPC bervariasi mulai dari 4,5 MPa hingga 19,2 MPa. Semua sampel WPC menunjukkan bahwa kadar selulosa SPS yang semakin meningkat, menghasilkan tensile strength yang semakin meningkat juga. Hal ini menunjukkan bahwa kadar selulosa SPS berpengaruh secara signifikan terhadap tensile strength WPC yang hasilkan. Sifat tensile strength tertinggi diperoleh pada kadar selulosa SPS 68,3%, yaitu sebesar 19,2 MPa.

Sementara itu, ukuran partikel juga memberi pengaruh yang signifikan terhadap sifat tensile strength WPC. Pada kadar selulosa 68,3% WPC yang menggunakan SPS dengan ukuran partikel 5 cm menghasilkan nilai tensile strength 11,8 MPa. Selanjutnya pada WPC yang menggunakan SPS dengan ukuran partikel 1 cm nilai tensile strength meningkat menjadi 16,6 MPa. Sedangkan tensile strength tertinggi diperoleh pada WPC yang menggunakan SPS dengan ukuran partikel 1 mm dengan nilai 19,2 MPa. Secara umum menunjukkan bahwa semakin kecil ukuran partikel SBS, maka sifat tensile strength WPC yang dihasilkan akan semakin tinggi juga. Hal ini dikarenakan ukuran serat yang kecil akan menyebabkan transfer beban serat terhadap matrik menjadi lebih optimal. Ukuran filler yang kecil juga menyebabkan penyebaran filler yang lebih merata di dalam matriksnya, sehingga seluruh permukaan filler dapat ditutupi oleh matriksnya. Akibatnya adalah interaksi antara PP sebagai matriks dan SPS sebagai filler juga akan baik, sehingga ikatan antara filler dan matriks akan kuat yang pada akhirnya akan diperoleh sifat mekanik material WPC itu sendiri.

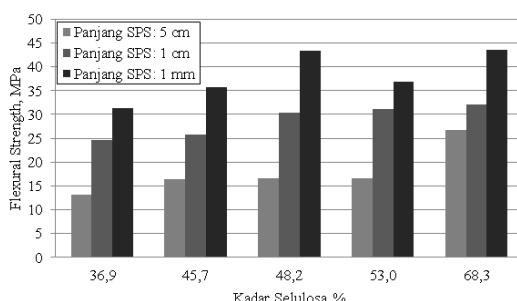


Gambar 2. Pengaruh Kadar Selulosa dan Ukuran SPS terhadap Tensile Strength WPC

Hal ini sesuai dengan pernyataan Chen, dkk [5] bahwa komposit yang dibuat dengan ukuran partikel yang lebih besar cenderung memiliki pori-pori yang besar, sedangkan partikel kecil menyebabkan komposit lebih padat. Febrianti dkk [17] dan Bahruddin dkk [18] menyatakan bahwa ukuran partikel yang kecil menyebabkan penyebaran yang lebih homogen antara filler dan matriks. Adryani dkk [19] juga menyatakan bahwa semakin kecil ukuran serat maka akan semakin luas permukaan sehingga interaksi antara pengisi dengan matriks akan relatif kuat.

### Flexural Strength

Pengaruh kadar selulosa dan panjang serat SPS terhadap sifat kuat lentur (flexural strength) dapat dilihat pada Gambar 3. Terlihat bahwa flexural strength juga memiliki kecenderungan yang mirip dengan sifat tensile strength. Sifat flexural strength WPC yang diperoleh bervariasi, yaitu 13,1 MPa pada kadar selulosa SPS terendah (36,9%) dan panjang serat SPS terbesar (5 cm) sampai 43,6 MPa pada kadar selulosa SPS tertinggi (68,3%) dan panjang serat SPS terkecil (1 mm). Secara umum, sifat flexural strength semakin meningkat seiring dengan meningkatnya kadar selulosa dalam SPS. Degradasi gugus amorfos menggunakan asam yang terdapat pada hemiselulosa, lignin maupun zat ekstraktif menyebabkan selulosa memiliki ikatan yang lebih baik dengan PP sebagai matriks pada saat pencampuran. Ikatan yang baik tersebut dapat menghasilkan peningkatan sifat mekanik (dalam hal ini tensile strength dan flexural strength). Menurut Li dkk [16], interaksi antar muka antara filler yang bersifat hidrofilik dengan matriks yang bersifat hidrofobik dapat ditingkatkan dengan cara modifikasi kimia, seperti penambahan maleated polypropylene (MAPP).



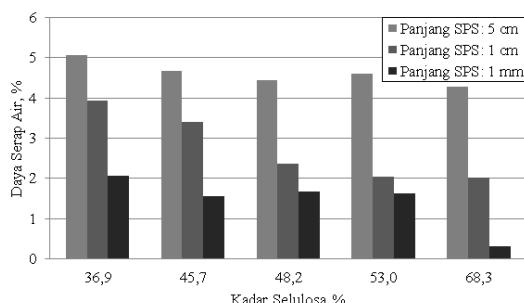
Gambar 3. Pengaruh Kadar Selulosa dan Ukuran SPS terhadap Flexural Strength

Hasil penelitian ini juga memperlihatkan pengaruh yang signifikan dari pada ukuran panjang serat SPS terhadap flexural strength WPC yang dihasilkan. Dari Gambar 3 dapat dilihat bahwa pada kadar selulosa SPS tertinggi (68,3%) dengan panjang serat SPS 5 cm, flexural strength yang diperoleh sebesar 26,8 MPa; sedangkan pada panjang serat SPS 1 mm flexural strength yang diperoleh sebesar 43,6 MPa. Ukuran serat yang lebih kecil akan menghasilkan penyebaran filler yang lebih merata di dalam matriks PP, sehingga seluruh permukaan filler dapat ditutupi oleh matriksnya. Hal ini menghasilkan interaksi antara PP sebagai matriks dan SPS sebagai filler juga akan baik, sehingga membuat ikatan antara filler dan matriks menjadi lebih kuat yang pada akhirnya berpengaruh terhadap sifat mekanik material WPC itu sendiri.

Beberapa peneliti sebelumnya juga sudah melaporkan hasil penelitian yang serupa. Sombatsompob dkk [20] menyatakan bahwa semakin kecil ukuran filler, maka semakin luas permukaannya, sehingga interaksi antara filler dan matriks akan menjadi relatif lebih kuat dan juga reaksi antarfasa akan meningkat. Amuthakkannan dkk [21] menggunakan serat basalt dengan ukuran 4-50 mm, dimana flexural strength tertinggi diperoleh pada ukuran 10 mm. Adryani dkk [19] juga melaporkan bahwa semakin kecil ukuran filler, maka semakin luas permukaannya, sehingga interaksi antara pengisi dengan matriks akan relatif kuat dan juga reaksi antarfasa akan meningkat. Raharjo dkk [22] yang melakukan penelitian dengan filler berupa serat cantula dan matriks HDPE, sifat flexural strength tertinggi yang diperoleh pada panjang serat 10 mm yaitu sebesar 34,32 MPa. Hasil dari penelitian-penelitian tersebut menunjukkan bahwa panjang serat optimal untuk memaksimalkan sifat mekanik WPC tergantung juga pada jenis serat dan jenis termoplastik yang digunakan, yang disebabkan perbedaan gaya interaksi antara fasa serat (filler) dan fasa termoplastik (matriks).

### Daya Serap Air

Pengaruh kadar selulosa dan panjang serat SPS terhadap daya serap air material WPC dapat dilihat pada Gambar 4. Daya serap air adalah sifat fisik material yang menunjukkan kemampuan material tersebut untuk menyerap air selama berkontak dengan air. Terlihat bahwa daya serap air WPC berkisar antara 0,32%-5,07%. Serapan air tertinggi diperoleh pada WPC dengan kadar selulosa terendah (39,9%) dan panjang serat SPS terbesar (5 cm). Secara umum daya serap air menurun seiring dengan meningkatnya kadar selulosa dalam SPS. Nilai serapan paling kecil diperoleh pada WPC dengan kadar selulosa tertinggi (68,3%) dan panjang serat SPS terkecil (1 mm).

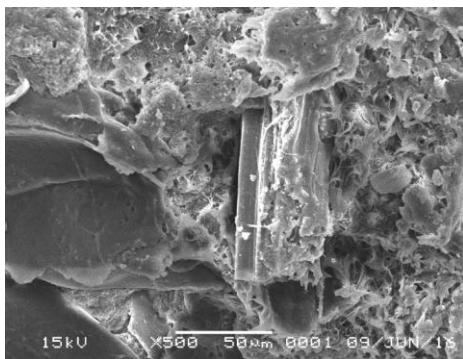


Gambar 4. Pengaruh Kadar Selulosa dan Ukuran SPS terhadap Daya Serap Air WPC

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa daya serap air meningkat seiring dengan peningkatan ukuran partikel SPS sebagai filler. Hal ini disebabkan karena pelepasan sawit sangat mudah menyerap air. Bakar [23] menyatakan bahwa salah satu kelemahan dari pelepasan sawit adalah bersifat hidroskopis dengan stabilitas dimensi yang tidak stabil, sehingga sangat mudah menyerap air dari lingkungan sekitar. Selain itu, serat dengan ukuran yang lebih besar juga akan menghasilkan daya serap air yang lebih besar dikarenakan matriks tidak mampu menutupi seluruh serat [24]. Faktor lain yang mempengaruhi daya serap air adalah karena adanya sisa tegangan setelah pengempaan belum sepenuhnya hilang, sehingga menimbulkan celah sebagai jalan keluar masuknya air. Wardani dkk [25] juga melaporkan bahwa air yang masuk kedalam material WPC dapat dibedakan atas dua macam, yaitu air yang langsung dapat masuk kedalam material WPC yang mengisi ruang kosong antara serat dengan matriks dan air yang masuk ke dalam filler serat sebagai komponen utama pembuatan material WPC.

### Morfologi

Uji morfologi dilakukan untuk melihat dispersi dan interaksi SPS dalam matriks PP. Gambar 5 menunjukkan morfologi WPC dengan SPS yang berkadar selulosa 68,3 % dan panjang serat 1 mm. Terlihat bahwa SPS dapat terdispersi secara merata pada matrik PP, meskipun tidak terlalu homogen, dimana ada beberapa bagian dari SPS teraglomerasi dalam matriks.



Gambar 5. Mikrograf SEM Sampel WPC

Dispersi filler dipengaruhi oleh interaksi ikatan permukaan antara filler dan matriks. Disamping itu, ukuran partikel SPS juga memiliki peran. Ukuran partikel yang kecil lebih memudahkan distribusinya dalam matriks. Terlihat juga bahwa interaksi partikel SPS cukup baik, meskipun masih terdapat ruang kosong antara batas muka filler dan matriks. Hal ini yang menunjukkan bahwa kadar selulosa yang tinggi dan ukuran partikel yang kecil dari SPS dapat membantu dispersinya dan ikatannya terhadap matrik PP menjadi lebih baik.

Tingginya komponen selulosa akan menyebabkan lebih banyak cabang yang berikatan dengan matriks. Penggunaan MAPP juga dapat membantu matriks dan filler untuk saling berikatan [16;18;26]. Faktor lain yang dapat memicu ruang kosong tersebut adalah kurang-sempurnanya proses pencampuran yang dilakukan dengan menggunakan internal.

Morfologi WPC ini menentukan sifat mekanik dan sifat fisik produk akhirnya, semakin baik morfologinya maka akan dihasilkan produk WPC dengan spesifikasi mekanik dan fisiknya yang semakin baik juga. Secara umum sifat tensile strength, flexural strength dan ketahanan air dari produk WPC berbasis pelepasan sawit ini sudah memenuhi spesifikasi Kronotex [4]. Bahkan, sifat mekanik dari fisik dari produk WPC tersebut masih memungkinkan untuk ditingkatkan lagi, yaitu dengan cara meningkatkan morfologinya.

## KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa perbedaan jenis pelarut mempengaruhi kadar selulosa dari SPS. Jenis pelarut asam oksalat menghasilkan kadar selulosa SPS tertinggi, yaitu mencapai 68,3 % w/w, sedangkan yang terendah diperoleh dengan air, yaitu sebesar 36,9 % w/w. Semakin tinggi kadar selulosa dan semakin kecil ukuran serat SPS, dihasilkan tensile strength dan flexural strength yang semakin tinggi serta serapan air yang semakin rendah dari sampel WPC tersebut. Morfologi produk WPC juga semakin baik dengan SPS yang berukuran lebih kecil dan kadar selulosa yang lebih tinggi. Hasil terbaik yang diperoleh pada penelitian ini adalah pada panjang serat dan kadar selulosa SPS, masing-masing 1 mm dan 68,3% w/w, yaitu dengan tensile strength 19,2 MPa, flexural strength 43,6 MPa dan serapan air 1,42 % w/w. Hasil ini menunjukkan bahwa limbah pelepasan sawit berpotensi untuk dikembangkan sebagai bahan baku pembuatan WPC komersial.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat (DRPM) Kementerian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi, yang telah membiayai penelitian ini melalui DIPA Universitas Riau Tahun 2017.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ditjend Perkebunan. "Luas Areal, Produksi dan Produktivitas Perkebunan di Indonesia".<http://www.pertanian.go.id/Indikator/tabel-3-prod-lsareal-prodvitas-bun.pdf>. Diakses tanggal 18 Januari 2016
- [2] S. K. Najafi, M. Tajvidi dan E. Hamidina. "Effect of Temperature, Plastic Type and Virginity on The Water Uptake of Sawdust/Plastic Composite". Holz Roh Werkst, vol. 65, pp 377-382. 2007
- [3] T. M. Maloney. "Modern Particle Board and Dry Process Fiberboard Manufacturing". Miller Freeman Publication, Inc. USA. 1993
- [4] Kronotex. "Wood Plastic Composite's Parameter". [www.kronotex.gr/wp-content/uploads/technical-data.doc](http://www.kronotex.gr/wp-content/uploads/technical-data.doc). Diakses tanggal 9 Maret 2017
- [5] H. C. Chen, T. Y. Chen dan C. H. Hsu. "Effects of Wood Particle Size and Mixing Ratios of HDPE on The Properties of The Composites". Holz als Roh-und Werkstoff, vol. 64, pp 172-17. 2006
- [6] P. Nzokou, J. Freed dan D.P. Kamdem. "Relationship between non destructive and static modulus of elasticity of commercial wood plastic composites". Holz als Roh-und Werkstoff, vol. 64, pp 90-97. 2006
- [7] J. Shi, J. Zhang, C.U. Pittman Jr., H. Toghiani dan Y.A. Xue. "Preliminary study of the stiffness enhancement of wood-plastic composites using carbon nanofibers". Holz als Roh-und Werkstoff, vol. 66, pp 313-322. 2008
- [8] S. Jarusombuti dan N. Ayrlmis. "Surface characteristics and overlaying properties of flat-pressed wood plastic composites". Eur. J. Wood Prod, vol. 69, pp 375-382. 2011
- [9] Bahrudin, R. Efrizal, Z. Helwani, Zulfansyah dan S.P. Utami. "Effect of Blending Process Condition on Morphology and Properties of Palm Oil Trunk based Wood Plastic Composite". Proceeding of Innovation Polymer Science and Technology (IPST)-Asian Polymer Association (APA) Conference, Yogyakarta, Indonesia. 2013
- [10] Bahrudin, Zuchra Helwani dan Russita Martani. "Study on Utilization of Palm Frond for Wood Plastic Composite". Materials Science Forum, vol. 890, pp 40-43. 2017
- [11] R. J. Moon, A. Martini, J. Bairn, J. Simonsen dan J. Youngblood. "Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites". Chemical Society Reviews. vol. 40, pp 3941-3994. 2011
- [12] R. Swaney, M. Akhtar, E. Horn, M. Lentz, J. Klungness dan M. Sabourin. "Oxalic Acid Pretreatment for Mechanical Pulping Greatly Improves Paper Strength while Maintaining Scattering Power and Reducing Shives and Triglycerides". Proceedings of the TAPPI Fall Technical Conference: Engineering Pulping and PCE&L. Tappi Press, Atlanta, GA. 2003
- [13] M. Akhtar, W. R. Kenealy, E. G. Horn, R. E. Swaney dan J. Winandy. "Method of Making Density Fiberboard". US Patent No.: US 8,123,904 B2. 2008

- [14] W. Kenealy, E. Horn dan C. Houtman. "Vapor-Phase Diethyl Oxalate Pretreatment of Wood Chips: Part 1. Energy Savings and Improved Pulps". *Holzforschung*, vol. 61, pp 223–229. 2007
- [15] P. Kumar, D. M. Barrett, M. J. Delwiche dan P. Stroeve. "Methods for Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Efficient Hydrolysis and Biofuel Production". *Industrial and Engineering Chemistry Research*. vol. 48, pp 3713-3729. 2009
- [16] X. Li, Z. Chai, E. Horn dan J. Winandy. "Effects of Oxalic Acid Pretreatment of Wood Chips on Manufacturing Medium Density Fiberboard". *Holzforschung*, vol. 65, pp 737-741. 2011
- [17] F. Febrianto, D. Setyawati, M. Karina, E. S. Bakar dan Y. S. Hadi. "Influence of Wood Flour and Modifier Contents on the Physical and Mechanical Properties of Wood Flour-Recycle Polypropylene Composites". *Journal of Biological Science*, vol. 6, pp 337-343. 2006
- [18] Bahruddin, Irdoni, I. Zahrina dan Zulfansyah. "Studi Pembuatan Material Wood Plastic Composite Berbasah Limbah Pelepah sawit". *Jurnal Teknobiologi*, vol. 2, pp 77-84. 2011
- [19] R. Adryani. "Kajian pemanfaatan limbah abu sekam padi hitam sebagai pengisi komposit polyester". <http://repository.usu.ac.id/handle/123456789/46145>. 2014
- [20] N. Sombatsompop, C. Yotinwattanakumtorn dan C. Thongpin. "Influence of Type and Concentration of Maleic Anhydride Grafted Polypropylene and Impact Modifiers on Mechanical Properties of PP/Wood Sawdust Composites". *Journal of Applied Polymer Science*. vol. 97, pp 475-484. 2005
- [21] P. Amuthakkannan, M. Vairava, W. Jappens J T dan M. Uthayakumar. "Effect of fibre length and fibre content on mechanical properties of short basalt fibre reinforced polymer matrix composite". *Materials physics and mechanics*. vol. 16, pp 107-117. 2013
- [22] W. Raharjo, W. Dwi, A. Rina dan F. Kurniawan. "Sifat Tarik dan Lentur Komposit RHDPE/Serat Cantula dengan Variasi Panjang Serat". Prosiding SNTTM XIV, Banjarmasin. 2015
- [23] E. S. Bakar. "Kayu Sawit Sebagai Substitusi Kayu Dari Hutan Alam". *Forum Komunikasi Teknologi dan Industri Kayu*. vol. 2, pp 5-6. 2003
- [24] D. Setyawati dan Y. M. Massijaya. "Pengembangan Papan Komposit Berkualitas Tinggi dari Sabut Kelapa dan Polipropilena Daur Ulang (I): Suhu dan Waktu Kempa Panas". *Jurnal Teknologi Hasil Hutan*. vol. 18, pp 91-101. 2005
- [25] L. Wardani, M. Y. Massijaya dan M. F. Machdie. "Pemanfaatan Limbah Pelepah Sawit dan Plastik Daur Ulang (RPP) Sebagai Papan Komposit Plastik". *Jurnal Hutan Tropis*. vol. 1, pp 46-55. 2013
- [26] J. Bhaskar, S. Haq, A. K. Pandoy dan N. Srivastava. "Evaluation of Properties of Propylene-pine Wood Plastic Composite". *Journal Material Environment Science*. vol. 3, pp 605-612. 2013

## **IDENTIFIKASI KIMIA PADA AMILUM MODIFIKASI MELALUI SPEKTROSKOPI RAMAN**

**Prasetya, I G.N. Jemmy A.<sup>1\*</sup>; I G.N.A.P. Deddy Mahardika<sup>1</sup>; I M.A. Gelgel  
Wirasuta<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Program Studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Udayana  
Jalan Kampus Bukit Jimbaran, Bali - 80361

\*E-mail: [ngurah\\_jemmy@yahoo.com](mailto:ngurah_jemmy@yahoo.com)

### **Abstrak**

**IDENTIFIKASI KIMIA PADA AMILUM MODIFIKASI MELALUI SPEKTROSKOPI RAMAN.** Amilum alami sebagai eksipien farmasetik memiliki kekurangan yaitu sifat alir dan kompresibilitas yang buruk. Hal ini dapat diperbaiki dengan modifikasi amilum. Salah satunya adalah proses pregelatinasi. Pembentukan amilum pregelatin dilakukan melalui metode pemanasan pada suhu dibawah atau di atas suhu pembentukan gel dari amilum. Pemanasan dibawah suhu pregelatinasi akan menghasilkan amilum Parsial Pregelatin (PP) sedangkan di atas suhu pregelatinasi disebut amilum Fully Pregelatin (FP). Berdasarkan penelitian, modifikasi amilum telah mampu memperbaiki karakteristik fisik dari amilum alami. Namun, belum banyak diteliti mengenai pengaruh pregelatinasi terhadap struktur kimia dari amilum. Oleh karena itu, ingin diteliti karakteristik kimia amilum pregelatin melalui spektroskopi Raman. Pembuatan amilum pregelatin menggunakan bahan utama amilum singkong (AS). AS disuspensi dalam air dengan perbandingan 1:1. Kemudian dilakukan pemanasan pada suhu 45, 50 dan 55°C sehingga terbentuk Amilum Singkong Parsial Pregelatin (ASPP). Sedangkan, untuk menghasilkan Amilum Singkong Fully Pregelatin (ASFP), dilakukan pemanasan pada suhu 80, 90 dan 100°C. Hasil AS, ASPP dan ASFP diamati dengan spektroskopi raman dan dianalisis keterdekatannya karakteristik kimia melalui metode *Hierarchical Cluster Analysis* (HCA) dan *Principal Component Analysis* (PCA). Analisa HCA dan PCA menunjukkan bahwa metode pregelatinasi pada amilum alami dari singkong tidak mengubah karakteristik gugus fungsi amilum tersebut.

**Kata kunci:** amilum, parsial, fully, raman, hca

### **Abstract**

**CHEMICAL IDENTIFICATION OF AMILUM MODIFICATION THROUGH RAMAN SPECTROSCOPY.** Natural starch as a pharmaceutical excipient has a lack of flowability and compressibility. It can be improved by modification. One of them was pregelatination process. Pregelatin starch formation is carried out by heating method at below or above the temperature of gel formation. Heating under pregelatination temperature will result a partial pregelatin (PP) while above it, it called Fully Pregelatin (FP). Based on the research, the modification has been able to improve the physical characteristics. However, there are little research about the effect of pregelatination to the chemical structure. Therefore, the aim of this study was to examine the chemical characteristics of starch modified through Raman spectroscopy. Starch modification using the main ingredient of cassava starch (AS). AS suspended in water at 1:1. Then heated at 45, 50 and 55°C to form the Partial Pregelatine (ASPP). Meanwhile to produce Fully Pregelatin (ASFP), heating at 80, 90 and 100°C. AS, ASPP and ASFP results were observed with raman spectroscopy and analyzed through Hierarchical Cluster Analysis (HCA) and *Principal Component Analysis* (PCA) method. HCA and PCA analysis showed that pregelatination process did not change the characteristics of the chemical bond of the starch.

**Keywords :** starch, partial, fully, raman, hca

## PENDAHULUAN

Modifikasi amilum telah banyak digunakan. Modifikasi amilum dapat dilakukan secara fisika [1]. Modifikasi amilum secara fisika salah satunya adalah melalui proses pregelatinasi. Amilum pregelatin terdiri dari dua jenis, yaitu amilum parsial pregelatin dan amilum fully pregelatin. Amilum fully pregelatin memiliki persentase kelarutan lebih tinggi dibandingkan amilum parsial pregelatin [2]. Salah satu faktor yang menentukan spesifikasi amilum fully pregelatin adalah suhu pemanasan [3].

Amilum singkong memiliki laju alir yang sangat buruk [4]. Modifikasi amilum dapat meningkatkan laju alir karena terjadinya peningkatan ukuran partikel [5]. Lebih lanjut, penelitian Prasetya 2014 menyatakan bahwa modifikasi amilum juga dapat mempengaruhi kandungan amilosa yang terdapat di dalamnya [6]. Adanya perubahan karakteristik fisik dan kandungan amilosa yang terdapat dalam amilum pregelatin menyebabkan eksipien ini memiliki potensi tinggi sebagai eksipien tablet kempa langsung [7].

Berdasarkan hasil penelitian di atas, modifikasi amilum melalui proses pregelatinasi menyebabkan terjadinya perubahan karakteristik fisik dan kandungan amilosa jika dibandingkan terhadap amilum alami. Namun, tidak banyak penelitian yang menjelaskan apakah proses pregelatinasi menyebabkan perubahan karakteristik kimia ditinjau dari ikatan kimia yang dimiliki.

Oleh sebab itu, dalam penelitian ini ingin diketahui pengaruh proses pregelatinasi dari amilum singkong alami terhadap karakteristik kimia yang dimiliki. Pengujian dilakukan menggunakan instrumen spektroskop Raman dengan mengamati spektrum yang dihasilkan dari masing-masing modifikasi. Hasil kemudian dibandingkan terhadap amilum singkong alami dan dianalisis dengan metode *Hierarchical Cluster Analysis* (HCA) dan *Principal Component Analysis* (PCA).

## METODOLOGI

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah umbi singkong (*Manihot esculenta* Crantz) diperoleh dari perkebunan singkong di Desa Sanggulan, Kabupaten Tabanan - Bali dan *aquadest* (PT. Bratachem). Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrometer raman (*Rigaku Raman First Guard Analyzer*) untuk menganalisa gugus fungsi senyawa.

