
Perilaku Kristalisasi Polipropilena dengan Penambahan Selulosa Mikrofibril Serat Sorgum sebagai *Bio-Based Nucleating Agent*

Ika Ismail¹, Mochamad Chalid²

¹ Teknik Material dan Metalurgi, Ilmu Lingkungan dan Kebumihan, Institut Teknologi Kalimantan, Balikpapan.
Email: ika.ismail@itk.ac.id

² Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia. Email: chalid@metal.ui.ac.id

Abstract

Polypropylene with added Microfibrill Cellulosa as additive materials and filler has been investigated. Polypropylene and sorghum fibre has different interface properties, as the result that the compatibility between both are not good. Therefore, modification process for sorghum fibre is needed, the modification process for sorghum surface are alkanization and bleaching treatment. Alkanization process is doing with soaking the sorghum fibre in NaOH solution 2% during 2 hours. Bleaching Process used buffer and NaClO₂ during 4 hours. Then, polypropylene and microfibrill cellulose mixed with hot melt mixing method. Characterization for this research is how effect from cellulose in sorghum on crystallization of PP. From DSC analysis showed PP with added microfibrill cellulose 1%wt can increase crystallization temperatures up to 126,51°C and crstallization time until 8,26 minutes. And the crystallization process may be accelerated 10 seconds.

Keywords: Polypropylene, Microfibrill Cellulose, Crystallinity.

Abstrak

Pada penelitian ini dibuat Polimer Polipropilena dengan penambahan Selulosa Mikrofibril sebagai Zat Aditif dan Filler. Polipropilena dan serat sorgum memiliki sifat permukaan yang berbeda, sehingga kompatibilitas antara keduanya kurang baik. Oleh karena itu, dilakukan modifikasi permukaan serat sorgum dengan metode alkanisasi dan pemutihan. Proses alkanisasi dilakukan dengan merendam serat sorgum pada larutan NaOH 2% selama 2 jam dan dilanjutkan Proses bleaching dengan menggunakan buffer dan NaClO₂ selama 4 jam. Selanjutnya menggunakan metode hot melt mixing. Analisa pada penelitian ini adalah bagaimana pengaruh komposisi selulosa serat sorgum terhadap kristalinitas PP. Dari analisa DSC menunjukkan PP dengan penambahan Selulosa Mikrofibril berbasis sorgum sebesar 1% wt dapat menaikkan temperatur kristalisasi sebesar 126,51°C dan waktu kristalisasi sebesar 8,26 menit. Dan proses kristalisasi dapat dipercepat 10 detik.

Kata Kunci: Polipropilena, Selulosa Mikrofibril, Kristalinitas.

1. PENDAHULUAN

Konsumsi bahan baku plastik cenderung meningkat, namun hingga kini, untuk memenuhi konsumsi bahan baku plastik di dalam negeri, sebagian masih tergantung impor. Kecenderungan meningkatnya volume impor bahan baku plastik ini tidak sejalan dengan naiknya permintaan yang melebihi tingkat permintaan plastik di Indonesia yang sangat tinggi (Data Riset, 2013).

Dari hal tersebut, salah satu upaya selanjutnya, tak ada jalan lain lagi bagi pemerintah untuk mempersiapkan industri material sendiri dan meningkatkan daya saing menjadi lebih baik. Maka dari itu, perlu inovasi bidang plastik ini yang salah satunya berfokus pada rekayasa bahan/material untuk aplikasi elektronik, otomotif dan tekstil (Kementrian Perindustrian, 2015).

Kehadiran serat alam sebagai penguat plastik tersebut mendukung era revolusi bioekonomi yang digerakkan oleh revolusi bioteknologi dan bioengineering yang mampu menghasilkan biomasa sebesar-besarnya kemudian diolah menjadi bahan pangan, pakan, energi, obat-obatan, bahan kimia dan beragam bioproduct lain secara berkelanjutan (Kementrian Pertanian, 2015).

Pada produk polimer, selulosa bisa dijadikan penguat dan zat aditif pada polimer. Serat alam mempunyai struktur selulosa, hemiselulosa dan lignin yang dapat menentukan sifat mekanik dan seluruh Komposit serat alam yang diaplikasi di industri memerlukan konten/kandungan selulosa yang tinggi. Kandungan selulosa yang mempunyai kristalinitas yang tinggi sehingga selulosa dijadikan agen nukleasi pada polimer. Serat alam yang dipakai untuk komposit serat alam terbuat dari *kenaf*, *hemp*, *flax*, *softwood* yang mempunyai kadar selulosa tinggi dan compressive strength. Selain sifat mekanik yang relatif baik dan kadar selulosa yang tinggi yang mempengaruhi kristalinitas, serat alam mempunyai nilai ekonomis daripada serat-serat sintetik seperti *fiberglass* dan *carbon fiber* (Jamasri, 2008).