### Pembuatan Amilum Singkong Alami (AS)

Umbi singkong yang telah bersih ditumbuk hingga halus. Tambahkan *aquadest* dengan perbandingan 2:1. Lakukan penyaringan kemudian hasil saringan diendapkan selama 24 jam. Cuci bagian endapan beberapa kali kemudian keringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 24 jam. Setelah itu, lakukan pengayakan dengan ayakan no. 80 [8].

### Pembuatan Amilum Singkong Pregelatin

Amilum singkong pregelatin dihasilkan dari proses modifikasi pemanasan terhadap amilum singkong alami (AS) yang telah ditambahkan *aquadest* dengan perbandingan 1:1. Pada pembuatan Amilum Singkong Parsial Pregelatin (ASPP), dilakukan pemanasan pada suhu 45, 50 dan 55°C. Sedangkan, untuk Amilum Singkong Fully Pregelatin (ASFP), digunakan suhu 80, 90 dan 100°C. Proses pemanasan dilakukan selama 10 menit dan disertai dengan pengadukan. Hasil yang diperoleh kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 24 jam. Setelah kering, amilum diayak dengan ayakan no 20.

Tabel 1. Formula amilum pregelatinasi

Amilum Singkong Pregelatin	Suhu Pemanasan (°C)		
Parsial Pregelatin (ASPP)	45	50	55
Fully Pregelatin (ASFP)	80	90	100

### Pengujian Spektroskopi Raman

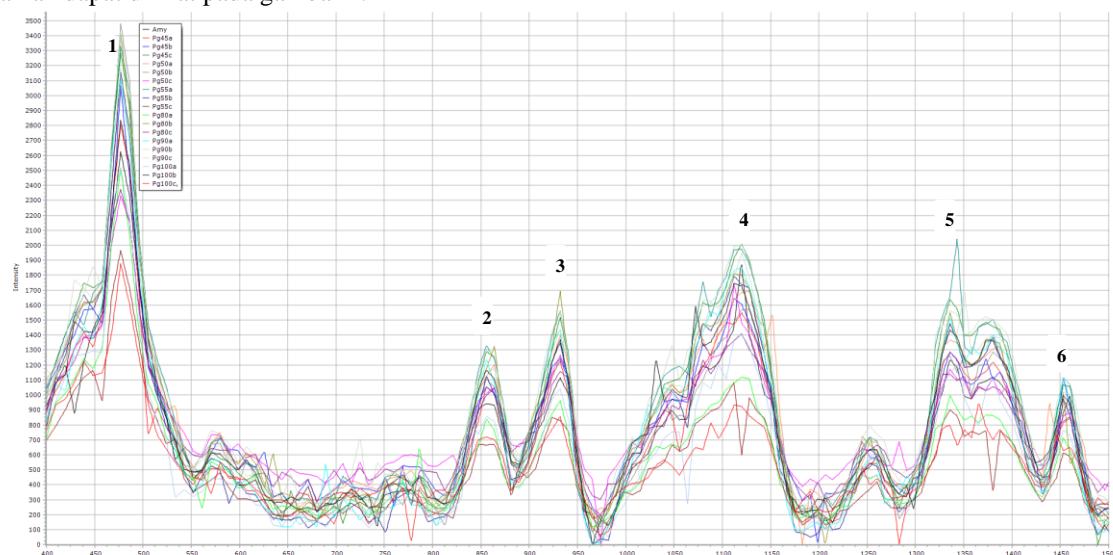
Spektroskopi Raman merupakan salah satu metode yang dapat dimanfaatkan untuk identifikasi suatu molekul karena spektrum yang dihasilkan sangat khas dan karakteristik untuk gugus fungsi tertentu [9]. Pengujian terhadap amilum alami dan modifikasi dilakukan dengan membandingkan antarspektrum yang dihasilkan berdasarkan pada pola puncak masing-masing amilum tersebut. Analisa kedekatan dilakukan dengan metode *Hierarchical Cluster Analysis* (HCA) dan *Principal Component Analysis* (PCA).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Modifikasi Amilum Singkong (AS) melalui proses pregelatinasi dilakukan dengan metode pemanasan pada suhu yang berbeda. Parsial Pregelatin (ASPP) diperoleh melalui pemanasan pada suhu 45, 50 dan 55°C. Sedangkan Fully Pregelatin (ASFP) diperoleh melalui pemanasan pada suhu 80, 90 dan 100°C terhadap amilum singkong alami. Amilum singkong alami dan pregelatin kemudian dilakukan pengamatan terhadap karakteristik kimia ditinjau dari gugus fungsi yang dimiliki menggunakan metode spektroskopi raman.

Secara umum, amilum tersusun atas amilosa dan amilopektin. Amilosa terdiri dari 250–300 satuan D-glukosa dan dihubungkan secara seragam oleh ikatan  $\alpha$ -1,4-glukosida. Amilopektin terdiri dari 1.000 atau lebih satuan D-glukosa yang dihubungkan dengan ikatan  $\alpha$ -1,4-glikosidik dan sejumlah ikatan  $\alpha$ -1,6-glikosidik yang terdapat pada titik-titik percabangan. Ikatan glikosidik menjadi penyusun utama molekul amilosa dan amilopektin dimana ikatan tersebut disusun oleh gugus  $\text{CH}_2$  dan eter [10]. Gugus  $\text{CH}_2$  pada spektroskopi raman dapat diamati pada rentang bilangan gelombang 1405–1455  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan, gugus eter dapat diamati pada rentang bilangan gelombang 800–950  $\text{cm}^{-1}$ . Oleh sebab itu, pengamatan spektroskopi raman dilakukan pada bilangan gelombang 400 sampai dengan 1500  $\text{cm}^{-1}$ .

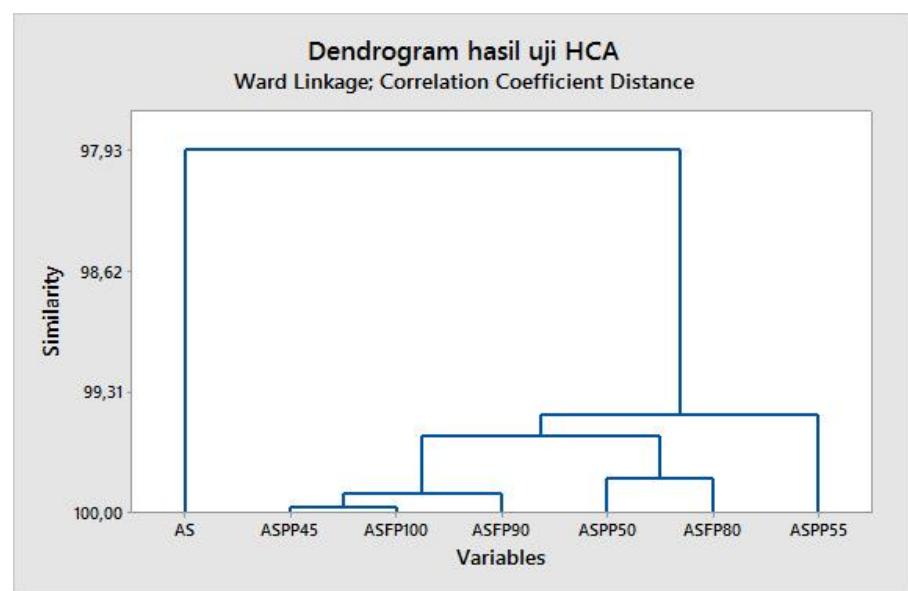
Pengamatan spektrum terhadap AS, ASPP 45; 50; 55 dan ASFP 80; 90 ; 100 dengan spektroskopi raman dapat dilihat pada gambar 1.



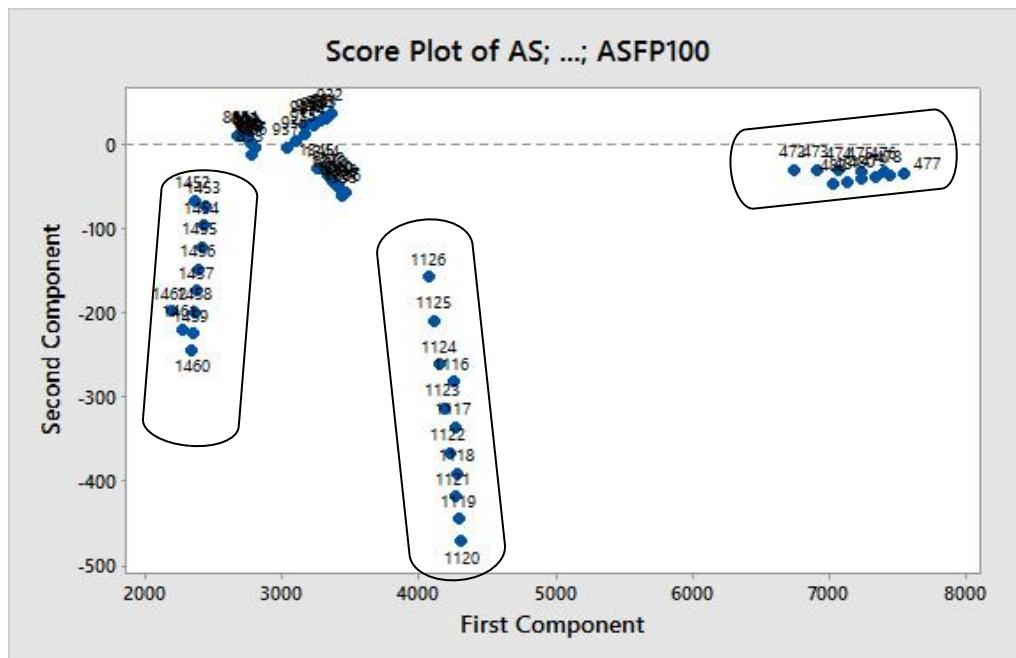
Gambar 1. Spektrum raman antara AS, ASPP 45; 50; 55 dan ASFP 80; 90 ; 100

Dari spektrum yang dihasilkan tampak bahwa terjadi tumpang tindih spektrum antara AS, ASPP 45; 50; 55 dan ASFP 80; 90 ; 100. Berdasarkan spektrum tersebut, dilakukan perhitungan koefisien korelasi ( $r$ ). Nilai yang diperoleh sebesar 0,980. Nilai koefisien korelasi ( $r$ )  $\geq 0,9$  menyatakan adanya korelasi yang sangat kuat [11]. Hal ini menunjukkan bahwa tidak terdapat perbedaan gambaran spektrum yang dihasilkan pada amilum sebelum dan setelah dimodifikasi.

Analisa terhadap spektrum raman kemudian dilanjutkan dengan metode *Hierarchical Cluster Analysis* (HCA). Metode HCA dilakukan untuk menguji similaritas dari puncak-puncak yang dihasilkan pada spektrum raman. Pemilihan puncak didasarkan atas data spektrum tertinggi yang muncul pada tiap-tiap spektrum raman amilum. Berdasarkan data tersebut, terpilih enam puncak utama seperti yang tertera pada gambar 1. Analisa HCA diklasterisasi berdasarkan nilai *similarity level* dan ditampilkan dalam bentuk dendogram.



Gambar 2. Dendrogram hasil uji HCA model *Correlation Coefficient Distance*, *Ward Linkage* pada spektrum puncak terhadap amilum modifikasi



Gambar 3. Plot hasil klasifikasi PCA model *Eigenanalysis of the Correlation Matrix* spektrum puncak terhadap amilum modifikasi

Pengujian HCA dilakukan secara *Cluster Variable* menggunakan model *Correlation Coefficient Distance*, *Ward Linkage*. Hasil analisis HCA seperti yang ditunjukkan pada dendrogram (Gambar 2) menunjukkan bahwa pada tingkat similaritas 97,93 terdapat 1 kluster utama. Hal ini menunjukkan bahwa spektrum puncak yang dihasilkan oleh spektroskopi raman pada AS, ASPP 45; 50; 55 dan ASFP 80; 90 ; 100 adalah sama.

Puncak-puncak yang digunakan tersebut dapat menjadi sidik jari (*finger print*) spektrum raman amilum. Oleh sebab itu, dilakukan pengujian dengan metode *Principal Component Analysis* (PCA). Analisa PCA dilakukan dengan memasukkan data bilangan gelombang untuk setiap sampel. Analisis ini memberikan hasil adanya pengelompokan bilangan gelombang dari spektrum raman dimana terdapat 3 kelompok besar yaitu kelompok dengan bilangan gelombang 470-an, 1120-an dan 1400-an  $\text{cm}^{-1}$ .

Kelompok bilangan gelombang ini muncul di setiap spektrum raman amilum sebelum (AS) maupun setelah modifikasi (ASPP 45; 50; 55 dan ASFP 80; 90 ; 100). Almeida *et al*, [12] menyatakan bahwa terdapat beberapa bilangan gelombang yang dapat dijadikan sebagai sidik jari dalam spektrum amilum. Rentang bilangan gelombang  $1405\text{-}1455\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus fungsi  $\text{CH}_2$  dimana struktur ikatan kuat  $\delta(\text{CH})+\delta(\text{CH}_2)+\delta(\text{C-O-H})$ , pada bilangan gelombang  $1120\text{ cm}^{-1}$  adalah  $\nu(\text{C-O})+\nu(\text{C-C})+\delta(\text{C-O-H})$  dan  $470\text{ cm}^{-1}$  adalah  $\delta(\text{C-C-C})+\tau(\text{C-O})$ . Spektrum pada bilangan gelombang  $470\text{ cm}^{-1}$  menjadi penanda utama adanya kandungan amilosa dan amilopektin yang merupakan senyawa penyusun amilum [13].

## KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah dilakukan modifikasi terhadap amilum singkong alami. Modifikasi dilakukan dengan proses pregelatinasi sehingga dihasilkan amilum singkong parsial pregelatin dan fully pregelatin. Berdasarkan spektrum raman dan hasil analisa keterdekatannya dengan metode *Hierarchical Cluster Analysis* (HCA) dan *Principal Component Analysis* (PCA), diperoleh kesimpulan bahwa modifikasi amilum melalui proses pregelatinasi dengan metode pemanasan pada suhu yang berbeda, tidak mengubah karakteristik kimia amilum ditinjau dari gugus fungsinya.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Cui, W., Food Carbohydrate. England: Francise and Taylor, 2006.
- [2]. Endo, M., K. Obae, and Y. Yaginuma, “A Novel Pregelatinized Starch as a Sustained-Release Matrix Excipient”, *PharmTech*. vol 33. pp. 30-38, 2009.
- [3]. Sari, K. L. K., I G. N. J. A. Prasetia, dan C. I. S. Arisanti, “Pengaruh Rasio Amilum:Air dan Suhu Pemanasan Terhadap Sifat Fisik Amilum Singkong Pregelatin yang Ditujukan sebagai Eksipien Tablet”, *Jurnal Farmasi Udayana*. vol 1. no 1. pp. 50 – 67, 2012.
- [4]. Prasetya, Jemmy A., P.A.P. Puspita, C.I.S. Arisanti, “Co-Processing Method Using Acacia Gum to Improve The Physcal Properties of Cassava Starch”, Proceeding ICPC UMM, pp. 35-38, April 2014.
- [5]. Wiguna, I P.G.S.D., I G.N.J.A, Prasetya dan C.I.S., Arisanti, “Pengaruh Variasi Suhu Pemanasan Terhadap Spesifikasi Amilum Singkong Fully Pregelatinized Sebagai Eksipien Tablet”, *Jurnal Farmasi Udayana*, vol. 3. pp. 40-44, 2014.
- [6]. Prasetya, Jemmy A., C.I.S. Arisanti, N.P.P.A. Dewi, G.A.R. Astuti, N.W.N.Yulianingsih, I.M.A.G. Wirasuta, “Modification Process Of Natural Cassava Starch : The Study Of Characteristics And Physical Properties”, Proceeding ICPPS Unair, pp. 133-135, Maret 2015.
- [7]. Karisma Sari, Kadek Lenny, I.G.N. Jemmy Anton Prasetya dan Cok Istri Sri Arisanti, “Pengaruh Rasio Amilum:Air Dan Suhu Pemanasan TERHADAP Sifat Fisik Amilum Singkong Pregelatin Yang Ditujukan Sebagai Eksipien Tablet”, *Jurnal Farmasi Udayana*. vol 1. no 1. pp. 50 – 67, 2012.
- [8]. Wathoni, Nasrul, Boesro Soebagio, and R.K. Meko, “Profil Aliran Dispersi Pati Ubi Jalar (*Ipomea batatas (L)*)”, *Farmaka*, vol. 7. no. 2. pp : 13-27, 2009.
- [9]. Batrick, E. G., “Forensic Analysis by Raman Spectroscopy Di dalam Indentifikasi Parasetamol Klorfeniramin Maleat dan Fenil Propanolamin Dalam Tablet Dengan Raman Spektroskopi”, S1 Skripsi, Jurusan Farmasi FMIPA, Universitas Udayana, Bali, 2002.
- [10]. Gunawan, D., S. Mulyani, Ilmu Obat Alam (Farmakognosi), Jilid 1. Jakarta: Penebar Swadaya, 2004.
- [11]. Taylor, R., “Interpretation of Correlation Coefficient : A Basic Review”, *Journal of Diagnostic Medical Sonography*, vol. 6. pp. 35-36, 1990.
- [12]. Almeida, M. R., Alves, R. S., Nascimbem, L. B. L. R., Stephani, R., Poppi, R. J., and de Oliveira, L. F. C., “Determination of Amylose Content in Starch Using Raman Spectroscopy And Multivariate Calibration Analysis”, *Anal. Bioanal. Chem.* vol 397. pp. 2693-2701, 2010.
- [13]. Ramazan Kizil, Joseph Irudayaraj and Koushik Seetharaman, “Characterization of Irradiated Starches by Using FT-Raman and FTIR Spectroscopy”, *J. Agric. Food Chem.* vol. 50. no. 14. pp. 3912–3918, 2002.

# VISKOSITAS DAN WAKTU CURING RESIN POLIESTER PADA VARIASI TEMPERATUR

**A H Dawam Abdullah<sup>1\*</sup>, Febri Ramdani Nugraha<sup>2</sup>**

<sup>1)</sup>Loka Penelitian Teknologi Bersih, Gedung 50 Kampus LIPI  
Jalan Cisitu-Sangkuriang, Bandung 40135, Indonesia

<sup>2)</sup>Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung  
Jl. Ganesha 10, Bandung 40132, Indonesia  
Email: dawamduallah@yahoo.com

## Abstrak

**VISKOSITAS DAN WAKTU CURING RESIN POLIESTER PADA VARIASI TEMPERATUR.** Resin Polyester sangat luas pemakaian untuk aplikasi industri, seperti untuk pengikat dalam material komposit. Dalam pemrosesan resin menjadi material komposit, informasi berupa sifat *rheology* polimer seperti viskositas, dan *pot life* sangat diperlukan. Pada penelitian ini dilakukan pengukuran viskositas resin dan *pot life* resin polyester pada berbagai variasi temperatur. Selain itu juga dimodelkan jarak penetrasi resin dengan parameter viskositas dan waktu *pot life* yang telah didapatkan. Pengukuran viskositas dilakukan menggunakan *viscometer Brookfield*. Hasil eksperimen menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur, nilai viskositas dan *pot life* resin semakin rendah. Dengan pemodelan juga didapatkan bahwa penetrasi yang dihasilkan juga semakin rendah.

**Kata kunci:** polyester, viskositas, *pot life*, penetrasi

## Abstract

**VISCOSITY AND CURING TIME OF POLYESTER RESIN IN VARIOUS TEMPERATURE.** *Polyester resin is widely used for industrial applications, such as binder in composite materials. In processing resin into composite material, the information of polymer rheology properties such as viscosity and pot life are needed. In this study, the viscosity and pot life of polyester resin was measured in various temperature. In addition, resin penetration distance was modeled with obtained viscosity and pot life time parameters. Viscosity measurement was carried out using viscometer Brookfield. The experimental results show that the higher temperature would lower the viscosity and pot life value of resin. Furthermore, the modeling shows that the resulting penetration was lower with higher temperature.*

**Keywords:** polyester, viscosity, *pot life*, penetration

## PENDAHULUAN

Resin poliester merupakan jenis polimer yang banyak digunakan di dalam industri manufaktur. Untuk menghasilkan produk dari resin poliester terdapat beberapa tahap yang dilalui, antara lain: sintesis monomer, polimerisasi, hingga manufaktur produk. Tahap manufaktur ditentukan oleh dua parameter utama, yaitu produk target berupa geometri dan dimensi, serta parameter proses berupa viskositas dan temperatur resin.

Salah satu jenis produk manufaktur yang menggunakan poliester adalah material komposit, yaitu terdiri atas serat sebagai penguat dan resin sebagai pengikat. Bahan komposit alam yang banyak diteliti untuk dikembangkan adalah bambu dan poliester. Struktur bambu yang berongga diperbaiki dengan cara diisi resin poliester. Untuk menghasilkan komposit tersebut dibutuhkan pemahaman atas sifat reologi dari polimer yang digunakan.

Material polimer menunjukkan karakteristik reologi "viskoelastis", yaitu perpaduan antara sifat viskos dan elastis [1]. Viskositas adalah ketahanan suatu material untuk mengalir akibat adanya suatu gaya, atau ukuran sifat friksi cairan. Viskositas polimer dipengaruhi oleh beberapa variabel antara lain: temperatur, tekanan, berat molekul, distribusi berat molekul, dan panjang rantai polimer [2]. Aliran polimer digambarkan dengan gerakan molekul rantai polimer berupa lompatan dari satu tempat kisi ke lubang vakansi. Total konsentrasi lubang (*hole*) tempat kosong pada polimer disebut *free volume* [3]. Hubungan antara temperatur terhadap viskositas dapat dapat diformulasikan dengan metode korelasi sebagai berikut [4]:

$$\eta = A \exp(Q/RT) \quad (1)$$

$\eta$  adalah viskositas larutan, A adalah pre eksponensial, Q adalah energi aktivasi aliran viskos, dan R adalah konstanta gas. Berdasarkan persamaan tersebut  $\ln \eta$  merupakan fungsi linear dari  $1/T$ , sedangkan A dan Q tergantung konsentrasi dan berat molekul [5].

*Pot life* adalah waktu yang tersedia untuk memproses polimer atau jarak waktu dari pencanuran resin dan *hardener* hingga terjadi reaksi *crosslinking* [6]. *Pot life* secara teknis didefinisikan sebagai waktu yang dibutuhkan resin mencapai dua kali nilai viskositas awal nya. *Pot life* dipengaruhi oleh dua faktor utama, yaitu rasio resin terhadap *hardener* dan temperatur. Hubungan temperatur terhadap waktu *pot life* terbilang komplek, karena reaksi *curing* (*crosslinking*) sendiri menghasilkan panas (eksotermik) sehingga terdapat multi faktor yang mempengaruhi kecepatan reaksi tersebut.

Impregnasi cairan pada media berpori tanpa adanya gaya luar disebut *capillary-driven flow*. Dengan asumsi pori silinder vertikal parallel seperti pada bambu, maka tekanan kapiler yang menarik cairan dinyatakan oleh persamaan Young-Laplace sebagai [7]:

$$\Delta P = \frac{2\gamma \cos\theta}{R} \quad (2)$$

Dimana  $\Delta P$  adalah tekanan kapiler,  $\gamma$  adalah tegangan permukaan, R adalah jari-jari pori, dan  $\theta$  adalah *contact angle* antara cairan dan dinding dalam dari pori [7]. Hukum Darcy mendefinisikan aliran laminar dalam media pori sebagai [7]:

$$\frac{Q}{A} = V = \frac{K \cdot \Delta P t}{\eta \cdot L} \quad (3)$$

$Q$  adalah volume aliran yang melalui media, A adalah luas dari media, V adalah kecepatan dari cairan yang melalui media, K adalah koefisien Darcy,  $\Delta P t$  adalah tekanan total yang dikenakan pada media. L adalah kedalaman penetrasi cairan dalam media, dan  $\eta$  adalah viskositas cairan [7]. Aliran di dalam silinder dinyatakan oleh hukum Haygen-Poiseu [7]:

$$Q = \frac{\pi \cdot R^4 \cdot \Delta P}{8 \cdot \eta \cdot L} \quad (4)$$

Dimana Q adalah kecepatan aliran cairan volumetrik dalam kapiler, L berhubungan dengan kecepatan aliran sebagai [7]:

$$Q = \pi \cdot R^2 \cdot \frac{dL}{dt} \quad (5)$$

Dimana t adalah waktu penetrasi. Kombinasi dari (pers. 2) s.d. (pers. 4), didapatkan persamaan Lucas-Washburn [7]:

$$L = \sqrt{\frac{R \cdot \gamma \cos \theta \cdot t}{2 \eta}} \quad (6)$$

Melalui persamaan yang terakhir kita mendapatkan hubungan antara jarak penetrasi resin terhadap viskositas dan waktu (*pot life*). Dengan demikian kita bisa mendapatkan model proses impregnasi resin pada struktur berongga seperti bambu.

## METODOLOGI

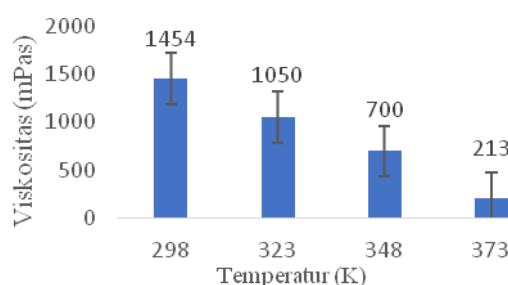
Di dalam penelitian ini digunakan resin *Unsaturated Polyester Resin Yukalac® 157 BQTN-EX* produksi PT Justus Kimia Raya. Pengukuran viskositas dilakukan menggunakan viskometer Brookfield pada variasi temperatur 25, 50, 75, dan 100°C. Pemanasan resin dilakukan dengan *heater-stirrer* dengan kontrol suhu menggunakan termometer air raksa.

Pada pengukuran waktu *pot life* dengan variasi temperatur yang sama (25, 50, 75, 100 °C), viskositas resin diukur secara dinamis dengan memantau peningkatan nilai viskositasnya hingga tercapai nilai viskositas dua kali nilai awalnya. Waktu awal adalah waktu pada saat pencampuran *hardener* (1%) berat. Waktu yang didapatkan tersebut (*pot life*), menjadi input untuk memodelkan jarak penetrasi resin pada struktur berpori (mis. bambu). Untuk kemudahan analisis grafik dan tabel maka semua penyajian satuan temperatur dalam kelvin, sehingga temperatur 25, 50, 75, 100°C dikonversi menjadi 298, 323, 348, dan 373°K.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

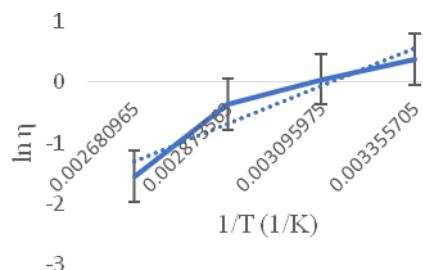
### Viskositas vs Temperatur

Nilai viskositas berdasarkan terhadap variasi temperatur disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Viskositas vs temperatur

Dari Gambar 1 terlihat bahwa peningkatan temperatur cukup signifikan menurunkan viskositas resin. Dengan hasil tersebut dapat dibuat model matematik dengan metode korelasi yang menghubungkan secara linier antara logaritma viskositas resin dengan (1/T) seperti ditunjukkan pada Gambar 2. Didapatkan persamaan linier metode korelasi:  $y = 0,6163x - 1,9105$ .

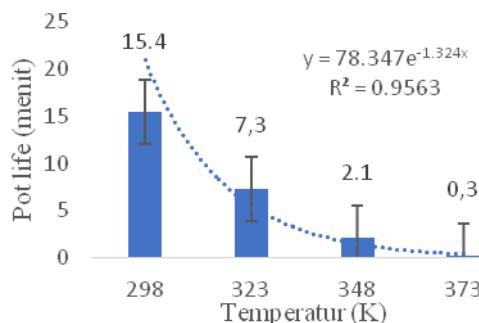


Gambar 2.  $\ln \eta$  vs  $1/T$

Pada Gambar 2 terlihat penurunan viskositas secara eksponensial terhadap kenaikan temperatur. Persamaan linier didapatkan dari hubungan antara  $\ln \eta$  terhadap  $1/T$  seperti ditunjukkan pada Gambar 2, walaupun sedikit melengkung karena temperatur dibawah  $100^{\circ}\text{C}$ . Sedangkan pada temperatur tinggi ( $> 100^{\circ}\text{C}$ ) kurva  $\ln \eta$  vs  $1/T$  mendekati linear dengan nilai  $Q$  konstan [8]. Nilai  $Q$  dan  $A$  didapat menggunakan metode *least square*. Untuk kurva pada Gambar 2, nilai  $Q$  yang didapatkan  $5,1 \text{ J/mol}$  dan nilai  $A$  didapatkan  $0,148 \text{ Pa.s}$ . Persamaan ini bermanfaat untuk memprediksi viskositas pada berbagai temperatur  $25\text{-}100^{\circ}\text{C}$  polimer Unsaturated Polyester Resin YUKALAC® 157 BQTN-EX.

### Pot life

Waktu *pot life* resin poliester setelah ditambahkan *hardener* 1% pada berbagai variasi temperatur disajikan pada Gambar 3.

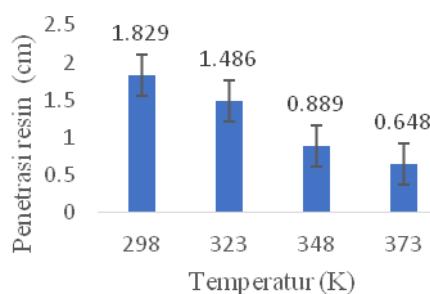


Gambar 3. *Pot life* vs temperatur

Pada Gambar 3 disajikan hubungan antara *pot life* terhadap temperatur *curing*. Terlihat bahwa semakin tinggi temperatur maka semakin kecil waktu *pot life*. Penurunan waktu *pot life* terjadi secara eksponensial, dengan kurve fitting didapatkan persamaan kurva *pot life* (menit) vs temperatur ( $^{\circ}\text{K}$ ) sebagai berikut:  $y = 78.347e^{-1.324x}$ . Persamaan ini bermanfaat untuk memprediksi waktu *pot life* polimer poliester UPR YUKALAC® 157 BQTN-EX Series.

### Efek kapilaritas

Kedalaman penetrasi resin dimodelkan dengan persamaan Lucas-Washburn (6). Dengan asumsi-asumsi jari-jari pori vaskular pada bambu  $\sim 100 \mu\text{m}$ , tegangan permukaan resin poliester ( $\gamma$ )  $\sim 44,5 \text{ mN/m}$ , dan *contact angle* ( $\theta$ ) adalah  $76,3^{\circ}$ . Dengan nilai viskositas dan waktu *pot life* resin pada berbagai temperatur sebagaimana disajikan pada sebelumnya, maka didapatkan hubungan temperatur terhadap kedalaman penetrasi resin sebagai berikut (Gambar 4):



Gambar 4. Penetrasi resin vs temperatur

Hasil pemodelan kapilaritas seperti ditunjukkan Gambar 4 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur maka kedalaman penetrasi resin semakin rendah. Hal ini disebabkan semakin tinggi temperatur maka nilai viskositas resin semakin rendah atau semakin encer. Gaya kapilaritas yang dihasilkan untuk melawan efek gravitas semakin rendah. Sebaliknya, ketika temperatur resin semakin rendah maka viskositasnya menjadi lebih tinggi atau lebih kental. Hal ini menghasilkan gaya kapilaritas yang semakin tinggi sehingga menghasilkan penetrasi yang semakin tinggi.

## KESIMPULAN

Telah didapatkan karakteristik viskositas vs temperatur resin poliester jenis *Unsaturated Polyester Resin YUKALAC® 157 BQTN-EX*. Secara empirik didapatkan persamaan:  $\ln \eta = 0,6163 (1/T) - 1,9105$ , dimana  $\eta$  = viskositas resin (mPas), T = temperatur ( $^{\circ}$ K). Selain itu, didapatkan persamaan empirik waktu *pot life* vs temperatur resin jenis yang sama dengan *hardener* 1%, yaitu:  $t = 78.347e^{-1.324 T}$ , dimana t = waktu *pot life* (menit) dan T = temperatur ( $^{\circ}$ K). Terakhir, dengan pemodelan menggunakan persamaan Lucas-Washburn didapatkan prediksi penetrasi resin kedalam lubang kapiler. Pada lubang pori 100  $\mu$ m, temperatur resin 100 $^{\circ}$ C menghasilkan penetrasi resin sepertiga kali daripada resin dengan temperatur 25 $^{\circ}$ C.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kami sampaikan kepada LIPI yang telah membiayai penelitian ini dan KEMENRISTEKDIKTI yang telah memberikan dukungan sehingga penelitian ini dapat dipublikasikan.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. C.D. Han. *Rheology and Processing of Polymeric Materials Volume 1 Polymer Rheology*. Oxford University Press, Inc: New York, 2007.
- [2]. S.G. Weissberg, R. Simha and S. Rothman. "Viscosity of Dilute and Moderately Concentrated Polymer Solutions." *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, vol. 47, pp. 2257-2274, Oct. 1951.
- [3]. F. Rodriguez, C. Cohen, C.K. Ober and L. Archer. *Principles of Polymer Systems*, Sixth Edition. Taylor & Francis Group, LLC: Boca Raton, 2015.
- [4]. D.S. Viswanath, T.K. Ghosh, D.H.L. Prasad, N.V.K. Dutt and K.Y. Rani. *Viscosity of Liquids Theory, Estimation, Experiment, and Data*. Springer: Dordrecht, 2007.
- [5]. K.S. Sastry and R.D. Patel. "Temperature Dependence of Solution Viscosity of Polymers in Solvent-Nonsolvent System." *Die Makromolekulare Chemie*, vol. 128, pp. 166-175, Oct. 1969.
- [6]. H. Dodiuk and S.H. Goodman. *Handbook of Thermoset Plastics* 3rd Edition. Elsevier, San Diego, 2014
- [7]. R.W. Rioux. *The Rate of Fluid in Porous Media*. The University of Maine, 2003.
- [8]. J.S. Wang and R.S. Porter. "On the viscosity-temperature behavior of polymer melts." *Rheologica acta*, vol. 34, pp. 496-503, Sept. 1995

## PRELIMINARY STUDY OF ALKALINE PRETREATMENT TO PRODUCE NANO CELLULOSE CRYSTALLINE FROM COCONUT COIR

Annisa Rifathin<sup>1\*</sup>, Onny Ujianto<sup>2</sup>, Zulkifli<sup>3</sup>

<sup>1-2</sup>Balai Teknologi Polimer, BPPT, Gd. 460 Kawasan Puspiptek, Serpong,  
<sup>3</sup>Politeknik STMI, Jl. Letjend Suprapto No.26, Jakarta, 10510

E-mail: annisa.rifathin@bppt.go.id

### Abstrak

Serabut kelapa merupakan sumber potensial yang dapat digunakan untuk produksi nano kristal selulosa. Produksi nano kristal selulosa dari *lignocellulosic biomass*, serabut kelapa, membutuhkan beberapa tahap yaitu *alkaline pretreatment* dan hidrolisis. *Alkaline pretreatment* memiliki peran penting karena dapat menghilangkan lignin dan hemiselulosa. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui faktor yang mempengaruhi proses *alkaline pretreatment* dengan NaOH pada serabut kelapa. Penelitian dilakukan menggunakan metode experimental design dengan 3 level dan 3 faktor yang divariasi selama proses, yaitu konsentrasi NaOH (5, 15, 25%), durasi (1, 3, 5 jam), dan suhu (60, 120, 180°C). Karakterisasi yang dilakukan pada serabut kelapa sebelum dan sesudah *alkaline pretreatment* yaitu dengan menganalisa kandungan hemiselulosa menggunakan metode standar TAPPI (*Technical Association of Pulp and Paper Industry*) dan FT-IR untuk melihat perubahan komposisi kimia pada sampel dengan berbagai kondisi proses. Hasil dari FT-IR menunjukkan NaOH *pretreatment* dapat menurunkan intensitas puncak untuk gugus fungsi non-selulosa, termasuk hemiselulosa. Berdasarkan hasil penelitian ini, faktor signifikan pada proses *alkaline pretreatment* serabut kelapa yaitu interaksi suhu dan waktu, sedangkan konsentrasi NaOH tidak memberikan efek signifikan.

**Kata kunci:** *alkaline treatment, NaOH, serabut kelapa, nano kristal selulosa*

### Abstract

Coconut coir is one of a potential source to produce nano cellulose crystalline (NCC). The production of NCC from lignocellulosic biomass requires several steps which are alkaline pretreatment and hydrolysis. Alkaline pretreatment played an important step which can eliminate lignin and hemicellulose. The aim of this study is to determine the main factors in alkaline pretreatment. The experiment was conducted using experimental design method with 3 levels and 3 factors that varied during the process, i.e. the variations of NaOH concentration (5, 15, 25%), duration (1, 3, 5 hours), and temperature (60, 120, 180 °C). The characterization of coconut coir before and after alkaline pretreatment was analyzed from hemicellulose content by using TAPPI (*Technical Association of Pulp and Paper Industry*) and FT-IR to investigated the chemical composition of the chemically treated of coconut coir according to its functional group. FTIR spectra shows that the peak of hemicellulose was disappeared in all conditions. The results show that interaction between duration and temperature give a significant effect in alkaline pretreatment while NaOH concentration does not give any significant effect.

**Keywords:** Alkaline treatment, NaOH, coconut coir, Nano cellulose crystalline

## INTRODUCTION

Indonesia is one of the world's largest producers of coconut [1]. The higher of coconut production will produce significant residue, such as coconut coir. With the increase of environmental awareness, the topic of how to utilize those coconut residues effectively to gain value-added and produce environmentally friendly products has been paid more attention.

Today, the production of nano cellulose crystalline (NCC) from natural fiber, such as coconut coir, has received much attention due to its unique chemical, physical, and mechanical properties which leads to many potential applications in different fields, such as reinforcement agent in nanocomposite materials [2, 3, 4]. Nano-cellulose has characteristic in high strength and stiffness with low weight, biodegradability, and renewability [4,7,10].

Natural fiber is lignocellulose material which contains cellulose, lignin, and hemicellulose [4 – 7]. In the way to produce NCC, the first and important step is to separate cellulose from lignocellulosic matrix. There are various methods can be used to separate it such as mechanical [8] and chemical treatment [9-11] . Previous study showed that chemical treatment is the most effective way to obtain high purity of cellulose, smaller and more similar size than mechanical treatment [7, 9, 12]. The common method of chemical pre-treatment in extract cellulose is the combination of alkaline treatment, bleaching, and acid hydrolysis.

Alkaline pre-treatment played important role in process of produce NCC because it could improve the acid accessibility during the hydrolysis process . This pre-treatment was used to remove the lignin and hemicellulose in natural fiber [10,14]. The mechanism of alkaline pre-treatment is saponification of intermolecular ester bonds cross linking hemicelluloses and lignin [6,13]. The most widely reagent used to alkaline pre-treatment is NaOH due to its effectiveness and also did not disrupted the cellulose component [13].

However, there is still a lack of information about process condition and the main factors that affected in alkaline pre-treatment. Some researchers reported that optimum condition to produced NCC is using NaOH at concentration below 5% [13, 15, 16], but in other study also reported that optimum condition can be reached by using NaOH at concentration about 17.5% [12, 17]. In the way to produce NCC, the setting of temperature and duration process is also taking an important part in alkaline pre-treatment. Previous study used temperature at range 40°C to 120°C and duration at 30 minutes to 24 hours [12, 13, 15, 16, 17].

This study aims to determine the main factors that affected in alkaline pre-treatment process of natural fiber in order to obtain high purity of cellulose. In this study, cellulose was extracted from coconut coir. Alkaline pre-treatment process was conducted by using various concentrations of NaOH, temperatures, and durations. The samples were prepared according to Box-Behnken Experimental Design (DoE) and the percentage of hemicellulose reductions were also monitored to investigate the main effect and factors that affected alkaline pre-treatment process by FTIR analysis

## EXPERIMENTAL

### Materials

The primary source of lignocellulose material in this research was coconut coir supplied by local producer in Depok, Indonesia. It is coconut coir that ready to use to produce variety of products such as spring bed, seat, etc. Analytical grade of sodium hydroxide (NaOH) from Merck, Germany was used for alkaline treatment.

### Method

The coconut coir were first washed with DI water at 50°C for 2h and dried at 60 °C in an oven for 24h. Alkaline pretreatment was done according to three factors and three level of Box-Behnken experimental design, shown in Table 1. The boundaries were selected based on previous studies in order to obtain the optimum condition [12, 13, 15, 16, 17]. Alkaline pretreatment was conducted by soaking the coconut coir in NaOH solution with ratio weight to volume is 1/20. The residue of this process was washed until reached a neutral pH, and dried at 40°C for 24 hours.

Table 1. The detail of experimental design

Runs	NaOH [%]	Temperature [°C]	Duration [Hours]
Run 1	15	120	3
Run 2	25	120	1
Run 3	15	60	5
Run 4	15	120	3
Run 5	25	120	5
Run 6	5	120	1
Run 7	15	120	3
Run 8	25	60	3
Run 9	5	120	5
Run 10	15	180	1
Run 11	5	60	3
Run 12	15	60	1
Run 13	5	180	3
Run 14	15	180	5
Run 15	25	180	3

The data was analyzed by response surface methodology using Minitab software. A quadratic polynomial equation was developed to predict the response as a function of independent variables and their interactions with dependent variable. In general, the response for the quadratic polynomials is described in equation model as follows:

$$Y = \beta_0 + \Sigma \beta_i x_i + \Sigma \beta_{ii} x_i^2 + \Sigma \beta_{ij} x_{ij} \quad (1)$$

Where Y is the dependent variable which describes the response of percentage hemicellulose reduction,  $\beta_0$  is the intercept coefficient,  $\beta_i$  is the linear terms,  $\beta_{ii}$  is the squared terms and  $\beta_{ij}$  is the interaction terms,  $x_i$  and  $x_j$  are the independent variables [18]. The significance of equation is determined by p-value and the precision was analyzed by R<sup>2</sup>. The closer of R<sup>2</sup> value to 100%, it is indicates the better empirical models that fits the experimental data. The p-value for the each factors and their interaction less than 0.05 indicates that factor has significant effect on the response.

## Characterization

### Hemicellulose Content Analysis

Hemicellulose content in raw and treated coconut coir was determined according to TAPPI standard methods, T 203 cm 99. The samples extracted using 100 ml of 17.5% of NaOH solutions at 25°C. The soluble fraction was added 75 ml of 3 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and decanted or filtered to obtain the clear solution which consisting of hemicellulose. The hemicellulose content was determined by titration with 0.5 N of potassium dichromate and Ferroin as an indicator.

### Fourier Transforms Infrared Spectroscopy (FTIR)

A FTIR spectrometer Tensor 27 with Hyperion 2000 was used to investigate the chemical composition of the chemically treated of coconut coir according to its functional group. The samples were ground with KBr powder and pressed into transparent pellets. The sample was measured using transmission method and in the wavelength range from 4000 cm<sup>-1</sup> to 400 cm<sup>-1</sup>

## RESULTS AND DISCUSSION

### Experimental Design

Table 2. The Percentage of Hemicellulose Reduction

Runs	NaOH [%]	Temperature [°C]	Duration [Hours]	Hemicellulose Reduction (%)
Run 1	15	120	3	42
Run 2	25	120	1	43
Run 3	15	60	5	45
Run 4	15	120	3	32
Run 5	25	120	5	41
Run 6	5	120	1	40
Run 7	15	120	3	25
Run 8	25	60	3	39
Run 9	5	120	5	45
Run 10	15	180	1	51
Run 11	5	60	3	44
Run 12	15	60	1	22
Run 13	5	180	3	45
Run 14	15	180	5	40
Run 15	25	180	3	45

The percentage of hemicellulose reduction at each samples are presented at Table 2. The percentages of hemicellulose reduction for all samples were ranged from 22 % to 51% compared to control sample. It decreased from 2.34% for control sample to 1.97% and 1.16% of hemicellulose content. These suggest that the alkaline process successfully reduced the content of hemicellulose on coconut coir.

Table 3, P-value of Each Factors

Factors	Coef	p-value
Regression	-	0.100
Constant	34.7	0.000
NaOH Concentration	-0.75	0.721
Duration	1.9	0.384
Temperature	3.9	0.097
NaOH concentration*NaOH Concentration	6.3	0.072
Temperature*Temperature	3.5	0.271
NaOH Concentration*Duration	-1.7	0.559
Duration*Temperature	-8.5	0.021

The effects of process variable on hemicellulose reduction were analyzed according to developed model with coefficient shown in Table 3. The polynomial equation for predicted the hemicellulose reduction can be written as follows:

$$\begin{aligned} \% \text{ hemicellulose reduction} = & 34.7 - 0.75 (\% \text{ NaOH}) + 1.9 (\text{duration}) + 3.9 \\ & (\text{temperature}) + 6.3 (\% \text{ NaOH} * \% \text{ NaOH}) + 3.5 (\text{Temperature} * \text{Temperature}) \\ & - 1.7 (\% \text{ NaOH} * \text{Duration}) - 8.5 (\text{Duration} * \text{Temperature}) \end{aligned} \quad (2)$$

The model has significances at 90% of level confidence and the R<sup>2</sup> of the model is 77.5%. The low R<sup>2</sup> value may be caused by the variation on the composition of coconut coir, that difficult to be controlled as natural products. The results show that the most significant variable that influences hemicellulose reduction is the interaction of duration and temperature (p-value = 0.021). Despite there is no effect of NaOH interaction to another variables, the results show quadratic effect of NaOH concentration, indicating curvature pattern on surface plots and optimum point in boundaries ranges.

Figures 1 show surface plots of the effect of interacted variables on hemicellulose reductions. The plots show that the biggest hemicellulose reduction may be produced at low or high NaOH concentration. The highest reduction at low NaOH concentration is similar to previous study reported by another groups [13, 15, 16]. However, it is still unclear why the trend was decrease by the higher NaOH concentration to about 17.5%, and increased at higher concentration. Despite the present of curvature pattern, the p-value of NaOH concentration is higher than 0.1 (p-value = 0.721), indicating no significant effect of NaOH concentration. One possibility that may be caused this is the different diameter of the coconut coir that produce variation on hemicellulose content. So, further analysis needs to be done to explore this.

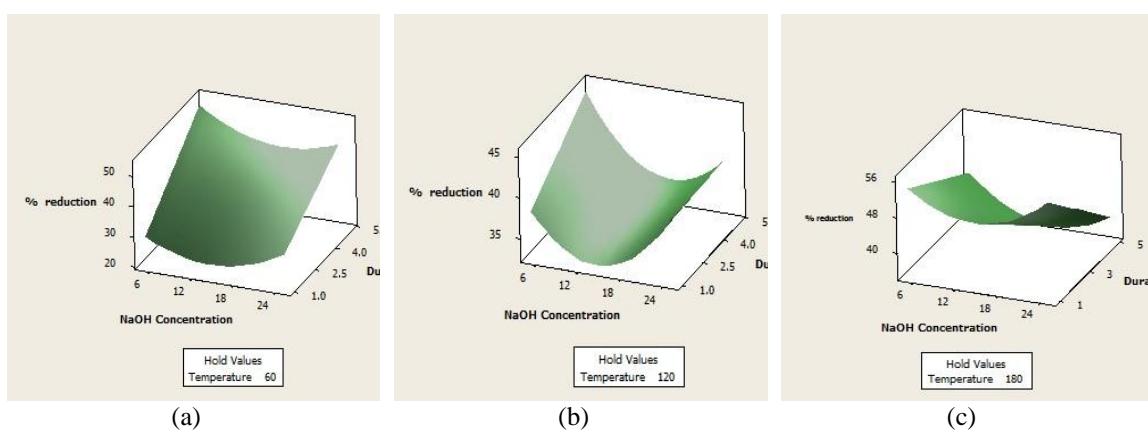


Figure 1. Surface Plots at Various Temperatures (a) 60°C (b) 120°C (c) 180°C

Figure 1 also shows the positive effect of longer processing time at low and mid temperatures, but negative effect at higher temperature. These suggest that alkaline treatment effectively work at lower temperature and longer time. The negative effect at higher temperature indicates degradation of hemicellulose structure that change to structure as metasaccharinic acid [20].

### FTIR analysis

All spectra exhibits a characteristic broad band in the wave number at about 3400 cm<sup>-1</sup> and 2900 cm<sup>-1</sup> that indicates the of the OH groups and –CH stretching vibration in cellulose molecules. In the raw coconut coir, the peak at 1737 cm<sup>-1</sup> was observed due to C=O stretching vibration of ester groups of crosslinking hemicellulose and lignin and the peak at 1427, 1462, 1513, 1632 cm<sup>-1</sup> which are belong to lignin functional groups [6, 13, 19]. The Intensity of peaks at 1737 cm<sup>-1</sup> disappears at all coconut coir after alkaline pretreatment at various conditions. However the specific peaks of lignin functional groups are still found on the transmission range.