Selulosa merupakan komponen utama dari komposisi serat alam yang menentukan sifat mekanik dan thermal pada Serat alam. Struktur kimia dari selulosa terdiri atas 3 gugus hidroksil (OH), dua gugus hidroksil membentuk ikatan hidrogen dalam makromolekul selulosa (intramolekular), sementara satu gugus yang lain membentuk ikatan hidrogen dengan molekul selulosa yang lainnya (intermolekular) (Meng, 2015).

Pada penelitian ini, Selulosa diambil dari Tanaman sorgum. Sorgum disamping mempunyai kadar gula sukrosa, Sorgum mempunyai kadar komposisi selulosa antara 36%-44%, hemiselulosa kurang lebih sampai 28% dan lignin 14-20%. Kadar selulosa inilah yang bisa dipakai sebagai penguat atau zat aditif pada polimer maupun komposit (Serna, 2008).

Untuk mendapatkan selulosa mikrofibril dari tanaman serat dibutuhkan proses-proses perlakuan kimia yaitu proses alkalinisasi, dan *bleaching*. Proses Alkalinisasi yaitu proses pemisahan serat dari *hemicellulose* dan lignin. Alkalinisasi atau dikenal dengan nama mercerization adalah modifikasi permukaan untuk meningkatkan kompatibilitas antara serat alam dengan matriks polimer dengan cara melarutkan atau mencelupkan serat ke dalam larutan alkali berupa natrium hidroksida, dengan metode alkalinisasi ini diharapkan dapat meningkatkan kekasaran permukaan serat akibat terjadinya pemecahan ikatan hidrogen pada jaringan serat dan dapat menghilangkan sejumlah hemiselulosa, lignin, pektin serta *wax* yang menutupi permukaan serat sehingga mengurangi sifat hidrofilik dari serat⁷. Dengan berkurangnya sifat hidrofilik dari serat akan menyebabkan terjadinya kompatibilitas antara penguat serat dengan matriks polimer yang bersifat hidrofobik sehingga akan meningkatkan sifat mekanik dari material komposit dan polimer tersebut. Namun di sisi lain proses alkalinisasi belum cukup untuk menghilangkan struktur amorf dalam Serat. Maka setelah proses alkalinisasi perlu ada pembersihan serat dari lapisan lilin (*dewaxing*), *bleaching* yaitu proses mengeluarkan lignin dari serat dan proses hidrolisis yaitu menghilangkan dan membersihkan struktur amorf yang ada pada komponen serat alam (Yuanita, 2015).

Dari penjelasan diatas, penelitian ini berfokus pada penggunaan serat selulosa mikrofibril sorgum yang telah di perlakuan kimia menggunakan proses alkalinisasi menggunakan NaOH dan proses bleaching menggunakan NaClO₂ sebagai material pengisi (filler) pada polipropilen impact. Dari penjelasan sebelumnya pula, selulosa mikrofibril yang mempunyai sifat kristalinitas dan mekanik yang baik serta bisa digunakan sebagai pengisi pada PP maka penelitian ini berfokus pada pengaruh kristalinitas dari selulosa mikrofibril serat sorgum terhadap derajat kristalinitas PP dan pengaruhnya terhadap sifat mekanik dari polipropilena impact.

2. METODE

Metode yang digunakan pada penelitian ini meliputi preparasi awal serat sorgum, proses pemutihan, proses pencampuran, dan pengujian material.

Material

Bahan yang digunakan pada Penelitian ini adalah Polipropilen (PP) Kopolimer Impact B 32. AN suplai dari PT. Chandra Asri Petrochemicals. Untuk Serat alam yang dipakai adalah serat sorgum yang akan diambil selulosa mikrofibrilnya dengan Perlakuan Alkalinisasi NaOH, dan pemutihan menggunakan Buffer CH₃COOH dan NaClO₂.

Preparasi Awal Serat Sorgum

Proses awal persiapan serat Sorgum diawali oleh proses crushing menggunakan mesin crush. Proses crushing berlangsung selama 5 Menit kemudian serat sorgum yang sudah dalam bentuk bubuk disaring menggunakan ayakan 40 mesh.