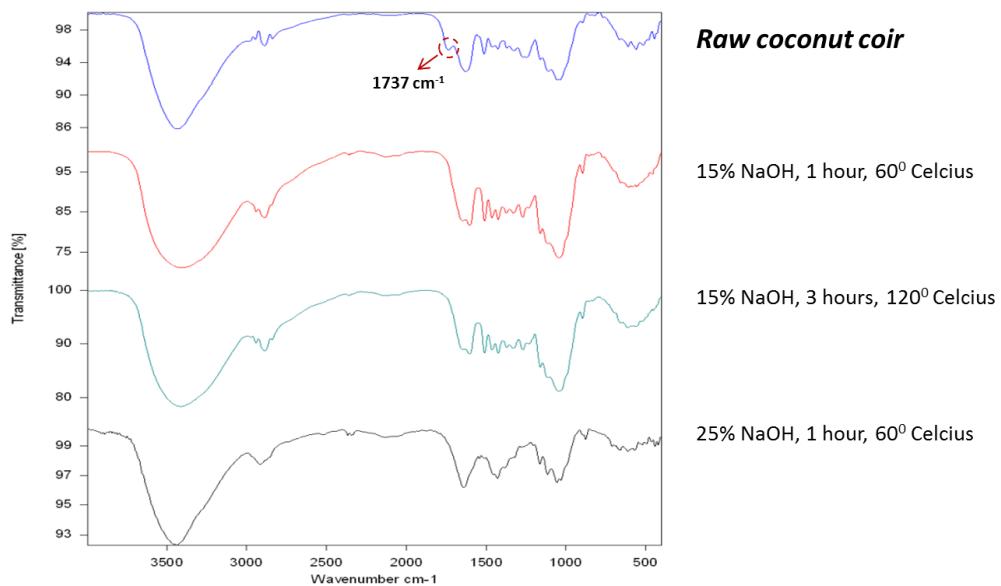


Figure 2. FTIR Spectra of Samples with Minimized Percentage of Reduction Hemicellulose

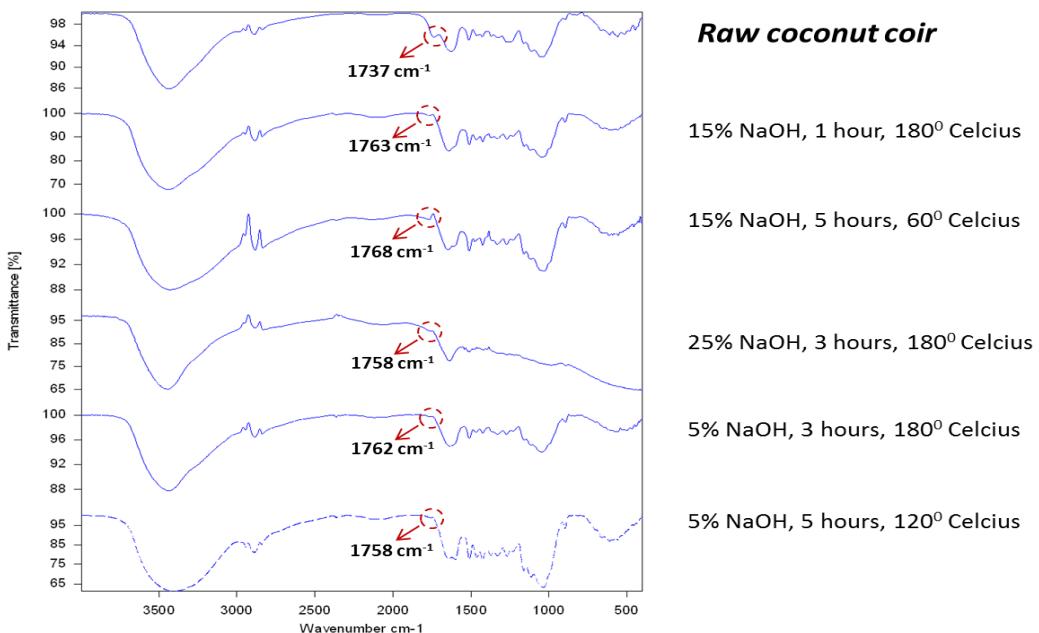


Figure 3. FTIR Spectra of Samples with Maximized Percentage of Reduction Hemicellulose

Figure 2 and 3 shows the FTIR spectra of selected samples which have minimized and maximized value of percentage hemicellulose reduction, respectively. It can be seen that the peak at 1737 cm<sup>-1</sup> disappeared. It indicates that the ester bonds between hemicellulose and lignin are successfully removed. Further analysis on Figure 3 shows that beside the disappearance peak at 1737 cm<sup>-1</sup>, it is also shown that a new peak at about 1760 cm<sup>-1</sup> which belong to C=O carboxylic acid group. This may be caused by degradation of hemicellulose from peeling reaction mechanism, which produces a carboxylic acid group such as metasaccharinic acid [20].

## CONCLUSION

The preliminary study of alkaline pretreatment of coconut coir using Box-Behnken experimental design was successfully applied to determine the main factor that affected in process. The response studied was the percentage of hemicellulose reduction. The result shows that interaction between duration and temperature give a significant effect in reduction of hemicellulose content . Increases the process duration at any level of temperature will increase the percentage. The model obtained in this study could predicted the response with confidence level at 90%. FTIR analysis show that peak at 1737 cm<sup>-1</sup>, which is indicate the ester bond between hemicellulose and lignin, was disappeared in all conditions. The carboxylic acid group was found in FTIR spectra of samples with maximized value of %hemicellulose reduction, it is caused by degradation of hemicellulose.

## REFERENCES

- [1]. Kementrian Pertanian. 2014. Outlook Kelapa Indonesia.
- [2]. Brinchi, L., Cotana, F., Fortunati, E. & Kenny, J. M. 2013. Production of nanocrystalline cellulose from lignocellulosic biomass: technology and applications. *Carbohydr Polym*,94,154-69
- [3]. Devi, R. R., Dhar, P., Kalamdhad, A. & Katiyar, V. 2014. Fabrication of Cellulose Nanocrystals from Agricultural Compost. *Compost Science & Utilization*,23,104-116.
- [4]. Lani, N. S., Ngadi, N., Johari, A. & Jusoh, M. 2014. Isolation, Characterization, and Application of Nanocellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunch Fiber as Nanocomposites. *Journal of Nanomaterials*,2014,9.
- [5]. Chandrahasa R., Rajamene N.P., Jeyalakshmi. 2014. Development of Cellulose Nanofibres from Coconut Husk. *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering*, 4, 88-93.
- [6]. Lee H. V., Hamid S. B. A., Zain S. K., 2014. Review Article: Conversion of Lignocellulosic Biomass to Nanocellulose: Structure and Chemical Process. *The Scientific World Journal*, 2014, 20.
- [7]. Yahya, M., Lee, H. V., Zain, S. K. & Hamid, S. B. A. 2015. Chemical Conversion of Palm-Based Lignocellulosic Biomass to Nano-Cellulose: Review. *Polymers Research Journal*,9,385-406.
- [8]. Abdul Khalil, H. P. S., Davoudphour, Y., Islam, M. N., Mustapha, A., Sudesh, K., Dungani, R. & Jawaid, M. 2014. Production and modification of nanofibrillated cellulose using various mechanical processes: A review. *Carbohydrate Polymers*,99,649-665.
- [9]. Brinchi, L., Cotana, F., Fortunati, E. & Kenny, J. M.. Production of nanocrystalline cellulose from lignocellulosic biomass: technology and applications. *Carbohydr Polym*,94,154-69.
- [10]. Ng, H.-M., Sin, L. T., Tee, T.-T., Bee, S.-T., Hui, D., Low, C.-Y. & Rahmat, A. R. 2015. Extraction of cellulose nanocrystals from plant sources for application as reinforcing agent in polymers. *Composites Part B: Engineering*,75,176-200.
- [11]. Peng, B. L., Dhar, N., Liu, H. L. & Tam, K. C. 2011. Chemistry and applications of nanocrystalline cellulose and its derivatives: A nanotechnology perspective. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*,89,1191-1206.
- [12]. Wulandari, W. T., Rochliadi, A. & Arcana, I. M. 2016. Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*,107,012045.
- [13]. Sing, D. P. & Trivedi, R. K. 2013. Acid and alkaline pretreatment of lignocellulosic biomass to produce ethanol as biofuel. *International Journal of ChemTech Research*,5,727-734.
- [14]. Kalia, S., Dufrene, A., Cherian, B. M., Kaith, B. S., Averous, L., Njuguna, J. & Nassiopoulos AS, E. 2011. Cellulose-Based Bio- and Nanocomposites: A Review. *International Journal of Polymer Science*,2011,1-35.

- [15]. Karp, S. G., Woiciechowski, A. L., Soccol, V. T. & Soccol, C. R. 2013. Pretreatment strategies for delignification of sugarcane bagasse: a review. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 56,679-689.
- [16]. Thripura Sundari, M. & Ramesh, A. 2012. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from the aquatic weed water hyacinth—*Eichhornia crassipes*. *Carbohydrate Polymers*, 87,1701-1705.
- [17]. Lani, N. S., Ngadi, N., Johari, A. & Jusoh, M. 2014. Isolation, Characterization, and Application of Nanocellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunch Fiber as Nanocomposites. *Journal of Nanomaterials*, 2014,9.
- [18]. Z.A. Malik, M.H. Malik, T. Hussain, and F.A. Arain, *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, Vol. 6 (2011), p. 46-53.
- [19]. Xu F., YU J., Tesso T., Dowell F., Wang D. 2013. Qualitative and quantitative analysis of lignocellulosic biomass using infrared techniques: A mini-review. *Applied Energy*, 104, 801-809.
- [20]. Gellerstedt, G. (2008) Chapter 20 Chemistry of pulping, *The Ljungberg Textbook: Cellulose Technology*, Chalmers University of Technology, Göteborg.

# SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT LiFePO<sub>4</sub>/C DENGAN PENAMBAHAN POLYPYRROLE PPY SEBAGAI BAHAN KATODA BATERAI Li-ION

Indra Gunawan<sup>1,\*</sup>, Jadigia Ginting<sup>2</sup>, Bambang Sugeng<sup>3</sup>

<sup>1,2,3</sup> Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju-BATAN

Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang-Selatan 15310

\*E-mail: [irgun.ig@gmail.com](mailto:irgun.ig@gmail.com)

## Abstrak

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT LiFePO<sub>4</sub>/C DENGAN PENAMBAHAN POLYPYRROLE PPY SEBAGAI BAHAN KATODA BATERAI Li-ION.** Telah disintesis bahan katoda baterai Li-ion yaitu LiFePO<sub>4</sub> menggunakan metoda *solid state reaction*, Polypyrolole PPY ditambahkan sebagai sumber karbon untuk membentuk komposit LiFePO<sub>4</sub> /C. Sintesis bahan katoda LiFePO<sub>4</sub> dilakukan dengan mereaksikan lithium klorida LiCl, ferrochloride tetrahidrat FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O dan asam fosfat H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Perbandingan mol Fe:P:Li adalah (1:1:1), dengan menggunakan media air. Campuran tersebut dipanaskan didalam *furnace* pada suhu 500 °C selama 5 jam. Sintering dilakukan pada suhu 700 °C selama 4 jam. Hasil sintesa kemudian ditambahkan PPY yang divariasi dengan perbandingan 2.5; 5; 7.5; 10 dan 15 % berat dan grafit juga ditambahkan sebanyak 4 kali kandungan PPY. Campuran kemudian dipanaskan dalam tungku pada suhu 300 ° C selama 3 jam. Hasil yang diperoleh adalah komposit LiFePO<sub>4</sub> /C dikarakterisasi struktur kristal (fasa) menggunakan XRD, struktur mikro menggunakan SEM dan konduktivitas menggunakan alat LCR meter. Pola Difraksi Sinar-X (XRD) yang diperoleh dari komposit LiFePO<sub>4</sub>/C, dimana sebagian besar garis difraksi dapat diindeks sebagai fase tunggal dengan struktur olivin grup ruang Pnmb ortorombik. Puncak difraksi utama LiFePO<sub>4</sub> terjadi pada sudut 2Θ = 17,04 °; 20,7 °; 24°; 29,6 °; 30,98 °; 35,5 ° dan 42,2 ° sesuai dengan bidang kristal [020], [011], [101], [200], [210], [201] dan [112]. Pola difraksi yang mungkin muncul untuk Kristal karbon tidak ada, namun karbon amorf teramat. Morfologi komposit LiFePO<sub>4</sub>/C diamati dengan menggunakan SEM menunjukkan morfologi panorama untuk LiFePO<sub>4</sub> / PPY 2,5%. Metode sintesis ini dapat menghasilkan partikel LiFePO<sub>4</sub>/ C dengan distribusi ukuran yang cukup seragam (5-10 μm). Konduktivitas bahan diuji dengan menggunakan LCR meter.

**Kata kunci:** LiFePO<sub>4</sub>, PPY, struktur kristal, struktur mikro, konduktivitas.

## Abstract

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF COMPOSITE LiFePO<sub>4</sub> / C WITH THE ADDITION OF PPY POLYPYRROLE AS A CATHODE MATERIAL FOR Li-ION BATTERY.** It has been synthesized the LiFePO<sub>4</sub> as cathode material for Li-ion battery using solid state reaction method, Polypyrolole PPY added as a source of carbon to form LiFePO<sub>4</sub>/C composite. Synthesis done by reacting lithium chloride (LiCl), ferrochloride tetrahidrat (FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O) and phosphoric acid (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). Comparison of mol Fe: P: Li is (1:1:1), using the medium of water. The mixture then heated into the furnace at a temperature of 500 °C for 5 hours. Sintering was conducted at a temperature of 700 °C for 4 hours. The results of the synthesis then added PPY 2.5; 5; 7.5; 10 and 15% in weight respectively and graphite also added in amount of 4 times PPY content, then the mixtures heated at a temperature of 300 °C for 3 hours. The results obtained are LiFePO<sub>4</sub>/C composite characterized its crystal structure (phase) using XRD, micro structure using SEM and conductivity using LCR meter. X-ray Diffraction patterns (XRD) obtained from the LiFePO<sub>4</sub>/C composite, where most of the diffraction lines can be indexed as a single phase with space group Pnmb olivine structure orthorombic. The main diffraction peak of LiFePO<sub>4</sub> occur at an angle of 2 Θ = 17.04 °; 20.7 °; 24°; 29.6 °; 30.98 °; 35.5 ° and 42.2 ° in accordance with the crystals

planes [020], [011], [101], [200], [210], [201] and [112]. Diffraction patterns that may occur to carbon crystals are absent, however the amorphous carbons are presents. LiFePO<sub>4</sub>/C composite morphology was observed using SEM showed morphology of panorama for LiFePO<sub>4</sub>/PPy 2.5%. This synthesis method can produce LiFePO<sub>4</sub> particles/C with the distribution of the size of a fairly uniform (5-10  $\mu\text{m}$ ). The conductivity of the material tested by using LCR meter.

**Keywords:** LiFePO<sub>4</sub>, PPy, solid state reaction, composite, crystal structure, microstructure, conductivity.

## PENDAHULUAN

Sistem penyimpan energi yang baru, murah dan ramah lingkungan menjadi salah satu tuntutan penting seiring dengan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi pada abad ke dua puluh satu ini. Disisi lain penggunaan bahan bakar berbasis fosil sebagai penggerak alat transportasi menimbulkan berbagai dampak lingkungan akibat emisi gas buangnya. Dari sini terlihat jelas bahwa isu lingkungan terkait dengan energi tidak hanya terbatas pada sumber energi baru dan terbarukan tetapi juga dalam masalah pencegahan polusi udara. Diantara solusi terbaik dalam hal ini adalah pemanfaat energi listrik yang disimpan dalam sebuah media semisal *fuel cell* dan baterai sebagai penggerak kendaraan bermotor [1] [2][3].

Berdasarkan jenis ion yang bergerak terdapat baterai Lithium, baterai Cadmium, baterai Nikel dan lain-lain. Baterai polimer berbasis lithium menjadi harapan baterai masa depan karena disamping dapat diisi ulang (*rechargeable*) juga mudah dibentuk mengikuti tuntutan aplikasi, ringan, dan ramah lingkungan. Pada saat ini di pasaran telah banyak beredar aneka jenis baterei diantaranya , Ni-Cd, Li-Co, Li-Mn dan yang sedang berkembang saat ini jenis LiFePO<sub>4</sub>[4][5][6][7].

Bterei jenis LiFePO<sub>4</sub> sebagai bahan katoda merupakan baterei lithium yang dapat diisi ulang. Beberapa keunggulan baterei LiFePO<sub>4</sub> (LFP) diantaranya memiliki sifat toksitas rendah, kelimpahan zat besi yang tinggi, stabilitas termal yang sangat baik, karakteristik/standar keselamatan, kinerja elektrokimia yang baik, dan kapasitas spesifiknya yang tinggi sehingga mampu menembus pasar [8].

Ada beberapa macam proses pembuatan baterei LiFePO<sub>4</sub> diantaranya dengan reaksi padatan, proses pengendapan, proses sol-gel dan metode doping [9][10][11][12]. Besi fosfat Li-ion memiliki ikatan kovalen yang kuat antara oksigen dan fosfat membentuk unit polyanion yang kuat sehingga memungkinkan untuk memiliki stabilisasi lebih besar dibandingkan dengan struktur oksidanya. Pembentukan polyanion yang besar juga memperbesar ruang bebas yang tersedia untuk lithium. Ikatan P-O-Metal membantu menstabilkan energi redoks dari kation logam dan memungkinkan migrasi ion relatif cepat. Akibatnya, atom oksigen lebih sulit untuk mengekstrak besi fosfat Li-ion. Disamping itu ikatan antara atom oksigen dalam fosfat lebih kuat dibandingkan dengan kobalt, sehingga sel-sel lithium besi fosfat memiliki sifat tahan panas dalam pemakaianya [13]. LiFePO<sub>4</sub> memiliki struktur tiga dimensi yang berisi jalur untuk ion lithium, namun memiliki kapasitas densitas arus reversible tinggi sehingga terjadi kerugian pada kerapatan arus.

Dua pendekatan baru-baru ini telah dicoba untuk mengatasi masalah di atas. Satu pendekatan adalah untuk meningkatkan konduktivitas elektronik dengan penambahan bahan aditif yang bersifat konduktif, yaitu, lapisan karbon dengan melalui sintesis komposit LiFePO<sub>4</sub> / C [14][15][16], atau dengan penambahan bahan kation selektif supervalent [16]. Pendekatan kedua adalah, pengontrolan ukuran partikel dengan mengoptimalkan kondisi sintesis [17]. Telah dilaporkan bahwa penambahan karbon telah memecahkan masalah. Penambahan karbon sebelum pembentukan fase kristalin menekan pertumbuhan partikel selama proses sintering dan meningkatkan konduktivitas elektronik melalui kontak antar partikel.

Penelitian ini merupakan bagian dari penelitian energi baru dan terbarukan yaitu baterai berbasis Li-ion yang dapat diisi ulang dari sumber energi murah dan berkelanjutan lainnya. Dalam penelitian ini akan dikembangkan lithium ferophospat (LiFePO<sub>4</sub>) sebagai alternatif bahan katoda untuk sel baterai berbasis lithium, dan upaya meningkatkan konduktivitas listriknya dengan penambahan PPy sebagai sumber karbon. Peneltian kami terdahulu telah melakukan upaya untuk meningkatkan konduktivitas bahan LiFePO<sub>4</sub> ini dengan menambahkan bahan polimer poliasam akrilat PAA , polilaktat PLA dan bahan organik sebagai sumber karbon secara *in situ* [18][19][20].

## METODOLOGI

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah lithium klorida LiCl (Merck, Jerman), *ferrochloride tetrahidrat* FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O (Merck, Jerman), Asam fosfat H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (Merck, Jerman) dan Polypyrrrole PPy(Aldrich, Jerman).

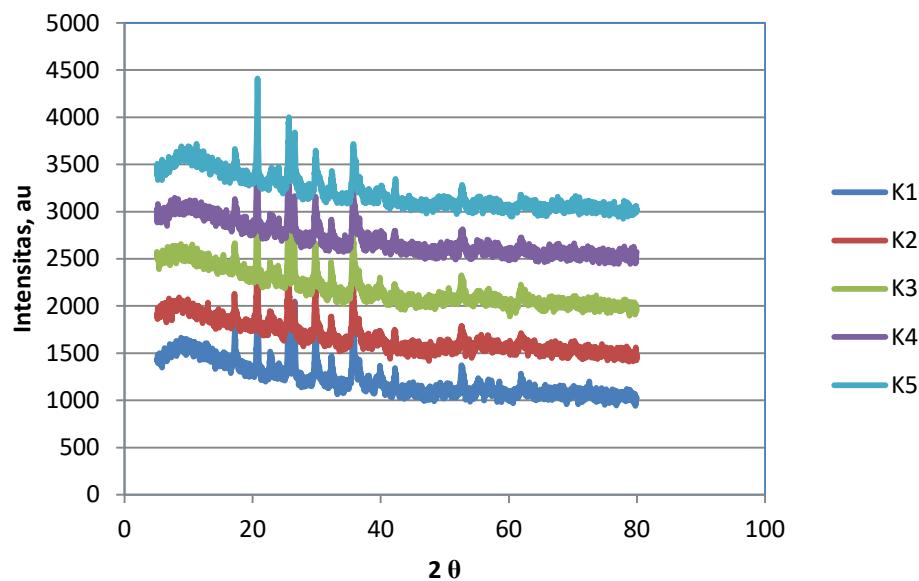
Peralatan karakterisasi yang digunakan adalah *X-Ray diffractometry* (XRD, Shimadzu XD 610, Jepang) untuk mempelajari kemurnian fase dan struktur kristal. Morfologi permukaan bahan diamati dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM, JEOL JSM 6510 LA, Jepang), dan dikombinasi dengan pengamatan *Energy Dispersive Spektroskopy* (EDS) untuk menganalisis distribusi spasial unsur dalam sampel. Pengukuran konduktivitas listrik dilakukan dengan menggunakan LCR *HiTester* (HIOKI 3532-50). Pemanasan dilakukan dengan menggunakan tungku (Fischer, USA).

### Metode

Pembuatan LiFePO<sub>4</sub> dilakukan dengan cara *solid state reaction*, Bahan-bahan LiCl, FeCl<sub>2</sub> dan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dengan perbandingan stoikiometris dicampur didalam pelarut aquades kemudian dilakukan pemanasan pada 500 °C didalam tungku (*furnace*) selama 5 jam. Prekursor yang diperoleh kemudian digerus hingga homogen dan disintering dengan mengalirkan gas nitrogen pada suhu 700 °C selama 4 jam didalam tungku sehingga diperoleh LiFePO<sub>4</sub> [21]. Bahan LiFePO<sub>4</sub> terbentuk kemudian ditambahkan PPy dan dicampur dalam mortar. Rasio berat PPy dalam campuran LiFePO<sub>4</sub> dibuat bervariasi yaitu 2.5; 5; 7.5; 10 dan 15% dengan kode sampel berturut-turut adalah K1, K2, K3, K4 dan K5. Campuran kemudian dipanaskan dalam tungku pada suhu 300 °C selama 1 jam. Produk kemudian siap untuk dikarakterisasi.

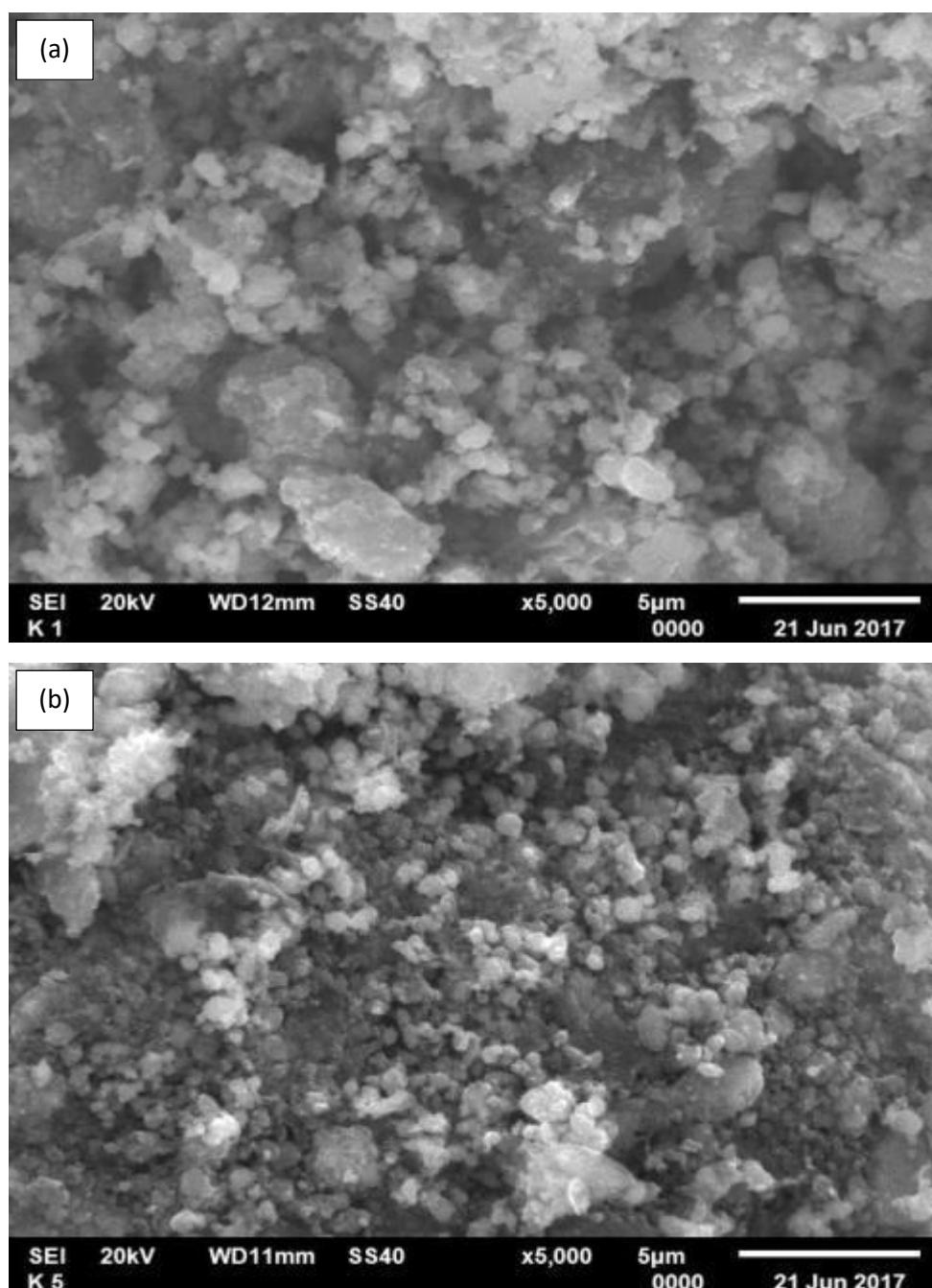
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi untuk sampel-sampel K1, K2, K3, K4 dan K5 menggunakan alat XRD dapat dilihat pada Gambar 1. Tidak ada perbedaan nyata pola difraksi untuk sampel-sampel ini. Pola difraksi menunjukkan bahwa LiFePO<sub>4</sub> mendominasi ditunjukkan puncak-puncak utama pada sudut  $2\theta = 29,67; 35,49; 25,47; 17,08; 20,69; 36,46; 22,62; 32,11; 52,45; 56,55; 37,82; 55,442$  bersesuaian dengan bidang kristal [020], [011], [101], [200], [210], [201], [112], [211], [311], [111], [200], [101]. Pada JCPDS = 40-1499, garis difraksi dari LiFePO<sub>4</sub> berada pada  $2\theta = 17,2^\circ, 20,75^\circ, 22,65^\circ, 24^\circ, 25,5^\circ, 29,7^\circ, 32,16^\circ, 34,4^\circ, 35,5^\circ, 36,5^\circ, 37,8^\circ, 38,2^\circ, 39^\circ, 42^\circ, 44^\circ, 50,2^\circ, 52,4^\circ, 56,5^\circ, 61,6^\circ$  dan  $62^\circ$ . Gambar pola XRD menunjukkan LiFePO<sub>4</sub> berhasil disintesis setelah pemanasan pada suhu 700°C selama 4 jam. Dari gambar tersebut, dapat dinyatakan bahwa kristal LiFePO<sub>4</sub> telah terbentuk. Pola difraksi yang mungkin muncul untuk graphene tidak teramat, namun terdapat pola difraksi karbon amorf. Fase LiFePO<sub>4</sub> ditunjukkan puncak difraksi tajam menggambarkan bahan kristalit. Fase kristal LiFePO<sub>4</sub> mendominasi pola difraksi ditandai oleh puncak difraksi pada 3 sudut  $2\theta$  terkuat =  $20,73^\circ, 24,33^\circ$  dan  $33,7^\circ$ . Sifat polipirol dalam sistem dapat dianggap tidak hanya sebagai pembentuk struktur, tetapi juga sebagai sumber karbon. Tapi puncak yang sesuai dengan karbon tidak terlihat, karena strukturnya amorf.

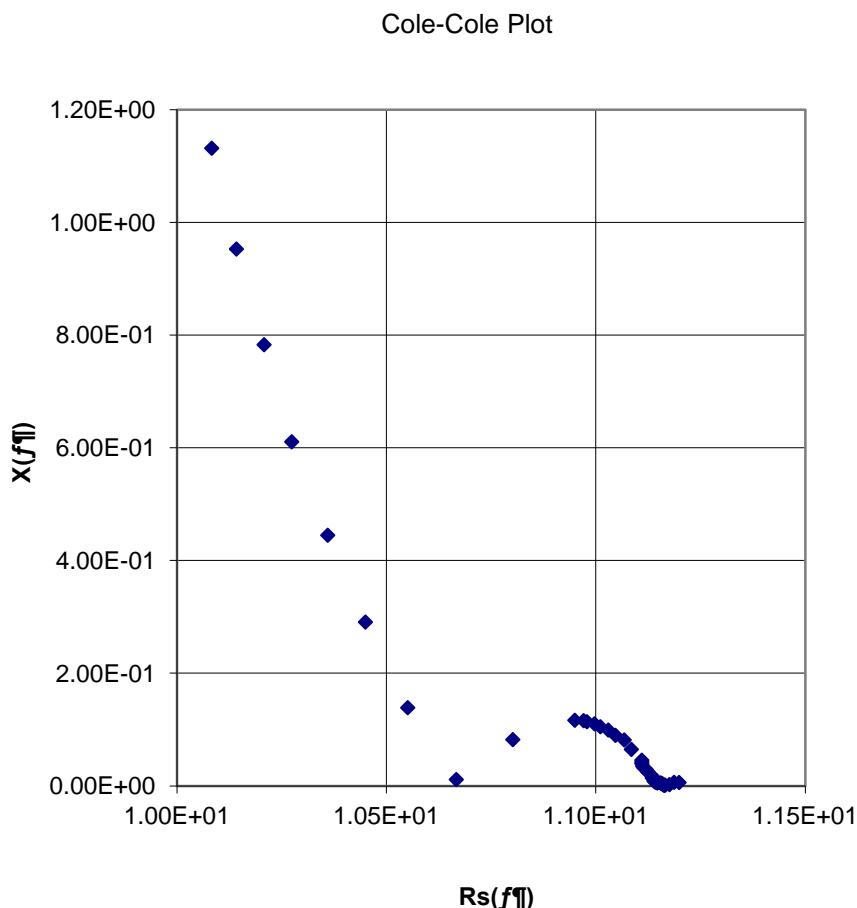


Gambar 1. Pola difraksi XRD untuk sampel-sampel K1, K2, K3, K4 dan K5.

Morfologi permukaan komposit LiFePO<sub>4</sub> / C diamati dengan menggunakan SEM. Akan dilakukan analisis sampel K1 dan K5 saja karena dari pola XRD keseluruhan sampel menunjukkan pola yang mirip satu sama lainnya. Gambar 2 a) menunjukkan morfologi untuk LiFePO<sub>4</sub> / PPy 2,5%; metode sintesis ini dapat menghasilkan partikel LiFePO<sub>4</sub> / C dengan distribusi ukuran yang bervariasi (1-5 μm). Investigasi rinci partikel terdiri dari partikel primer berdiameter kurang dari 5 μm, dan pori homogen diamati di permukaan. Gambar 2 b) menunjukkan morfologi sferis untuk sampel LiFePO<sub>4</sub> / PPy 15%. Mirip dengan LiFePO<sub>4</sub> / PPy 2,5%, partikel biasa terdiri dari partikel LiFePO<sub>4</sub> / C berdiameter 200 nm, dan pori-pori homogen terbentuk dalam sampel ini. Gambar morfologi mikroskop elektron SEM dari komposit LiFePO<sub>4</sub>/C juga mengungkapkan bahwa partikel berukuran mikrometer, dengan serpihan-serpihan karbon terbentuk di sekitar kristal LiFePO<sub>4</sub>.



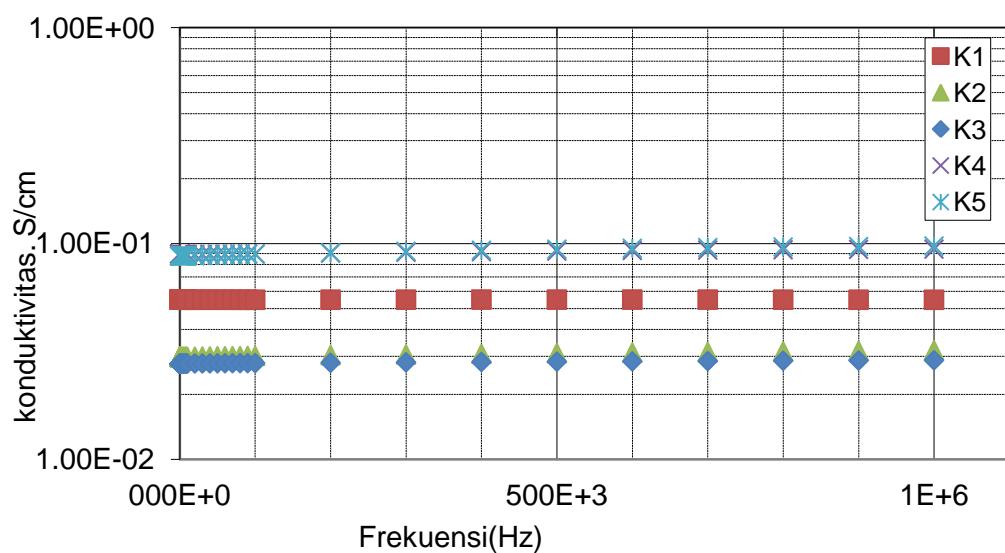
Gambar 2. Morfologi permukaan komposit LiFePO<sub>4</sub> / C diamati dengan menggunakan SEM pada penambahan PPY 2,5% (a); dan penambahan PPY 15% (b).



Gambar 3. Cole-Cole plot dari hasil pengukuran konduktivitas listrik LiFePO4/C untuk sampel K5.

Analisis permitivitas kompleks yang diukur biasanya dilakukan dengan teknik *curve-fitting* berdasarkan biasanya, salah satu model berikut: Model Debye, model Cole-Cole, model Davidson-Cole, model Havriliak-Negami dan model KWW. Analisis *curve-fitting* biasanya digunakan untuk menemukan waktu relaksasi. Selain itu, Cole-Cole plot dari konstanta dielektrik juga telah digunakan untuk menganalisis parameter dielektrik [22]. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar. 3, Cole-Cole plot untuk bahan komposit LiFePO4/C berbentuk garis lurus pada rentang frekuensi rendah di keadaan awal dan setengah lingkaran dalam rentang frekuensi menengah dan tinggi. Ditemukan bahwa garis linier muncul pada frekuensi rendah, mengungkapkan bahwa film pasivator stabil. Jari-jari setengah lingkaran muncul di rentang frekuensi menengah sampai tinggi dengan tegangan meningkat, mengungkapkan bahwa terjadi penurunan resistensi transfer.

Pengukuran konduktivitas dilakukan dengan menggunakan High Precision LCR-meter yang dihubungkan ke komputer untuk akuisisi data. Penambahan PPY tidak serta merta meningkatkan konduktivitas bahan yang diperoleh. Pada penambahan PPY 5 % dan 7,5 % yaitu sampel K2 dan K3, konduktivitas cenderung menurun dibanding untuk sampel K1. Hal ini mungkin disebabkan oleh terbatasnya mobilitas pembawa muatan dan pembentukan pasangan ion netral dan ion aggregates. Pada kandungan PPY lebih besar yaitu 10 dan 15 % distribusi partikel mungkin menyebar lebih merata, membentuk jaringan LiFePO4/C dalam jumlah yang lebih banyak sehingga konduktivitasnya kemudian meningkat. Konduktivitas tertinggi  $9,74 \times 10^{-2} \text{ S cm}^{-1}$  yang diperlihatkan oleh katoda berbasis LiFePO4 dengan konsentrasi PPY 15 % berat. Konduktivitas LiFePO4 sebelum ditambahkan PPY adalah  $4 \times 10^{-4} \text{ S cm}^{-1}$  [19] meningkat menjadi  $9,74 \times 10^{-2} \text{ S cm}^{-1}$ , atau terjadi peningkatan 243,5 kalinya.



Gambar 4. Grafik konduktivitas listrik LiFePO<sub>4</sub>/C untuk sampel K1,K2,K3,K4 dan K5 sebagai fungsi frekuensi.

Tabel 1. Nilai konduktivitas listrik dari sampel LiFePO<sub>4</sub>/C

Nama Sampel	Kandungan Polimer (%)	Nilai $\sigma$ tertinggi ( $\text{Scm}^{-1}$ )
<b>K1</b>	PPy 2,5	$5,5 \text{ E-2}$
<b>K2</b>	PPy 5	$3,2 \text{ E-2}$
<b>K3</b>	PPy 7,5	$2,8 \text{ E-2}$
<b>K4</b>	PPy 10	$9,4 \text{ E-2}$
<b>K5</b>	PPy 15	$9,74 \text{ E-2}$

## KESIMPULAN

Tidak ada perbedaan nyata pola difraksi untuk sampel-sampel K1, K2, K3, K4 dan K5 menggunakan alat XRD. Pola difraksi menunjukkan bahwa LiFePO<sub>4</sub> mendominasi ditunjukkan puncak-puncak utama ditandai oleh puncak difraksi pada 3 sudut  $2\theta$  terkuat =  $20,73^\circ$ ,  $24,33^\circ$  dan  $33,7^\circ$ . Sifat polipirol dalam sistem dapat dianggap tidak hanya sebagai pembentuk struktur, tetapi juga sebagai sumber karbon. Tapi puncak yang sesuai dengan karbon tidak terlihat, karena strukturnya amorf.

Morfologi permukaan komposit LiFePO<sub>4</sub>/C yang diamati dengan menggunakan SEM menunjukkan partikel LiFePO<sub>4</sub>/C dengan distribusi ukuran yang bervariasi (1-5  $\mu\text{m}$ ). Investigasi rinci partikel terdiri dari partikel primer berdiameter kurang dari 5  $\mu\text{m}$ , dan pori homogen diamati di permukaan.

Cole-Cole plot untuk bahan komposit LiFePO<sub>4</sub>/C berbentuk garis lurus pada rentang frekuensi rendah di keadaan awal dan setengah lingkaran dalam rentang frekuensi menengah dan tinggi. Ditemukan bahwa garis linier muncul pada frekuensi rendah, mengungkapkan bahwa film pasivator stabil. Jari-jari setengah lingkaran muncul di rentang frekuensi menengah sampai tinggi dengan tegangan meningkat, mengungkapkan bahwa terjadi penurunan resistensi transfer. Penambahan PPy tidak serta

merta meningkatkan konduktivitas bahan yang diperoleh. Pada penambahan PPY 5 % dan 7,5 % yaitu sampel K2 dan K3, konduktivitas cenderung menurun dibanding untuk sampel K1. Hal ini mungkin disebabkan oleh terbatasnya mobilitas pembawa muatan dan pembentukan pasangan ion netral dan ion aggregates. Pada kandungan PPY lebih besar yaitu 10 dan 15 % distribusi partikel mungkin menyebar lebih merata, membentuk jaringan LiFePO<sub>4</sub>/C dalam jumlah yang lebih banyak sehingga konduktivitasnya kemudian meningkat.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Diucapkan terima kasih kepada Dr. Abu Khalid Rivai, sebagai Ka BSBM PSTBM BATAN, dan Dr. Sudaryanto sebagai Pj. Litbang Baterai di BSBM yang mendukung penelitian dan penulisan karya tulis ilmiah ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] F. Teng *et al.*, "Self-assembly of LiFePO<sub>4</sub> nanodendrites in a novel system of ethylene glycolwater," *J. Cryst. Growth*, vol. 312, no. 23, pp. 3493–3502, 2010.
- [2] W. Liu *et al.*, "Ionic Conductivity Enhancement of Polymer Electrolytes with Ceramic Nanowire Fillers," 2015.
- [3] D. Howell, J. Barnes, G. Henriksen, V. Srinivasan, J. Deppe, and B. J. Kumar, "Current Status of D . O . E . -funded R & D on Energy Storage for Automotive Applications," in *EVS24 International Nattery, Hybrid and Fuel Cell Electric Vehicle Symposium*, 2009, pp. 1–12.
- [4] N. Hua, C.-Y. Wang, X.-Y. Kang, E.-D. Tu, and Y. Han, "Synthesis and Electrochemical Characterizations of Zinc-doped LiFePO<sub>4</sub>/C by Carbothermal Reduction," *J. Inorg. Mater.*, vol. 25, no. 8, pp. 887–892, 2010.
- [5] K. Kanamura, H. Munakata, and Y. Namiki, "Phosphate materials for rechargeable battery applications," *Phosphorus Research Bull.*, vol. 28, pp. 30–36, 2013.
- [6] B. Sadeghi, "Surface modification of LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> for lithium batteries by nanostructured LiFePO<sub>4</sub> phosphate," *J. Nanomater.*, pp. 1–12, 2012.
- [7] W. Honggowiranto, A. K. Jahja, and E. Kartini, "Synthesis and Characterization of LiMnO<sub>2</sub> Nanoparticles," in *Proceedings of The International Conference on Materials Science and Technology ICMST 2014*, 2014, pp. 497–504.
- [8] H.-G. Deng, S.-L. Jin, X. He, L. Zhan, W.-M. Qiao, and L.-C. Ling, "LiFePO<sub>4</sub>/C Nanocomposites Synthesized from Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by a Hydrothermal Reaction-calcination Process and Their Electrochemical Performance," *J. Inorg. Mater.*, vol. 27, no. 9, pp. 997–1002, 2012.
- [9] B. Sadeghi, R. Sarraf-Mamoory, and H. R. Shahverdi, "The effect of LiFePO<sub>4</sub> coating on electrochemical performance of LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> cathode material," *Iran. J. Chem. Chem. Eng.*, vol. 31, no. 4, pp. 29–34, 2012.
- [10] Y. Hu, J. Yao, Z. Zhao, M. Zhu, Y. Li, and H. Jin, "ZnO-doped LiFePO<sub>4</sub> cathode material for lithium-ion battery fabricated by hydrothermal method," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 141, no. 2–3, pp. 835–841, 2013.
- [11] J. Hu *et al.*, "Doping Effects on Electronic Conductivity and Electrochemical Performance of LiFePO<sub>4</sub>," *J. Mater. Sci. Tech.*, vol. 25, no. 3, p. 405, 2009.
- [12] R. Zhang, Y. Chen, and R. Montazami, "Ionic Liquid-Doped Gel Polymer Electrolyte for Flexible Lithium-Ion Polymer Batteries," pp. 2735–2748, 2015.
- [13] P. Rosaiah and O. M. Hussain, "Synthesis , electrical and dielectrical properties of lithium iron oxide," *Adv. Mater. Lett.*, vol. 4, no. 4, pp. 288–295, 2013.
- [14] S. C. Zhang, G. R. Liu, X. Wei, and X. X. Lu, "Surfactant Assisted Synthesis of LiFePO<sub>4</sub> Nanostructures via Hydrothermal Processing," in *Proceedings of International Conference Nanomaterials: Application and Properties*, 2013, vol. 2, no. 2, pp. 28–31.
- [15] M. Mazman *et al.*, "Optimization of LiFePO<sub>4</sub> synthesis by hydrothermal method," *Turkish J. Chem.*, vol. 38, no. 2, pp. 297–308, 2014.
- [16] M. Torabi, A. T. Neyshabouri, B. Soltanmohammad, S. H. Razavi, and M. K. Rad, "Effect of Milling on the Electrochemical Properties of Nanostructured Li ( Fe<sub>0.8</sub>Mn<sub>0.2</sub> ) PO<sub>4</sub> as

- Cathodes for Li - ion Batteries,” vol. 42, pp. 39–42, 2017.
- [17] S. X. Guo, Z.P. Liu, H. Bewlay, S. Liu, H.K. Dou, “A New Synthetic Route for Preparing LiFePO<sub>4</sub> with Enhanced Electrochemical Performance,” *J.of New Mater. Electrochem. Syst.*, vol. 6, pp. 259–262, 2003.
- [18] I. Gunawan and Sudaryanto, “Pembuatan Komposit LiFePO<sub>4</sub>/C/PAA sebagai Bahan Katoda Baterai Polimer Biodegradabel berbasis Lithium,” in *Prosiding Seminar Nasional Material Metalurgi 2011*, 2011, pp. 385–392.
- [19] I. Gunawan, “Pengaruh Penambahan Polilaktat pada Kinerja Bahan Katoda LiFePO<sub>4</sub>/C,” in *Prosiding Pertemuan Ilmiah Iptek Bahan 2012*, 2012, pp. 119–123.
- [20] I. Gunawan and W. Honggowiranto, “Synthesis and Characterization of LiFePO<sub>4</sub>/C Composite by Hydrothermal Method,” *Macromol. Symp.*, vol. 353, pp. 225–230, 2015.
- [21] I. Gunawan, B. Sugeng, Deswita, Wagiyo, and J. Ginting, “Sintesis dan Karakterisasi Bahan Katoda LiFePO<sub>4</sub> dengan Menggunakan Metode Solid State Reaction,” in *Jaringan Kerjasama Kimia Indonesia*, 2016.
- [22] N. Shukla, A. K. Thakur, A. Shukla, and D. T. Marx, “Ion conduction mechanism in solid polymer electrolyte: An applicability of almond-west formalism,” *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 9, no. 12, pp. 7644–7659, 2014.

## EFEKTIVITAS PROCESSING OIL PADA SIFAT FISIKA KOMPON KARET UNTUK CUSHION GUM KARET-KARET PADA BAN

D.A. Fitriani<sup>1</sup>, D.K. Arti<sup>1</sup>, R. Fidyaningsih<sup>1</sup>, D.A. Saputra<sup>1</sup>, S. Septiva<sup>1</sup>, Jayatin<sup>2</sup>

<sup>1)</sup> Pusat Teknologi Material BPPT,  
Gedung 224, Kawasan Puspitek, Tangerang Selatan 15314

<sup>2</sup>Balai Teknologi Polimer BPPT,  
Gedung 460, Kawasan Puspitek, Tangerang Selatan 15314  
E-mail: diahaf1787@gmail.com

### Abstrak

**EFEKTIVITAS PROCESSING OIL PADA SIFAT FISIKA KOMPON KARET UNTUK CUSHION GUM KARET-KARET PADA BAN.** *Processing oil* digunakan dalam industri kompon karet untuk mengurangi viskositas campuran karet dengan *filler* dan bahan aditif lainnya dengan maksud untuk mempermudah proses mastikasi. Fungsi lain dari *processing oil* adalah untuk meningkatkan dispersi dari *filler* dalam campuran dan untuk meningkatkan kualitas dari kompon karet yang dihasilkan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui efektivitas *processing oil* dalam hal ini *adalah paraffinic oil* dan *minarex* pada sifat fisika kompon karet *cushion gum* untuk merekatkan material karet dengan karet pada ban. Kompon karet pada penelitian ini dibuat dengan menggunakan karet *Ribbed Smoke Sheet -1* (RSS-1) 100 phr (*part per hundred rubber*), dengan rasio variasi *Processing oil paraffinic oil/ minarex* adalah 10/0; 7,5/2,5 ; 5,0/5,0 ; 2,5/7,5 dan 0/10 phr. Hasil penelitian menunjukkan dengan penambahan *minarex* yang semakin banyak bisa meningkatkan viskositas kompon karet, meningkatkan kuat sobek, menurunkan nilai kuat pantul dan nilai kuat rekat, dan memberikan perbedaan nilai kekerasan yang tidak signifikan. Sedangkan untuk sifat fisika yang lainnya seperti ketahanan kikis, kuat tarik, dan kompresi memberikan nilai yang bervariasi.

**Kata kunci:** *processing oil, paraffinic oil, minarex, sifat fisika*

### Abstract

**EFFECTIVENESS OF PROCESSING OIL ON THE PHYSICAL PROPERTIES OF RUBBER COMPOUND FOR CUSHION GUM RUBBER TO RUBBER ON TIRES.** *Processing oil* is used in rubber compound industry to reduce the viscosity of rubber with filler and other additives in order to accelerate the mastication process. Another function of processing oil is to increase the dispersion of the filler in the rubber compound and to improve the quality of the resulting rubber compound. The purpose of this research is to know the effectiveness of processing oil in this case is paraffinic oil and minarex on physics of cushion gum rubber compound to gluing rubber material with rubber on tire. Rubber compound in this research was made with Rubbed Smoke Sheet -1 (RSS-1) 100 phr (*part per hundred rubber*) rubber, with a variation ratio Processing oil (paraffinic oil / minarex) of 10/0; 7.5 / 2.5; 5.0 / 5.0; 2.5 / 7.5 and 0/10 phr. The results showed that the addition of minarex increasingly increased the viscosity of the rubber compound, increased the strength of the tear, decreased the strong reflected value and adhesive strength, and gave insignificant value of hardness. As for other physical properties such as abrasion resistance, tensile strength, and compression provide varying values.

**Keywords:** *processing oil, paraffinic oil, minarex, physical properties*

## PENDAHULUAN

Ban vulkanisir sudah ada sejak lama dan memberikan peluang jalan yang ekonomis untuk penggunaan ban casing setelah tapak asli sudah habis. Pada metode vulkanisir konvensional, yang biasa disebut sebagai proses vulkanisir dingin (cold process retreading), tapak ban yang tersisa dilepas dengan menggunakan mesin buf. Pelepasan tapak lama dari casing ban dilakukan sehingga permukaan ban menjadi halus sebelum diaplikan cushion gum sebagai material perekat antara ban lama dengan tapak ban baru [1].

Penentuan formula kompon karet, pencampuran material yang homogen, pembuatan profil tapak ban, proses *calendering*, dan pembuatan lembaran *cushion gum* merupakan langkah-langkah dalam proses vulkanisir ban [2]. *Cushion Gum* adalah karet dalam bentuk lembaran tipis yang digunakan dalam proses vulkanisir ban baik hot atau cold process. Dalam penelitian ini digunakan karet jenis karet alam untuk pembuatan kompon *cushion gum*. Karet alam memiliki karakteristik yang unik, yang biasa digunakan untuk produksi ban truk atau ban pesawat. Karet alam memberikan nilai tensile strength, tear strength, flexing and fatigue resistance, dan elastic properties yang baik [3].

Komponen utama dalam pembuatan kompon karet adalah karet, filler, processing oils, dan beberapa additives. Penggabungan beberapa PA (Process Aid: misalnya, minyak process oil, plasticizers, resins, waxes, tackifying, dll) bisa meningkatkan perilaku pemrosesan, termasuk proses penggilingan atau pencampuran dan proses ekstrusi pada pembuatan kompon karet alam maupun sintetis [2].

Anida Petchaew (2015) telah mempelajari tentang pengaruh jumlah dan jenis oil pada persebaran karbon black pada kompon yang bisa mempengaruhi karakteristik material. Jenis oil yang digunakan adalah Distillate Aromatic Extract (DAE) oil, Treated Distillate Aromatic Extract (TDAE) oil, dan Mildly Extracted Solvate (MES) oil. Sifat karakteristik material yang dihasilkan sangat dipengaruhi oleh jumlah oil, namun jenis oil tidak berpengaruh [4]. Sudrajat Iskandar (2004) juga telah meneliti tentang pengaruh minyak minarex B terhadap sifat mekanik campuran LDPE-Karet alam vulkanisasi untuk sol sepatu. Dari hasil penelitian yang diperoleh, penambahan minyak minarex B cenderung dapat menurunkan sifat tegangan putus, perpanjangan putus, ketahanan sobek dan perpanjangan tetap campuran LDPE-karet alam vulkanisasi [5].