Proses Perlakuan Alkalinisasi

Serat sorgum yang bersih, kering dan telah dipotong kemudian direndam pada larutan NaOH. Parameter yang perlu diperhatikan pada proses alkalinisasi ini adalah persentase NaOH, temperatur dan waktu perendaman. Berdasarkan penelitian sebelumnya dan studi-studi literatur, untuk mendapatkan sifat mekanik dan permukaan serat yang baik alkalinisasi dilakukan pada larutan NaOH 2%, temperatur 80°C selama 2 jam menggunakan *magnetic stirrer*. Serat alam yang sudah di alkalinisasi kemudian dicuci kemudian, di cek PH-nya hingga 7-8 lalu dikeringkan selama 3 jam menggunakan *oven*.

Proses Pemutihan (*Bleaching*)

Setelah dikeringkan, serat sorgum yang sudah di alkalinisasi, di Proses pemutihan (*bleaching*) menggunakan NaClO₂. Proses diawali dengan pembuatan larutan buffer asam asetat dan NaOH. Kemudian di Glas Beaker yang lain, dibuat larutan NaClO₂. Kemudian kedua Larutan dicampur kemudian diaduk merata. Perlakuan pemutihan dilakukan dengan melarutkan serat hasil alkalinisasi kedalam 100 mL 1.7% NaClO₂ yang telah ditambahkan 50 ml Buffer yang berasal dari 100 mL CH₃COOH 0,2 M dan 0.291 gram NaOH).

Proses Pencampuran (*Mixing*)

PP kopolimer impak dan selulosa mikrofibril setelah di *bleaching* dipersiapkan terlebih dahulu sebagai bahan campuran PP dan zat aditif. Pada proses pencampuran digunakan mesin rheomix dari Institut Teknologi Indonesia, Serpong. Alat rheomix untuk pencampuran komposit dinyalakan dan dinaikkan temperaturnya hingga 175°C. Setelah temperatur stabil, PP dimasukan dan rotor mulai diputar untuk melelehkan matriks PP selama 5 menit. Kemudian serat selulosa sorgum, ditambahkan ke dalam lelehan PP pada temperatur dan waktu yang telah ditentukan. Pada penelitian ini terdapat variabel yang divariasikan yaitu komposisi material yang dijadikan agen nukleasi/filler yaitu selulosa sorgum masing-masing sebanyak 0,4%wt, 0,8%wt dan 1% wt.

Pengujian Material

X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian XRD dilakukan di laboratorium Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah dengan menggunakan perangkat Shimadzu XRD-7000 *X-Ray Diffractometer*. Pada penelitian ini, kristalinitas dari hasil proses *bleaching* serat akan dianalisa dari semakin tingginya puncak dari peak uji XRD. Semakin tinggi peak maka bahan/polimer tersebut semakin kristalin.

Pengujian XRD pada penelitian ini adalah untuk mengetahui dan menganalisa Indeks Kristalinitas serat yang dirumuskan sebagai berikut :

$$CI = (I_{200} - I_{am}) / (I_{200})$$

Dimana :

- CI = indeks kristalinitas
- I₂₀₀ = intensitas struktur kristalin (peak tertinggi)
- I_{amorf} = intensitas struktur amorf

Fourier Transformation Infra Red (FTIR)

FTIR adalah sebuah teknik yang digunakan untuk mendapatkan spektrum inframerah dari absorbansi, emisi, fotokonduktivitas atau *Raman Scattering* dari sampel padat, cair dan gas. FTIR digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan menggunakan radiasi elektromagnetik yang berada pada panjang gelombang infra merah. FTIR dapat digunakan untuk menganalisa senyawa organik dan anorganik.

Pada penelitian ini, pengujian FTIR dilakukan untuk menganalisa proses ekstraksi selulosa dari Serat sorgum.

Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Untuk karakterisasi PP yang sudah di mixing, PP campuran kemudian di uji *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). Dengan DSC, transisi termal dicatat sebagai fungsi temperatur, yang berupa

peningkatan atau penurunan pada pemanasan atau laju pendinginan yang telah ditetapkan. Beberapa informasi yang diperoleh dari DSC adalah scanning pemanasan meliputi temperatur leleh (T_m), yang diambil dari nilai maksimum dari puncak endotermik, dan panas peleburan, ditentukan dengan mengintegrasikan daerah di bawah puncak endotermik. Dalam pendinginan DSC pada PP yang meleleh, kristalisasi terjadi. Puncak eksotermis minimum mendefinisikan temperatur kristalisasi (T_c).

$$\% \text{Kristalini} \quad (X_c) = \frac{\Delta H_m}{\Delta H^0_m}$$

Keterangan :

X_c = Derajat Kristalinitas

ΔH_m = Entalpi Pelelehan Polimer (J/gr)