Pada penelitian ini menggunakan variasi processing oil yaitu *paraffinic oil* dan *minarex*. *Minarex* dihasilkan oleh Kilang minyak PT PERTAMINA (PERSERO) Unit Pengolahan IV Cilacap. *Minarex* digunakan untuk memenuhi kebutuhan proccesing oil pada industri barang karet, ban dan tinta cetak. *Minarex* sebagai *processing aid* sangat penting perannya dalam pembuatan komponen karet pada industri ban dan industri barang karet, yaitu memperbaiki proses pelunakan dan pemekaran karet dan menurunkan kekentalan komponen karet.

## METODE PERCOBAAN

### Bahan dan Alat

Pada penelitian ini jenis karet yang digunakan adalah karet alam jenis Ribbed Smoked Sheet (RSS 1) yang berasal dari supplier lokal di Indonesia. Sebagai filler digunakan Carbon Black N 330 yang dibeli dari supplier Cabot. Sedangkan sebagai processing oil digunakan *Paraffinic oil* dan *Minarex* dari Pertamina.

Tabel 1. Formula Kompon dalam phr

Jenis Bahan	Nama Bahan	Formula (phr)				
		FRR 1	FRR 2	FRR 3	FRR 4	FRR 5
Polimer	RSS-1	100	100	100	100	100
Homogenizer	Aktiplast 8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
	ZnO					
Activator	Asam Stearat	9	9	9	9	9
	Rhenogram					
Filler	Carbon Black N330	45	45	45	45	45
	Silika	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
Antioksidan	TMQ	5	5	5	5	5

Tackifier	Resolcinol	3	3	3	3	3
	Silane	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Curatives	Sulfur	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Accelerator	CBS	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7
Processing oil	Paraffinic oil	10	7.5	5	2.5	0
	Minarex	0	2.5	5	7.5	10

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini dibagi menjadi 2 yaitu perlatan proses dan peralatan untuk karakterisasi. Peralatan proses terdiri dari Kneader Moriyama DS3-10MWB-E digunakan untuk membuat kompon karet, dan Open Mill digunakan untuk membuat kompon karet menjadi lembaran. Untuk karakterisasi digunakan perlatan antara lain: Durometer Mitutoyo tipe A untuk mengukur kekerasan (*hardness*) kompon karet, Compression and Deformation Tester Gotech model 1GT-7049 untuk mengukur kompresi (*compression*), DIN Abrasion Tester tipe AT150 dengan serial number 1310008 untuk mengukur ketahanan kikis (*abrasion*), Universal Testing Machine Gotech Al 700S untuk mengukur kuat tarik (*tensile strength*), kuat sobek (*tear strength*), dan ketahanan rekat (*peel test*).

## Metode

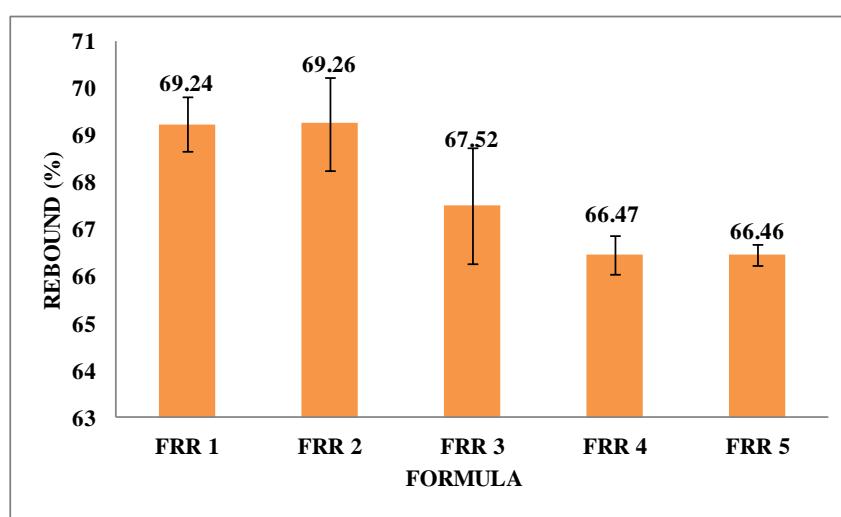
Proses pencampuran pada penelitian ini dibagi menjadi 2 tahap. Pada tahap pertama dimulai dengan mencampurkan karet dengan homogenizer pada temperature 100°C dan kecepatan 60 rpm. Proses pencampuran berlangsung selama 5 menit, kemudian ditambahkan dengan setengah bagian dari oil dan dicampur selama 5 menit. Setelah itu ditambahkan accelerator, tackifier, activator, anti oxidant, dan sisa oil dicampur selama 5 menit pada temperature 80°C dengan kecepatan 32 rpm. Kompon karet yang dihasilkan kemudian dimasukkan ke dalam open mill pada temperature 70°C sebanyak 5 kali dan dihasilkan masterbatch. Masterbatch disimpan dalam temperature ruangan selama 24 jam. Setelah itu pada tahap kedua, masterbatch bersama curative dicampur dalam kneader pada temperature 70°C dengan kecepatan 32 rpm selama 2 menit. Dari kneader, kompon karet yang dihasilkan dimasukkan ke dalam *open mill* pada temperature 70°C sebanyak 5 kali sehingga diperoleh lembaran kompon karet untuk cushion gum.

Pengujian sifat fisika yang dilakukan meliputi pengujian kepegasan pantul (*rebound resilience*) yang mengikuti standar ASTM D2632, pengujian kekerasan (*hardness*) mengikuti standar ASTM D2240, pengujian abrasi mengikuti standar ISO 4649:2002, pengujian kompresi (*compression test*) mengikuti standar ASTM D395, dan pengujian kuat tarik (*tensile strength*), pengujian kuat sobek (*tear strength*), pengujian kuat rekat (*peel test*) mengikuti ASTM D412.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Kepegasan Pantul (*Rebound Resilience*)

Uji ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan karet dalam menyerap energy mekanik selama benturan. Uji dilakukan dengan cara menjatuhkan pendulum logam terhadap spesimen kompon karet sehingga nantinya kepegasan pantul diukur berdasarkan tinggi penjatuhannya berbanding dengan tinggi pantulan dari pemantul. Kepegasan pantul menunjukkan modulus dinamik dan gesekan internal di dalam karet. Gaya pada bandul pemantul akan memberikan tekanan terhadap kompon sehingga nantinya akan terjadi pantulan balik yang dapat menentukan keelastisitasan dari kompon tersebut. Temperature dan permukaan benda uji memiliki pengaruh terhadap nilai elastisitas [6]. Kepegasan pantul akan meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur. Semakin meningkatnya temperatur, jeda waktu yang dibutuhkan untuk memberikan respon pantulan balik akan semakin cepat karena energy vibrasi dari atom-atom meningkat. Elastomer yang berada pada tingkat stress yang dinamik memiliki heat build-up yang akan meningkatkan kepegasan pantul dari elastomer dan menghasilkan laju heat build-up yang rendah. Berikut adalah hasil uji kepegasan pantul kompon karet.

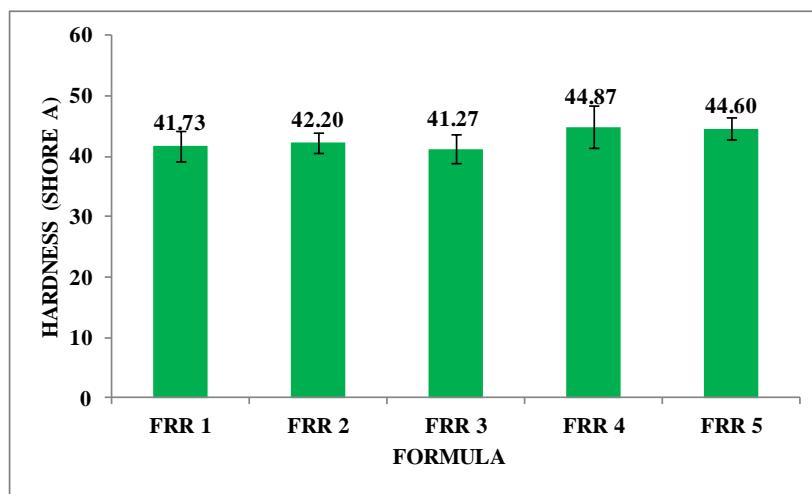


Gambar 1. Hasil Uji Rebound Resilience pada Kompon Cushion Gum

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, pengurangan jumlah *paraffinic oil* dan penambahan jumlah *minarex* pada kompon bisa menurunkan nilai kepegasan pantul. Dengan kata lain, penambahan jumlah minarex pada formula kompon dapat meningkatkan laju heat build-up.

### Kekerasan (*Hardness*)

Kekerasan (*hardness*) dapat didefinisikan sebagai ketahanan material terhadap lekukan permanen. Alat yang digunakan adalah durometer yang memiliki rentang nilai 10-90 Shore A. Penambahan minarex diharapkan tidak memberikan efek yang signifikan dalam nilai kekerasan karet. Dalam penelitian ini, penambahan *minarex* dan pengurangan jumlah *paraffinic oil* memberikan nilai kekerasan kompon karet yang tidak berbeda secara signifikan. Namun pada formula FRR 4 yaitu pada penambahan paraffinic oil/minarex sebesar 2,5/7,5 phr, kekerasannya menunjukkan nilai yang paling tinggi diantara yang lain.

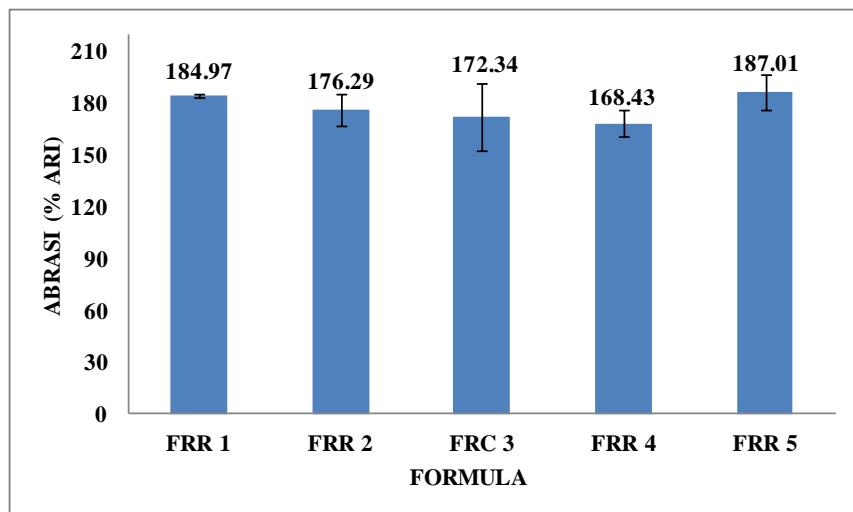


Gambar 2. Hasil Uji Kekerasan pada Kompon Cushion Gum

### Abrasi (*Abrasion*)

Ketahanan abrasi merupakan kemampuan suatu bahan untuk menahan aksi mekanis seperti gesekan atau erosi yang cenderung semakin banyak untuk menghilangkan material dari permukaannya. Resistansi abrasi dinyatakan sebagai kehilangan volume dalam milimeter kubik atau abrasi indeks resistensi dalam persen. Untuk kehilangan volume, jumlah yang lebih kecil menunjukkan abrasi yang

lebih baik resistensi, sedangkan untuk indeks ketahanan abrasi (*Abrasion Resistance Index/ARI*), angka yang lebih kecil menunjukkan angka yang lebih rendah ketahanan abrasi [7]. Semakin baik sifat abrasi dari suatu karet maka semakin sedikit karet yang terkikis karena kemampuan mempertahankan formasi rantai polimernya yang baik. Data hasil uji kompon karet *cushion gum* pada penelitian ini dapat dilihat pada gambar 3.

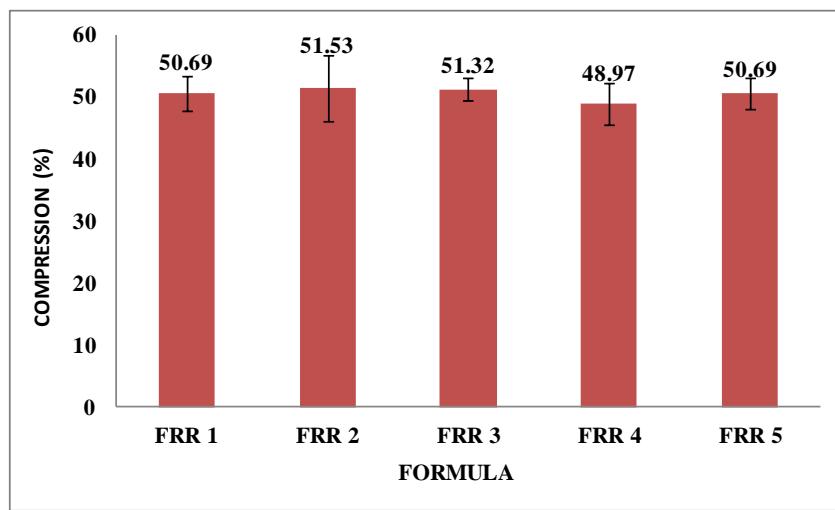


Gambar 3. Hasil Uji Abrasi pada Kompon Cushion Gum

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dengan penambahan minarex menunjukkan hasil ketahanan abrasi yang bervariasi. Nilai ketahanan kikis yang paling besar adalah pada penambahan *paraffinic oil/minarex* sebanyak 0/10 phr dengan ditunjukkan nilai %ARI yang paling besar. Semakin besar nilai ARI, maka semakin sulit karet tersebut untuk terkikis dan begitu pula sebaliknya.

### Kompresi (*Compression*)

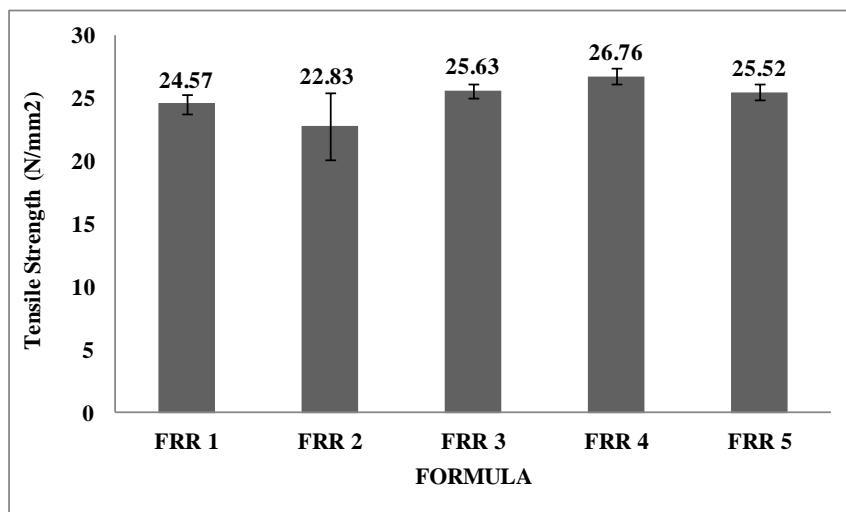
Pada uji kompresi, kompon karet diberikan tekanan selama beberapa jam dengan temperatur naik secara bertahap kemudian tetap sehingga akan diperoleh persen kompresi defleksi dari kompon karet tersebut. Pada penelitian ini, hasil uji kompresi pada 5 formula memberikan hasil yang bervariasi namun tidak berbeda secara signifikan. Nilai kompresi yang optimum dihasilkan pada formula dengan penambahan *paraffinic oil/minarex* 7,5/2,5 phr yaitu 51,53%. Nilai persen kompresi yang tinggi menunjukkan elastisitas kompon karet yang tinggi.



Gambar 4. Hasil Uji Kompresi pada Kompon Cushion Gum

### Kuat Tarik (*Tensile Strength*)

Kekuatan tarik (*tensile strength*) adalah tegangan maksimum yang bisa ditahan oleh sebuah bahan ketika direngangkan atau ditarik, sebelum bahan tersebut patah.

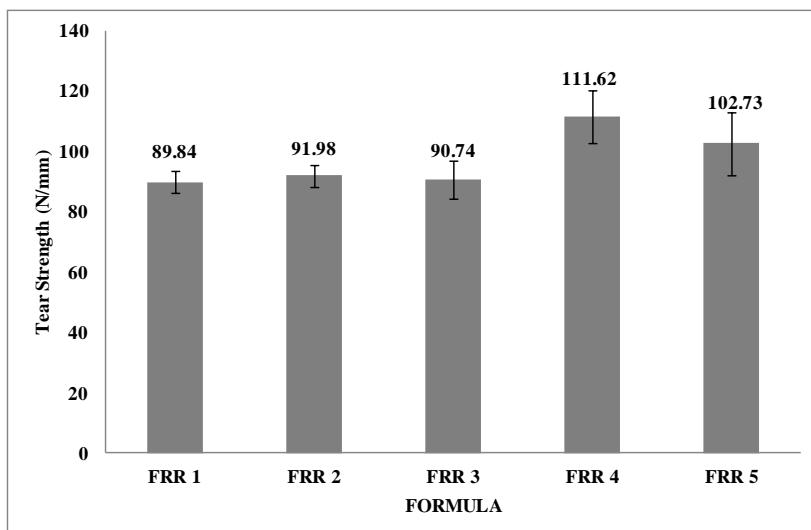


Gambar 5. Hasil Uji Tensile Strength pada Kompon Cushion Gum

Karakteristik *tensile strength* kompon *cushion gum* diperlihatkan pada gambar 5. Dari gambar tersebut terlihat bahwa penambahan paraffinic oil/minarex memberikan nilai *tensile strength* yang bervariasi dengan rentang nilai  $22,83 - 26,76 \text{ N/mm}^2$ . Nilai optimum diperoleh pada kompon FRR4 yaitu kompon dengan penambahan paraffinic oil/minarex sebanyak 2,5/7,5 phr. Sedangkan pada penambahan *paraffinic oil/minarex* 7,5/2,5 phr nilai *tensile strength* menurun hingga  $22,83 \text{ N/mm}^2$ . Hal ini kemungkinan disebabkan karena penambahan paraffinic oil yang lebih banyak dibandingkan minarex akan menutupi sebagian bahan pengisi aditif yang tercampur, sehingga interaksi antara bahan aditif atau bahan pengisi dengan karet alam berkurang. Sehingga sifat mekanik karet akan menurun.

### Kuat Sobek (*Tear Strength*)

Uji tear strength dilakukan untuk mengetahui ukuran seberapa kuat material untuk menahan efek dari sobekan yang diukur dalam satuan N/mm. Hasil uji tear strength dari penelitian ini dapat dilihat pada grafik berikut.

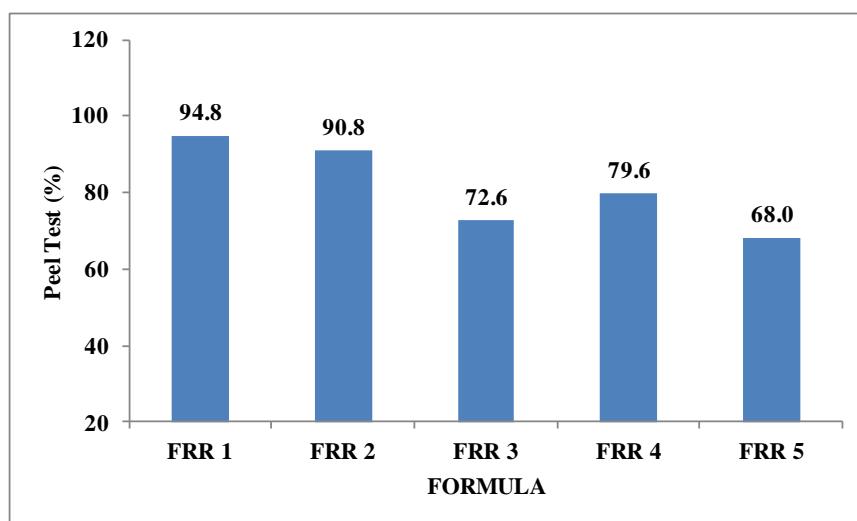


Gambar 6. Hasil Uji Tear Strength pada Kompon Cushion Gum

Dari hasil penelitian, nilai *tear strength* yang diperoleh dari lima variasi kompon memberikan nilai yang bervariasi dengan rentang nilai 89,84 – 111,62 N/mm. Nilai optimum diperoleh pada kompon dengan penambahan *paraffinic oil/minarex* sebanyak 2,5/7,5 phr.

### Kuat Rekat (*Peel Test*)

Uji kuat rekat atau *peel test* dilakukan untuk mengetahui kuat rekat cushion gum dalam merekatkan karet dan karet. Hasil pengujian dinyatakan dalam % panjang karet yang masih terekat dibandingkan dengan panjang awal setelah dilakukan penarikan dengan gaya tertentu.



Gambar 7. Hasil Uji Peel Test pada Kompon Cushion Gum

Pada gambar 7 menunjukkan bahwa dengan penambahan *minarex* yang semakin banyak, kuat rekat *cushion gum* dalam merekatkan karet dengan karet cenderung menurun.

### KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan dengan penambahan *minarex* yang semakin banyak bisa meningkatkan kuat sobek (*tear strength*), menurunkan nilai kuat pantul (*rebound resilience*) dan nilai kuat rekat (*peel test*), dan memberikan perbedaan nilai kekerasan (*hardness*) yang tidak signifikan. Sedangkan untuk sifat fisika yang lainnya seperti ketahanan kikis (*abrasion*), kuat tarik (*tensile strength*), dan kompresi (*compression*) memberikan nilai yang bervariasi.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Teknologi Material Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi atas dana penelitian serta beasiswa Riset-Pro Non Degree yang telah membiayai pelatihan di University of Akron terkait penelitian ini.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Bender et al. "Retreaded Tires and Method for Making the Same Without Spray Cement". United States Patent No. US6,368,439 B1. Apr.9, 2002.
- [2] Bireswar Banerjee. "Processability, Characterisation and Properties of Tyre Retread Compounding Ingredients". In : Bireswar Banerjee. Tyre Retreading, Shawbury: Smithers Rapra Technology Ltd. 2016.
- [3] N.M. Mathew. "Natural Rubber". In : S.K. De and J.R. White. Rubber Technologist's Handbook. Shropshire : Rapra Technology Limited. 2001.
- [4] A. Petchkaew et al. "Petroleum-based Safe Process Oils in NR and NR/SBR Blends: Part III. Effects of Oil Types and Contents on the Properties of Carbon Black Filled Compound". Kautschuk Gummi Kunststoffe, vol. 9, pp 20-29. 2015.

- [5] Sudrajat Iskandar dan Isni Marliyanti. "Pengaruh Minyak Minarex B dan Radiasi Sinar Gamma Terhadap Sifat Mekanik Campuran LDPE-Karet Alam Vulkanisat untuk Sol Sepatu". Risalah Seminar Ilmiah dan Pengembangan Aplikasi Isotop dan Radiasi. 2004
- [6] Matador Rubber s.r.o. "Test Methods Of rubber Materials and Products". pp 95. 2007.
- [7] Marcin Adamiak. "Abrasion Resistance of Material". In : Wanvimon Arayapranee. Part 8 Rubber Abrasion Resistance: InTech. Croatia, pp 147, 158. 2012.

# Perbandingan Pengaruh Jenis Filler terhadap Sifat Fisika Kompon Karet Untuk Cushion Gum Karet-karet dan Karet-Canvas

**A. Rohmah<sup>1</sup>, A. Amry<sup>1</sup>, E. Kalembang<sup>1</sup>, H. Susanto<sup>1</sup>, N.A. Lestari<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Pusat Teknologi Material – BPPT, Serpong  
Gedung 224, Kawasan Puspiptek – Tangerang Selatan

E-mail : amil.atin13@gmail.com

## ABSTRAK

Perbandingan Pengaruh Jenis Filler terhadap Sifat Fisika Kompon Karet Untuk Cushion Gum Karet-karet dan Karet-Canvas. *Filler* sering ditambahkan pada pembuatan kompon karet dengan tujuan untuk meningkatkan sifat mekanis pada karet. Pada penelitian ini menggunakan variasi penambahan *filler* pada kompon karet untuk cushion gum karet-karet dan karet-canvas, sehingga dapat diketahui perbandingan jenis *filler* terhadap sifat mekanis. Pada formulasi kompon karet untuk cushion gum karet-karet variasi *filler* yang digunakan adalah *carbon black* N220, N330 dan N660 masing – masing sebesar 35phr, sedangkan untuk cushion gum karet-canvas variasi *filler* yang digunakan adalah *carbon black* dan silika, dimana silika yang digunakan untuk masing-masing formulasi adalah 2.5phr dan *carbon black* yang digunakan adalah N220, N330 dan N660 masing – masing sebesar 47.5phr. Untuk mengetahui sifat mekanis dari kompon karet dilakukan pengujian kekerasan, pengujian kuat tarik, dan pengujian ketahanan sobek serta uji daya rekat. Dari pengujian sifat mekanis yang telah dilakukan didapatkan bahwa pada kompon karet untuk cushion gum karet-karet yang memiliki sifat mekanis yang paling bagus dari ketiga variasi *filler* diatas adalah pada saat menggunakan *carbon black* N220, sedangkan kompon karet untuk cushion gum karet-canvas yang memiliki sifat mekanis yang paling bagus adalah pada saat menggunakan *carbon black* N220 dengan penambahan silika

**Kata kunci:** *filler, carbon black, silica, sifat fisika*

## ABSTRACT

*Comparison Of The Influence Filler Type On The Physical Properties of Rubber Compound to Rubber-Rubber and Rubber-Canvas Cushion Gum. Filler is often added to the manufacture of rubber compounds in order to improve the mechanical properties of the rubber. In this study using variations of filler addition on rubber compound for cushion gum rubber and rubber canvas, so can know the comparison of type of filler to mechanical properties. In the formulation of rubber compound for cushion gum rubber filler variations used are carbon black N220, N330 and N660 respectively - each for 35phr, while for cushion gum rubber-canvas filler variations used are carbon black and silica, where silica is used for each formulation is 2.5phr and the carbon black used is N220, N330 and N660 respectively - 47.5phr each. To know the mechanical properties of rubber compound, hardness testing, tensile strength test, and tear resistance test and adhesive test are performed. From the test of the mechanical properties that have been done, it is found that on the rubber compound for cushion gum rubber that has the best mechanical properties of the above three filler variations is when using carbon black N220, while the rubber compound for cushion gum rubber-canvas which has the properties the best mechanical is when using carbon black*

**Keywords:** *filler, carbon black, silica, phisic properties*

## PENDAHULUAN

Karet digolongkan ke dalam kelompok elastomer untuk penggunaan umum karena mempunyai beberapa keunggulan sifat seperti daya pantul, daya lengket dan elastisitas yang baik serta kemudahan untuk di giling, sehingga karet alam dapat diolah menjadi berbagai barang karet. Karet alam sudah lama digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan berbagai jenis perekat karena memiliki daya lengket yang cukup baik.

Karet alam dan sintetis juga disebut elastomer jarang diterapkan dalam bentuk aslinya. Mereka terlalu lemah untuk memenuhi persyaratan praktis karena kurangnya kekerasan, sifat kekuatan dan ketahanan aus. Senyawa karet mengandung rata – rata kurang dari 5kg bahan kimia tambahan per 100kg karet, sementara pemutaran *filler* biasanya 10-15 kali lebih tinggi. Dari bahan yang digunakan untuk memodifikasi sifat produk karet, pengisi sering memainkan peranan penting. Sebagian besar pengisi karet yang digunakan saat ini menawarkan beberapa pmanfaat fungsional yang berkontribusi pada kemamouan proses atau utilitas produk karet. *Filler* digunakan untuk memperbaiki sifat senyawa karet. Karakteristik yang menentukan sifat yang akan diberikan *filler* ke senyawa karet adalah ukuran partikel, luas permukaan partikel, aktivitas permukaanpartikel dan bentuk partikel. Aktivitas permukaan yang berhubungan dengan kompatibilitas dari *filler* dengan karet tertentu dan kemampuan karet untuk menempel pada *filler*[1].

Dalam proses pengolahan karet *filler* dibagi menjadi 2 yaitu *filler* tidak aktif dan *filler* aktif. *Filler* tidak aktif biasanya hanya menambah kekrasan dan kekauan pada karet yang dihasilkan, tetapi kekuatan dan sifat lainnya menurun. Jenis *filler* tidak aktif adalah kaolin, tanah liat, kalsium karbonat, magnesium karbonat, barium sulfat dan barit. Sedangkan *filler* aktif mampu menambah kekerasan, ketahanan sobek, ketahanan kikisan serta tegangan putus yang tiggi pada produk karet yang dihasilkan. Jenis *filler* aktif adalah *carbon black*, silika, aluminium silikat dan magnesium silikat[2].

*Carbon black* adalah bahan yang telah dikenal lama dan diproduksi sejak zaman dahulu namun hanya ditemukan pembuatan dan penggunaan yang meluas pada abad terakhir ini ketika ditemukan bahwa bila dicampur dengan karet akan meningkatkan sifat mekaniknya[3]. *Carbon black* digunakan sebagai *filler* paling serbaguna untuk karet, dilengkapi dengan silika. *Carbon black* dan silika adalah bahan penguat yang paling umum. Bahan ini memperbaiki sifat seperti kekuatan tarik, kekuatan sobek, kekerasan, kekauan dan kepadatan [4]. Sebagian besar aplikasi, menggunakan *carbon black* dan silika sebagai penguat utama yang meningkatkan kegunaan karet. Bila *carbon black* digabungkan dengan karet maka kekuatan tarik, kekuatan sobek, modulus dan ketahanan abrasi meningkat. Karena alasan ini, *carbon black* telah dieksplorasi secara luas dalam produk rekayasa karet [1]. Secara umum *carbon black* memiliki modulus yang lebih tinggi daripada silika. Namun, silika memberikan kombinasi yang baik yaitu kekuatan sobek ketahanan abrasi, ketahanan aging dan adhesi [5]. Penelitian yang sudah dilakukan sebelumnya tentang penguatan karet alam dengan menggunakan *hybrid filler silica/carbon black* menggunakan *filler* silika dan *carbon black* N330 menyimpulkan bahwa vulcanize yang mengandung 20 dan 30 phr silika dalam *hybrid filler* menunjukkan sifat mekanik lebih baik [6].

*Carbon black* N220 merupakan jenis karbon aktif yang memiliki ketahanan aus dan kekuatan sobek yang tinggi dan modulus yang relatif rendah. *Carbon black* N330 merupakan jenis karbon aktif yang memiliki kekuatan tarik dan ketahanan aus yang bagus. *Carbon black* N660 merupakan karbon medium yang memiliki struktur yang rendah, memiliki *die-swallow* yang tinggi, ketahanan resilien tinggi dan kekerasan yang relatif tinggi. Bisa tergabung dalam jumlah besar, biasanya digunakan untuk kompon *tyre carcass* dan tabung.

Tabel 1. Klasifikasi dan Sifat dari *carbon black* komersial [3]

ASTM Designation	Type Code	Type	Typical N <sub>2</sub> SA m <sup>2</sup> /g	Typical avg, particle, nm
N110	SAF	Supper abrasion furnace	130	11-19
N220	ISAF	Intermediate superabrasion furnace	115	20-25
N330	HAF	High abrasion furnace	79	26-30
N550	FEF	Fast extrusion furnace	41	40-48
N660	GPF	General purpose furnace	35	49-60
N762	SRF	Semi-reimforcing furnace	28	61-100
N990	MT	Medium thermal	9	200-500

## METODOLOGI

### Bahan dan Alat

Pada penelitian ini jenis karet yang digunakan adalah karet alam jenis *Ribbed Smoked Sheet* (RSS 1) yang berasal dari supplier lokal di Indonesia. Sebagai *filler* digunakan *Carbon black* N 220, N 330 dan N 660 yang dibeli dari supplier Cabot.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini dibagi menjadi 2 yaitu peralatan proses dan peralatan untuk karakterisasi. Peralatan proses terdiri dari Kneader Moriyama DS3-10MWB-E digunakan untuk membuat kompon karet, dan Open Mill digunakan untuk membuat kompon karet menjadi lembaran. Untuk karakterisasi digunakan peralatan antara lain: Durometer Mitutoyo tipe A untuk mengukur kekerasan (*hardness*) kompon karet, Compression and Deformation Tester Gotech model 1GT-7049 untuk mengukur kompresi (*compression*), DIN Abrasion Tester tipe AT150 dengan serial number 1310008 untuk mengukur ketahanan kikis (*abrasion*), Universal Testing Machine Gotech Al 700S untuk mengukur kuat tarik (*tensile strength*), kuat sobek (*tear strength*), dan ketahanan rekat (*peel test*).

### Metode

Metode yang dilakukan pada penelitian ini adalah pertama dilakukan mixing bahan *rubber* dan *homogenizer* pada temperatur 100°C dengan kecepatan 60 rpm dengan waktu 5 menit, kemudian ditambahkan *filler* dan  $\frac{1}{2}$  oil (*dimixing* selama 5 menit), kemudian ditambahkan lagi bahan *accelerator*, *tackifier*, *activator*, *antiox* dan  $\frac{1}{2}$  oil dilanjutkan *mixing* kembali pada temperatur 80°C dengan kecepatan 5 rpm selama 5 menit. Semua proses *mixing* diatas dilakukan dengan menggunakan mesin kneader. Setelah proses *mixing* selesai kemudian dilanjutkan *milling* pada temperatur 70°C selama 5 menit sehingga menghasilkan *compound* lembaran (*masterbatch*). *Masterbatch* tersebut disimpan selama 24 jam, baru kemudian ditambahkan *curative* di *mixing* pada temperatur 70°C dengan kecepatan 32 rpm selama 2 menit.

Tabel 2. Formulasi yang digunakan

Jenis Bahan	Nama Bahan	Formula (phr)				
		FRR 1	FRR 2	FRR 3	FRC 1	FRC 2
Polymer	RSS-1	100	100	100	100	100
Homogenizer	Aktiplast 8	0.4	0.4	0.4	0.9	0.9
Activator	ZnO	5	5	5	5	5
	Asam Stearat	1	1	1	2.5	2.5
Filler	Carbon black (N220)	35	0	0	47.5	0
	Carbon black (N330)	0	35	0	0	47.5
	Carbon black (N660)	0	0	35	0	0
	Silika	0	0	0	2.5	2.5
Antiox/oz	TMQ	1	1	1	1.25	1.25
	6PPD	1	1	1	0	0
	Silane	0	0	0	0.5	0.5
Tackifier	Cohedure	2	2	2	0	0
Oil	Paraffinic Oil	5	5	5	5	5
Curatives	Sulfur	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
Acelerator	CBS	2	2	2	0.7	0.7

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan pengujian abrasi, uji kekerasan, uji tarik dan uji sobek. Dimana pengujian dilakukan untuk mengetahui sifat fisik dari kompon yang sudah dibuat.

### Uji Abrasi

Ketahanan abrasi adalah kemampuan material untuk menahan aksi mekanik seoerti menggosok, menggores atau erosi yang cenderung semakin mengeluarkan material dari permukaannya. Bila suatu produk memiliki ketahanan abrasi, ia akan menahan erosi akibat goresan, penggosokan, dan jenis kausan mekanis lainnya [4].

### Uji Kekerasan

Kekerasan (hardness) dari karet merupakan kemampuan karet untuk menahan besarnya gaya yang diberikan terhadap karet untuk tetap mempertahankan bentuknya tanpa mengalami kerusakan susunan strukturnya. Kekerasan dari karet dipengaruhi oleh adanya ikatan silang didalam kompon karet serta jenis dan jumlah dari bahan pengisi/filler yang digunakan. Pengukuran kekerasan didasarkan pada pengukuran kedalaman lonjakan penetrasi dengan dimensi material. Secara teori bahwa ketahanan karet untuk menerima penetrasi bergantung pada deformasi yang kecil pada nilai modulus elastisitas, dimensi dan ukuran sampel yang diuji. Untuk *roller intender* nilai ditunjukkan berbanding lurus dengan beban dan diameter [7]. Metode pengujian kekerasan menggunakan ASTM D2240.

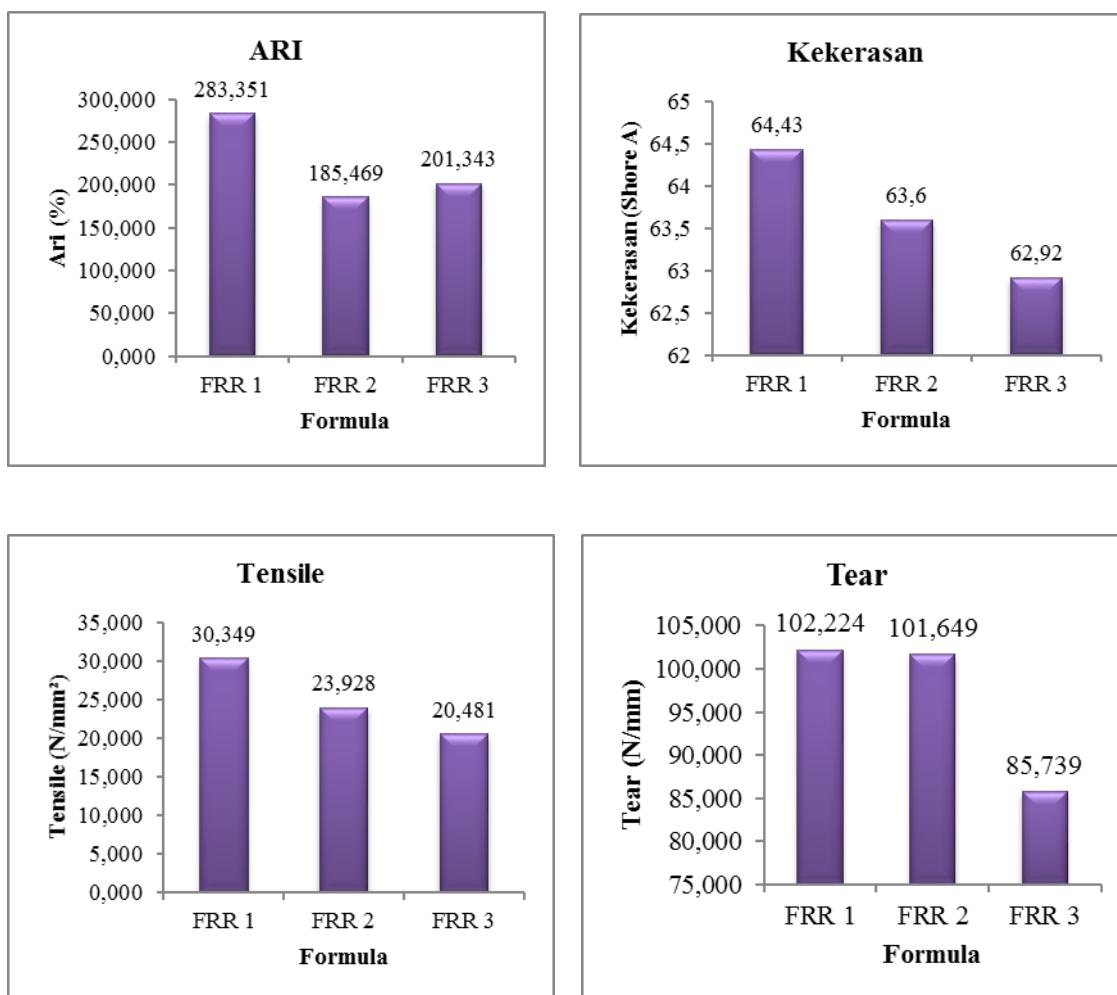
### Uji Tarik

Uji tarik memberikan pandangan tentang sifat bahan karet, selain itu juga digunakan untuk memeriksa kelancaran proses teknologi misalnya kualitas pencampuran karet. Juga digunakan untuk menentukan nilai optimum curing sebelum dilakukan rheometer. Karakteristik dari karet adalah ketergantungan terhadap beban perpanjangan. Garfik yang menunjukkan ketergantungan ini dinamakan kurva uji tarik. Hal ini dimungkinkan untuk menemukan beban maksimum dan perpanjangan pada kurva tetapi juga modulus, dimana sangat sering digunakan sebagai ukuran evaluasi sifat elastis karet [7]. Pengujian tarik yang dilakukan mengikuti metode pada ASTM D412.

### Uji Sobek

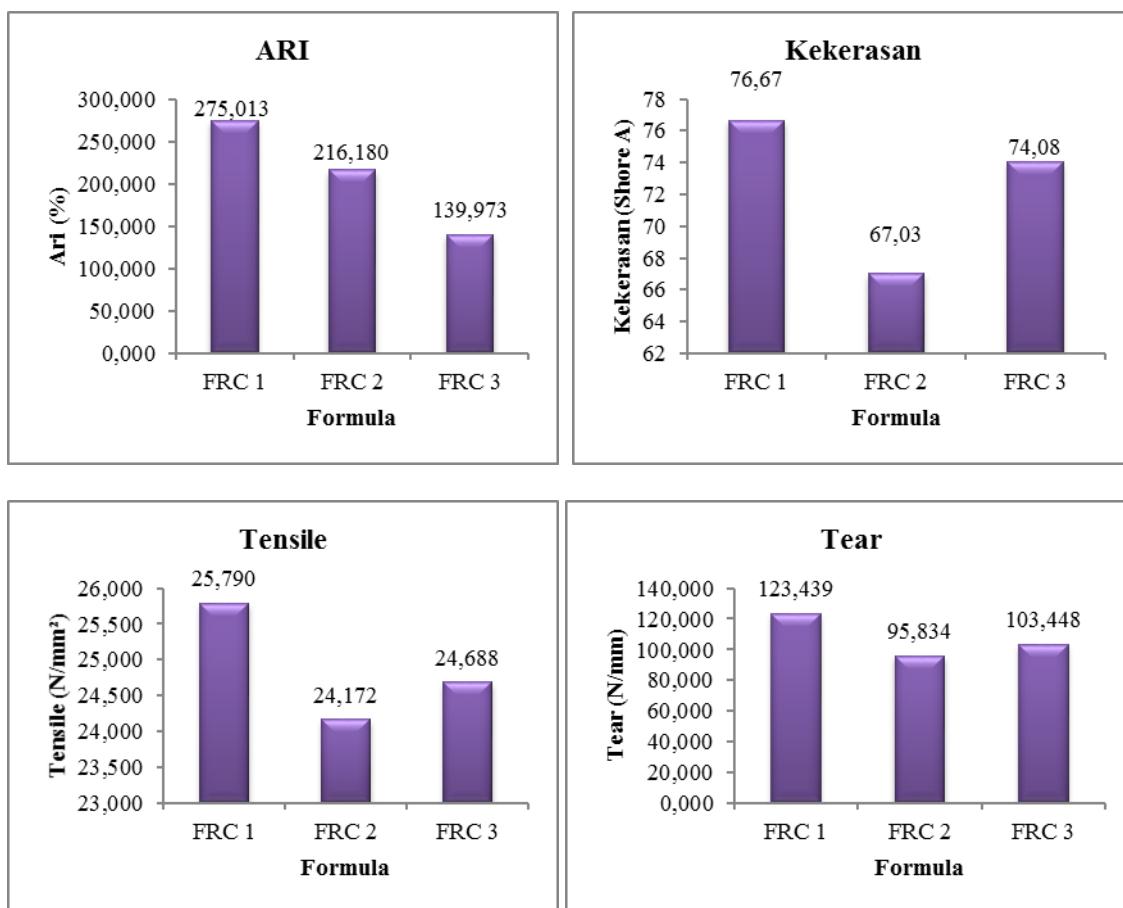
Tear strength adalah ukuran seberapa kuat material untuk menahan efek dari sobekan yang diukur dalam satuan N. Material yang memiliki tear strength rendah biasanya akan memiliki ketahanan abrasi yang buruk.

Dari hasil pengujian yang sudah dilakukan dapat dilihat pada gambar 1 dan gambar 2. Gambar 1 menunjukkan hasil pengujian untuk formula rubber rubber sedangkan pada gambar 2 menunjukkan untuk formula rubber canvas.



Gambar 1. Grafik hasil uji abrasi, uji kekerasan, uji tensile, uji tear untuk formulasi *rubber rubber*

Seperti yang ditunjukkan pada gambar 1 bahwa hasil pengujian abrasi, kekerasan, kuat tarik dan kuat sobek nilai paling optimum pada formula 1 (satu) yaitu dengan penambahan *carbon black* N220. Hasil uji abrasi adalah 283.351 %, uji kekerasan adalah 64.43 shore A, untuk hasil uji tariknya adalah 30.349 N/mm<sup>2</sup> dan uji sobek adalah 102.224 N/mm. Ukuran partikel dan struktur *carbon black* sangat berpengaruh pada sifat – sifat fisik dan pengolahan compound. Derajad penguatan meningkat dengan makin kecilnya ukuran. Makin halus ukuran bahan maka semakin besar energi yang diperlukan untuk mendispersikannya ke dalam karet, maka makin sukar diolah. *Carbon black* dengan ukuran pertikel kecil memberikan kuat tarik tertinggi pada penambahan optimum [8]. *Carbon black* yang digunakan pada penelitian ini adalah N220, N330 dan N660, dari ketiga variasi diatas yang memiliki ukuran butir paling kecil adalah grade N220 maka pada grade ini memiliki sifat mekanik yang paling optimum dibandingkan yang lainnya.



Gambar 2. Grafik hasil uji abrasi, uji kekerasan, uji tensile, uji tear untuk formulasi *rubber canvas*

Gambar 2 menunjukkan hasil pengujian abrasi, kekerasan, kuat tarik dan kuat sobek untuk formulasi *rubber canvas*. Pada pengujian ini menggunakan variasi *filler carbon black* ditambah dengan silika. Dari hasil pengujian yang sudah dilakukan bahwa pada formula 1 memiliki ketahanan abrasi, kekerasan, kuat tarik dan kuat sobek yang optimum. Formula yang digunakan adalah *carbon black N220* sebanyak 47.5 phr ditambah dengan silika sebanyak 2.5 phr. Silika merupakan salah satu bahan pengisi yang sifatnya sama dengan *carbon black* yaitu meningkatkan kekuatan mekanis. Pada formula pertama *carbon black* yang digunakan memiliki ukuran butiran yang lebih kecil dibandingkan dengan yang lain sehingga kekuatannya lebih tinggi dibandingkan dengan yang lain.

## KESIMPULAN

Dari pengujian sifat mekanis yang telah dilakukan didapatkan bahwa pada kompon karet untuk *cushion gum* karet-karet yang memiliki sifat mekanis yang paling bagus dari ketiga variasi *filler* diatas adalah pada saat menggunakan *carbon black N220*, sedangkan kompon karet untuk *cushion gum* karet-*canvas* yang memiliki sifat mekanis yang paling bagus adalah pada saat menggunakan *carbon black N220* dengan penambahan silika.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Teknologi Material Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi atas dana penelitian serta beasiswa Riset-Pro Non Degree yang telah membiayai pelatihan di University of Akron terkait penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. S.-S.Chi,C. Nah,B.W. Jo,Polym.Int.52 (2003) 1382.
- [2]. Tim penulis PS. "Karet Budidaya dan Pengolahan, Strategi Pemasaran", Penebar Swadaya, Jakarta.1992
- [3]. Krishna C. Baranwal and Howard Stephens. "Basic Elastomer Technology", Rubber Division, American Chemical Society, University of Akron, OH, 2001
- [4]. W. Arayapranee. "Rubber Abrasion Resistance", Rangsit Universit, Thailand.
- [5]. A.S. Hashim, B. Azahari, Y. Ikeda, S. Kohjiya, Rubber Chem. Technol. 71 (1998) 289.
- [6]. N. Rattanasom, T.Saowpark, C. Deeprasertkul. "Reinforcement of Natural Rubberwith silica/carbon black hybrid filler, Elsevier,2006
- [7]. Anonime. "Test Methode Of Rubber Rubber Materials And Products", Matador Rubber S.R.O, 2007
- [8]. Suharto, H. "Rancangan Kompon", Balai Penelitian Karet, 1993.

# SINTESIS MICRO-NANO SELULOSA BAKTERI SEBAGAI PENGUAT (*REINFORCEMENT*) PADA KOMPOSIT BIOPLASTIK DENGAN Matriks PVA (*POLI VINYL ALCOHOL*)

Maryam<sup>1\*</sup>, Dedy Rahmad<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Industri Agro, Politeknik ATI Padang  
Jl. Bungo Pasang, Tabing, Padang, 25171

<sup>2</sup>Jurusan Teknik Kimia Bahan Nabati, Politeknik ATI Padang  
Jl. Bungo Pasang, Tabing, Padang, 25171  
Email : maryam.atip@gmail.com

## Abstrak

Permasalahan limbah dari plastik konvensional yang mencemari lingkungan dan tanah perlu dicari solusi. Pengembangan plastik biodegradable dengan matriks *polivinil alkohol* (PVA) menjadi salah satu solusi. PVA merupakan polimer sintetis yang mudah larut dalam air dan mudah terdegradasi. Kekurangan plastik biodegradable adalah memiliki karakteristik fisik dan mekanis yang rendah, sehingga perlu ditambahkan penguat (*reinforcement*). Penguat yang digunakan adalah micro-nano selulosa bakteri yang mana kandungan selulosanya cukup tinggi dan mudah diperoleh. Metode yang digunakan untuk membuat nano selulosa bakteri adalah hidrolisis asam klorida pada kondisi 5M, 55°C, 24 jam. Rancangan percobaan yang digunakan adalah rancangan acak lengkap (RAL) dengan perlakuan penambahan penguat micro-nano selulosa bakteri yang meliputi 0%, 2%, 6%, dan 10%. Pembuatan plastik biodegradable menggunakan metode *casting*. Hasil penelitian sintesis micro-nano selulosa bakteri diperoleh ukuran 489,9 nm. Komposisi terbaik pada penambahan penguat 2%, dengan kekuatan tarik 15,72 MPa, modulus young 16,3 GPa dan densitas 0,13 g/cm<sup>3</sup> dengan tingkat degradasi 100%. Kegunaan bioplastik ini disarankan sebagai pengemas cerdas (*smart packaging*).

**Kata kunci:** bioplastik, hidrolisis, PVA, selulosa bakteri

## Abstract

*The problem of waste from conventional plastics that pollute the environment and the soil have to find a solution. The development of biodegradable plastics with a matrix of polyvinyl alcohol (PVA) into one solution. PVA is a synthetic polymer that is soluble in water and is easily degraded. Disadvantages of biodegradable plastics is to have the physical and mechanical characteristics are low, so it needs to be added reinforcement. Micro-nano cellulose bacteria was used as reinforcement which is the content of cellulose is high and easy to obtain. The method was used to make nano bacterial cellulose is hydrolysis of hydrochloric acid at conditions 5M, 55 °C, 24 hours. The experimental design was used completely randomized design (CRD) with treatment the addition of micro-nano bacterial cellulose as reinforcement which include 0%, 2%, 6%, and 10%. Making biodegradable plastic using casting method. The result of this research was obtained micro-nano bacterial cellulose by size 489,9 nm. The best composition on the addition of 2% reinforcement, with tensile strength of 15.72 MPa, young modulus 16.3 GPa and density 0.13 g / cm<sup>3</sup> with 100% degradation rate. The usefulness of this bioplastic is recommended as smart packaging.*

**Keywords:** bioplastic, hydrolysis, PVA, bacterial cellulose

## PENDAHULUAN

Penggunaan plastik konvensional akan berdampak pada pencemaran lingkungan dan masalah kesehatan dalam jangka panjang. Kemasan alternatif yang aman bagi kesehatan serta ramah lingkungan perlu dikaji untuk dapat menggantikan plastik konvensional. Berbagai bahan alami, seperti polisakarida (selulosa, pati, kitin), protein (kasein, *whey*, kolagen) dan lemak. Bahan sintesis yang biodegradable seperti *polivinil alkohol* (PVA), *poli hidroksi alkanoat* (PHA), *poli asam laktat* (PLA) telah dapat digunakan sebagai bahan pembuat plastik biodegradable.

Hal yang menyebabkan PVA banyak digunakan sebagai bahan kemasan alternatif yang menjanjikan karena sifatnya yang sangat baik dalam pembentukan kemasan, tahan terhadap minyak dan lemak, memiliki kekuatan tarik dan fleksibilitas tinggi. Menurut Roohani *et al.*, (2008) [1] PVA memiliki kompatibilitas yang baik jika ditambahkan *filler* berupa nanoselulosa sehingga dapat menghasilkan produk komposit yang ramah lingkungan. Penelitian pengembangan bioplastik dengan matriks polivinil alkohol (PVA) dengan *filler* nanoselulosa dari serat nanas telah dilakukan oleh Iriani *et al.*, (2015) [2].

Ukuran dalam skala nano bisa meningkatkan luas permukaan partikel sehingga terjadi peningkatan kekuatan komposit. Hal ini juga terkait dengan adanya sifat atau fenomena baru yang muncul jika materi tersebut digunakan pada skala nano akibat perubahan sifat fungsional bahan, terkait dengan perubahan sifat dispersinya [3]. Penambahan nanoselulosa yang berasal dari serat, ternyata dapat memperbaiki dan meningkatkan sifat mekanis, sifat barrier dan kemampuan agregasi dengan partikel lain yang lebih baik. Nanoserat memiliki luas *interface* yang sangat besar sehingga apabila dikompositkan dan terdistribusi merata akan mengubah mobilitas molekuler dan sifat relaksasi menghasilkan komposit dengan fleksibilitas, kekakuan dan ketahanan panas serta listrik yang baik.

Sumber serat selulosa bakteri (*nata de coco*) berpotensi sebagai serat penguat bioplastik karena bahan baku melimpah, murah dan ramah lingkungan. Studi mendalam terhadap selulosa bakteri untuk berbagai bidang aplikasi sangat diperlukan untuk meningkatkan nilai tambah bagi produk selulosa bakteridan tidak terbatas pada pemanfaatannya sebagai produk makanan. Selulosa bakteri memiliki kandungan serat selulosa yang tinggi, namun miskin kandungan zat gizi jika dijadikan sumber makanan sehingga bisa dialihkan sebagai bahan baku atau *filler* bioplastik. Selulosa yang dihasilkan dari bakteri *Acetobacter xylinum* yang terbentuk memiliki keunggulan yaitu, kemurnian tinggi, derajat kristalinitas tinggi, mempunyai kerapatan antara 300-900 kg/m<sup>3</sup>, kekuatan tarik tinggi, elastis dan dapat terdegradasi [4]. Kebaruan dari penelitian ini adalah penggunaan micro-nano selulosa bakteri sebagai penguat bioplastik dengan matriks PVA. Tujuan penelitian ini adalah mendapatkan nano selulosa bakteri dan mengetahui karakteristik fisik bioplastik dengan matriks polivinil alkohol dan *filler* nanoselulosa bakteri.

## METODOLOGI

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah air kelapa yang diperoleh dari limbah pengolahan santan dari Pasar Tabing, gula pasir, dan asam asetat (cuka) merk sendok, urea, HCl merk Merck, PVA bubuk, NaOH merk Merck, NaOCl merk Merck dan kertas saring whatman 41.

Peralatan yang digunakan dalam SEM (*Scan Electron Microscopy*) Merk Hitachi 3400 seri N untuk mendapatkan gambar SEM partikel dan permukaan plastik, PSA (*Particle Size Analyzer*) merk Malvern untuk analisis ukuran selulosa bakteri, UTS (*Universal Testing Machine*) merk Com-Ten 95T untuk uji tarik bioplastik dan pengujian gugus fungsi dengan *Spektroskopi Infra Merah Fourier-Transform FTIR*, alat cetak plastik dari kaca yang dirancang oleh peneliti sendiri. Alat pengering *freeze drying*, *spray drying* merk Buchi B290 dan pompa vakum.

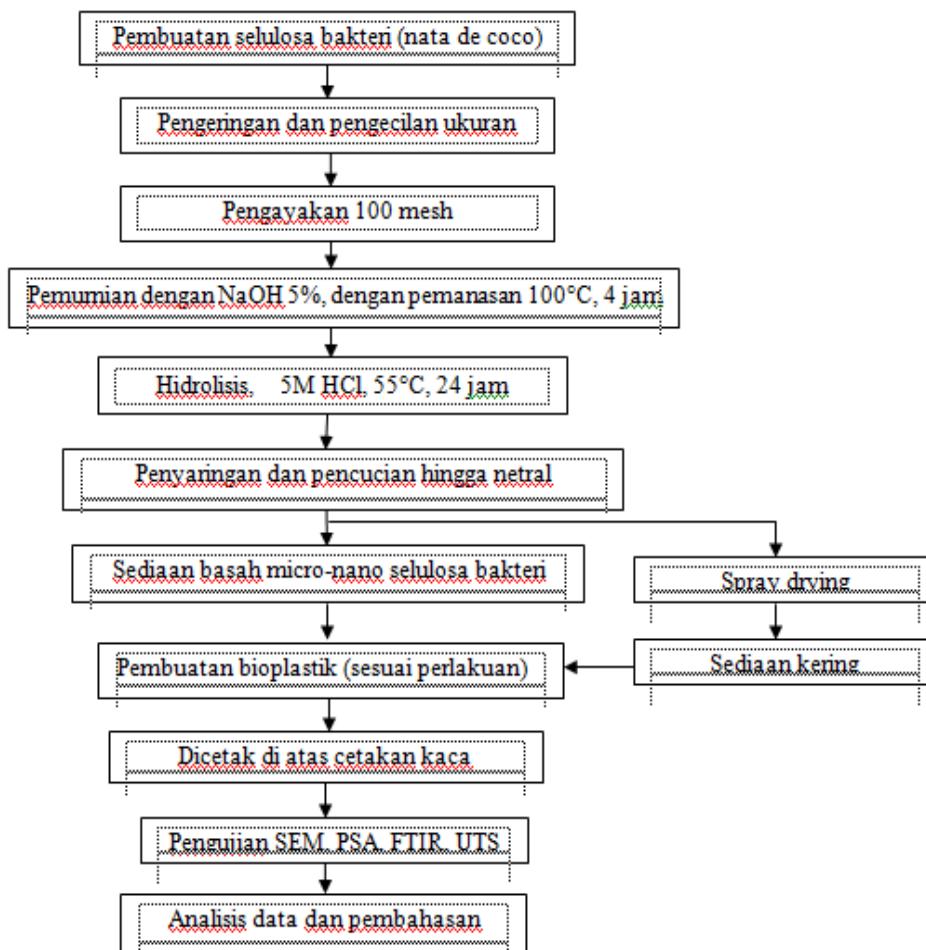
### Metode

Penelitian ini akan dilaksanakan dengan 3 tahapan dengan skema seperti pada Gambar 1, yaitu :

**Tahap 1.** Tahapan ini adalah membuat selulosa bakteri (*nata de coco*), pengecilan ukuran dan pengeringan hingga diperoleh selulosa bakteri dalam bentuk serbuk, yaitu diayak dengan ukuran 100 mesh.

**Tahap 2.** Tahapan ini adalah melakukan hidrolisis menggunakan HCl (asam klorida) pada kondisi 5M HCl, temperatur 55°C, 24 jam [5]. Setelah itu hasil hidrolisis akan dilakukan penyaringan dengan kertas saring whatman 41 dengan bantuan pompa vakum dan pencucian hingga netral. Nano selulosa bakteri disimpan dalam bentuk sediaan basah. Proses berikutnya adalah pengeringan dengan spray dryer apabila sediaan disimpan dalam bentuk kering.

**Tahap 3.** Tahapan ini adalah pembuatan komposit bioplastik dengan metode *casting*. Pembuatan bioplastik dilakukan dengan cara melarutkan x% (0%, 2%, 6%, 10%) nano selulosa bakteri terlebih ke dalam 100 ml aquadest ditambah 3 ml gliserol [6]. Micro-nano selulosa bakteri dapat larut sempurna dengan pengadukan selama kurang lebih 30 menit dengan menggunakan magnetik stirrer. Kemudian ditambahkan PVA sebanyak 10g dan dilakukan pengadukan 1 jam dengan dipanaskan 80 - 85°C. Selanjutnya dicetak dengan metode casting dengan alat cetak plastik.



Gambar 1. Skema tahapan penelitian

## HASIL DAN PEMBAHASAN

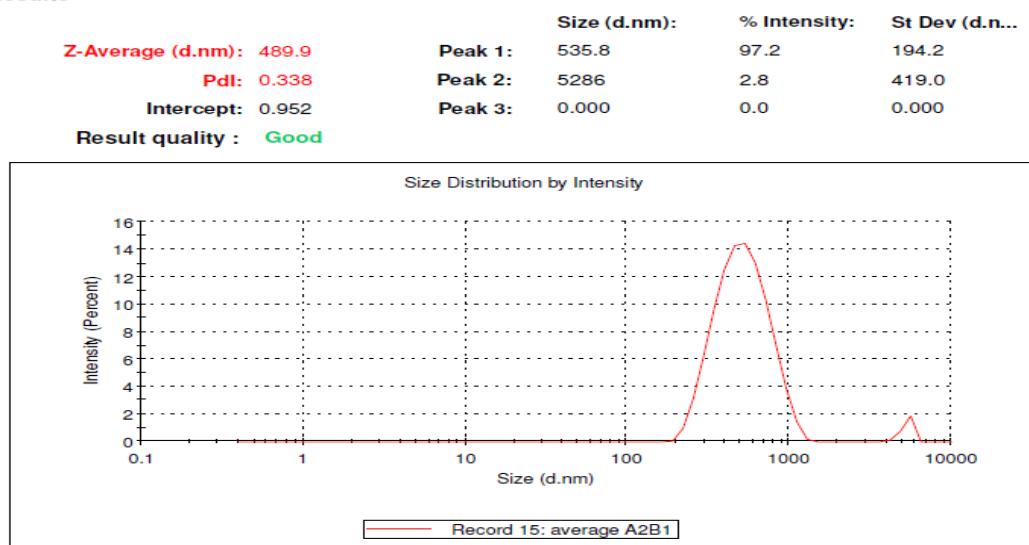
Berdasarkan hasil pengujian terhadap selulosa bakteri memiliki *tensile strength* rata-rata sebesar 380,56 MPa, semakin banyak jumlah serat yang terbentuk, maka semakin besar kuat tarik serat tersebut. Nilai modulus young rata-rata 18 GPa, elongation 11,3%. Besar densitas serat rata-rata adalah 1,3 g/cm<sup>3</sup>. Lapisan selulosa ini sangat kuat, bersifat kaku karena memiliki modulus elastisitas yang tinggi dan regas dengan nilai modulus elongation yang rendah.

Bakteri selulosa merupakan polimer yang mempunyai struktur supramolekul dan kristalinitas selulosa yang tinggi dengan kandungan hingga 99%. Salah satu sifat dari serat bakteri selulosa adalah memiliki porositas yang tinggi dan bersifat hidrofilik serta kemampuan serat dalam menyerap air yang tinggi (*swelling*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kandungan serat (selulosa) dari bakteri selulosa adalah 0,9-1,0% dari massa total. Kandungan terbesarnya adalah air yang mencapai 99%.

Pemasakan dengan NaOH 5%, pada suhu 100°C selama 4 jam bertujuan untuk proses pemurnian menghilangkan lemak dan protein dalam selulosa bakteri sehingga diperoleh selulosa murni. Proses hidrolisis menggunakan HCl telah berhasil mengurangi ukuran serat selulosa bakteri rata-rata 489,9 nm

berdasarkan hasil pengujian *Particle Size Analyzer* (PSA) seperti pada Gambar 2. Sampai pada tahap ini belum berhasil diperoleh ukuran partikel selulosa dengan ukuran nanometer.

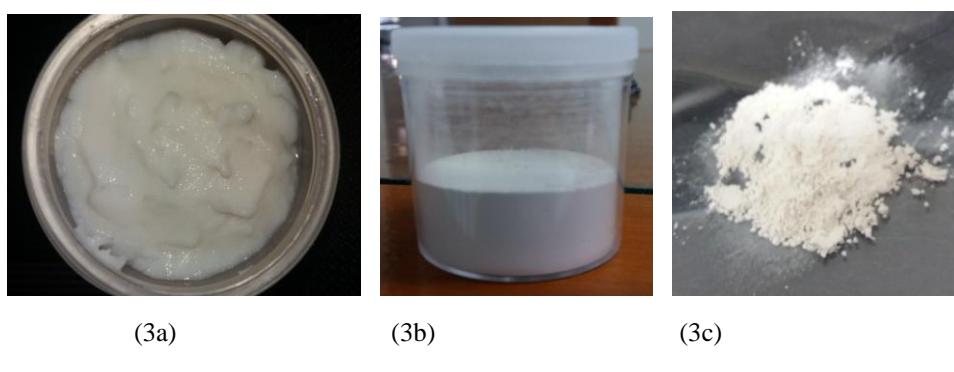
#### Results



Gambar 2. Hasil Pengujian PSA

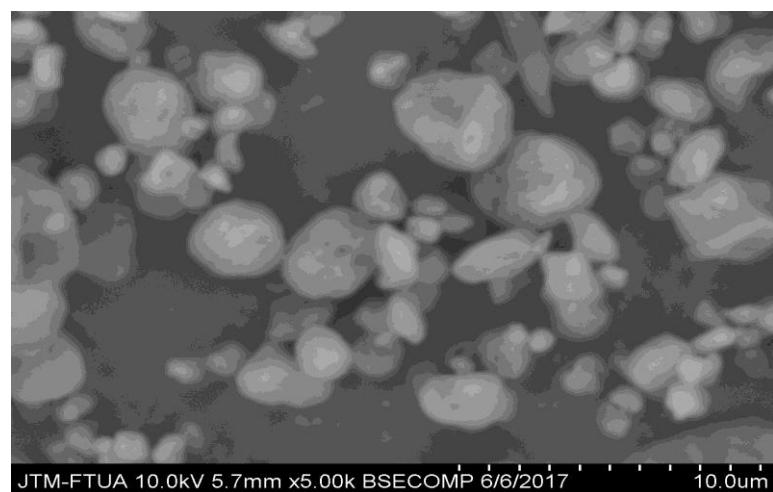
Hidrolisis asam adalah proses utama yang digunakan dalam memproduksi nanokristal selulosa, dimana susunan blok kecil dipisahkan dari serat selulosa. Selulosa terdiri dari daerah amorf dan daerah kristal. Daerah amorf memiliki kerapatan yang lebih rendah daripada daerah kristalin, sehingga bila selulosa diberi perlakuan dengan menggunakan asam kuat, daerah amorf akan memecah dan melepaskan daerah kristalin. Sifat nanokristal selulosa bergantung pada berbagai faktor, seperti sumber selulosa, waktu reaksi, suhu, dan jenis asam yang digunakan untuk proses hidrolisis. Asam kuat dapat menghilangkan bagian amorf dari rantai selulosa sehingga isolasi pada selulosa kristal dapat dilakukan [7].

Hasil pengeringan dengan *freeze drying* tidak bisa menghasilkan sediaan dalam bentuk kering karena nano selulosa yang terbentuk berupa gumpalan. Sediaan nano selulosa bakteri dapat disimpan dalam bentuk basah (3a). Pengeringan dengan *spray drying* menghasilkan sediaan nano selulosa dalam bentuk serbuk (3b dan 3c). Hasil selulosa bakteri dapat dilihat pada Gambar 3.

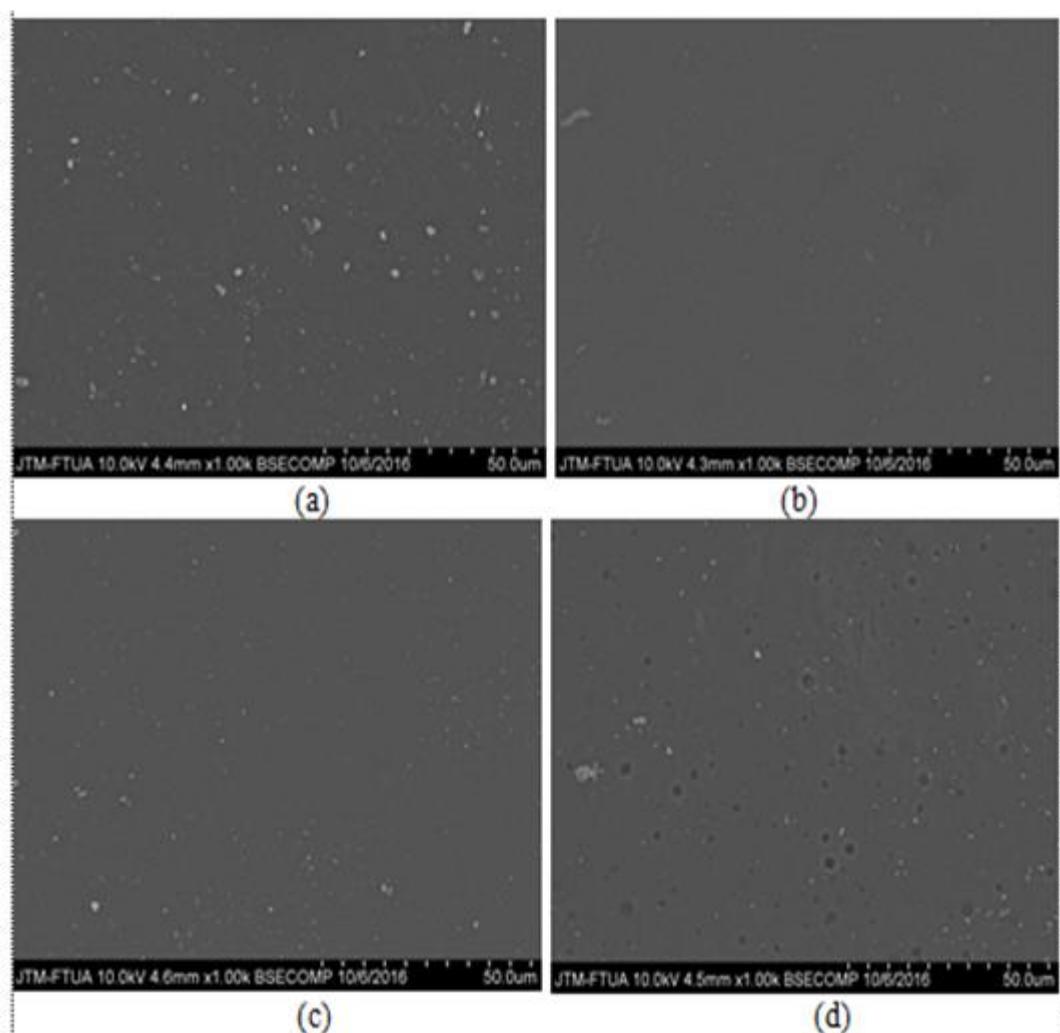


Gambar 3. Nano selulosa bakteri

Hasil pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM) nano selulosa bakteri dapat dilihat pada Gambar 4. Hasil pengujian SEM bioplastik dapat dilihat pada Gambar 5. Berdasarkan Gambar 5 dapat dilihat bahwa nano selulosa bakteri terdistribusi di dalam matriks PVA, ini berarti bahwa proses pengisian nanofiller selulosa bakteri ke dalam matriks berjalan dengan baik.



Gambar 4. Hasil SEM nano selulosa bakteri



Gambar 5. Hasil SEM bioplastik dengan penambahan 0% (a), 2% (b), 6% (c) dan 10% (d)

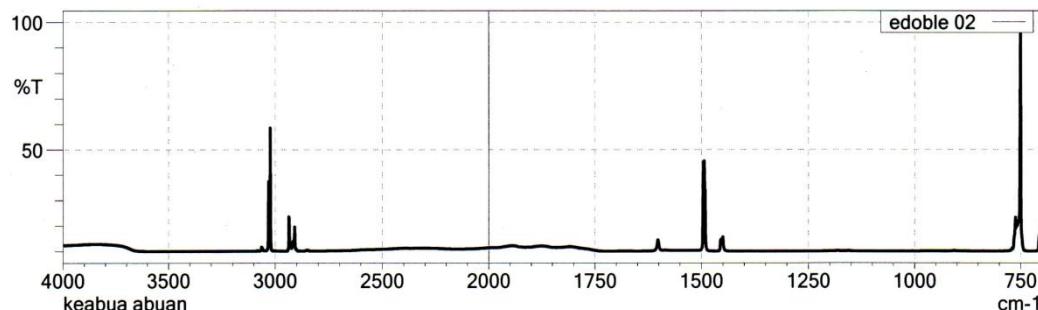
Sifat fisik komposit bioplastik dapat diketahui dengan melakukan uji mekanik kuat tarik dengan menggunakan alat uji *Ultimate Tensile Strength*. Uji ini digunakan untuk mengetahui kekuatan tarik dari lembaran bioplastik sebelum dan setelah menjadi komposit. Pengujian kuat tarik ini dilakukan sesuai

dengan ASTM D 882-02. Hasil uji kuat tarik bioplastik dari semua perlakuan ditunjukkan dalam Tabel 1. Hasil perlakuan terbaik pada perlakuan 2% dengan kekuatan tarik 15,72 MPa, modulus young 16,3 GPa dan densitas 0,13 g/cm<sup>3</sup> dengan tingkat degradasi 100%.

Tabel 1. Hasil pengujian komposit bioplastik

Bioplastik	TensileStrength (MPa)	TensileModulus (GPa)	Densitas (g/cm <sup>3</sup> )	Degradation (%)
Perlakuan 0%	10,08	7,1	0,13	100%
Perlakuan 2%	15,72	16,3	0,13	100%
Perlakuan 6%	12,75	2,9	0,06	100%
Perlakuan 10%	5,34	6,7	0,04	100%

Uji FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) sebagai analisis yang dilakukan untuk menentukan gugus fungsi pada polimer dapat dilihat pada Gambar 6. Hasil identifikasi gugus fungsi pada film bioplastik yang terbentuk pada spektrum serapan IR merupakan gabungan dari gugus fungsi spesifik yang terdapat pada masing-masing komponen penyusun bioplastik tersebut. Bioplastik yang didapat merupakan bioplastik yang dihasilkan melalui proses pencampuran (*blending*), hal ini dapat dilihat karena tidak ditemukan gugus fungsi baru. Selain itu, dapat disimpulkan pula bahwa plastik yang terbentuk masih tetap memiliki sifat hidrofilik seperti komponen penyusunnya. Adanya gugus fungsi seperti C-H, C-NO<sub>2</sub>, -N=N, -(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>, dan -OH , menunjukkan film plastik dapat terdegradasi dengan baik ditanah.



Gambar 6. Hasil pengujian FTIR

## KESIMPULAN

Hasil penelitian sintesis nano selulosa bakteri dengan metode hidrolisis pada kondisi konsentrasi HCl 5M pada suhu 55°C selama 24 jam diperoleh ukuran partikel nano selulosa bakteri 489,9 nm. Telah diperoleh komposit bioplastik dengan matriks polivinil alkohol dan filler nano selulosa bakteri dengan komposisi terbaik pada penambahan filler 2%. Nilai kekuatan tariknya 15,72 MPa, modulus young 16,3 GPa, densitas 0,13 g/cm<sup>3</sup> dan degradation 100%.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Politeknik ATI Padang dan Pusdiklat Industri, Kementerian Perindustrian yang telah memberikan dana dalam bentuk hibah penelitian.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Roohani M, Habibi Y., Belgacem YM, Ebrahim G, Karimi AN, Dufresne A. Cellulose Whiskers Reinforced Polyvinyl Alcohol Copolymer Nanocomposites. European Polymer Journal.; Vol. 44:2489-2498. 2008.

- [2] Iriani. Evi Savitri, dkk. Sintesis Nanoselulosa Dari Serat Nanas dan Aplikasinya Sebagai Pada Film Berbasis Polivinil Alkohol. Jurnal Penelitian Pasca Panen Pertanian. Vol. 12. No. 1 : 11-19. 2015.
- [3] Lin et al. Treatment of Melasma, *dalam: Cosmetic Dermatology for Skin of Color*. 2nd Edition. New York: McGraw Hill pp. 116-24. 2009.
- [4] Tampubolon, Lisbeth. Pembuatan Material Selulosa-Kitosan Bakteri dalam Medium Air Kelapa dengan Penambahan Pati dan Kitosan Menggunakan Acetobacter Xylinum. Tesis. Program Studi Kimia FMIPA. USU. Medan. 2008.
- [5] Maryam, D. Rahmad, Yunizurwan. Sintesis Micro-Nano Selulosa Bakteri Sebagai Filler Bioplastik dengan Matriks Polivinil Alkohol. Laporan Hibah Penelitian. Politeknik ATI Padang. 2016.
- [6] Kakroodi AR, Cheng S, Sain M, Asiri A. Mechanical, Thermal, And Morphological Properties Of Nanocomposites Based on Polyvinil Alcohol and Cellulose Nanofiber From Aloe Vera Rind. Journal of Nanomaterials, Vol.139. 2014.
- [7] Isdin Oke. Nanoscience in nature: cellulose nanocrystals. Surg, 3(2). 2010.