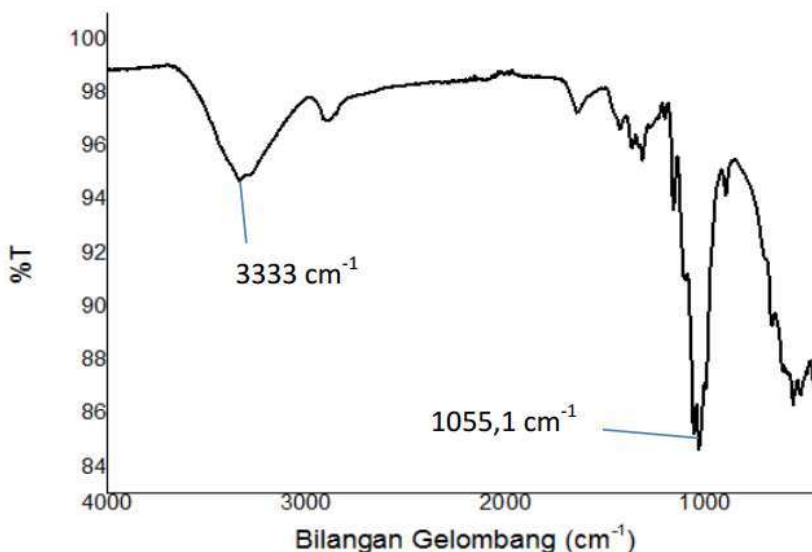
ΔH^0_m = Entalpi Pelelehan Polipropilena (207,1 J/gr)

Pengujian DSC/TGA pada penelitian ini menggunakan 2 proses pemanasan Komposit dimasukkan pada alat uji STA pada temperatur kamar, kemudian dinaikkan menuju temperatur 200°C dengan kecepatan 10°C/menit dan ditahan selama 10 menit untuk menghilangkan *thermal history* dari sampel. Kemudian temperatur diturunkan menuju temperatur kamar dengan kecepatan 10°C/menit dan ditahan selama 10 menit. Selanjutnya temperatur dinaikan lagi menuju 400°C.

3. Hasil dan Pembahasan

Beberapa hasil penelitian yang diperoleh dari penelitian kristalisasi.

Komposisi Kimia Selulosa dari Serat Sorgum



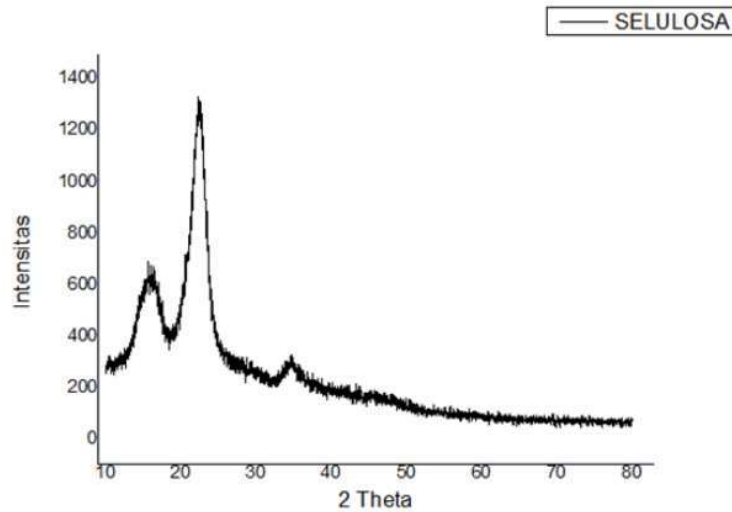
Gambar 1. Hasil Uji FTIR serat dengan perlakuan *bleaching*

Dari Hasil Uji FTIR, Sorgum hasil bleaching menunjukkan adanya indikasi ikatan selulosa pada peak 1028,5 cm⁻¹ dan 1055,1 cm⁻¹ yang ditunjukkan gambar 4.1. menunjukkan adanya ikatan C=O yang simetrik pada nilai transmittan 88,04% dan pada panjang gelombang 3333 cm⁻¹ menunjukkan adanya selulosa yaitu ikatan O-H dengan nilai transmittan . Pada panjang gelombang 1640 cm⁻¹ terdapat senyawa ikatan O-H yang menunjukkan adanya selulosa serta pada panjang gelombang 2892 cm⁻¹. Untuk serat alkalinisasi-pemutihan, puncak muncul dengan intensitas transmisi yang lebih tinggi yang menandakan adanya penurunan kadar selulosa. hal ini kemungkinan disebabkan oleh turut terdegradasinya selulosa oleh larutan sodium klorat. Selulosa yang kemungkinan besar terdegradasi adalah selulosa amorfus karena selulosa amorfus memiliki ketahanan kimia yang lebih rendah. Dari grafik tersebut juga terdapat tanda penurunan kadar hemiselulosa pada serat hasil pemutihan yang

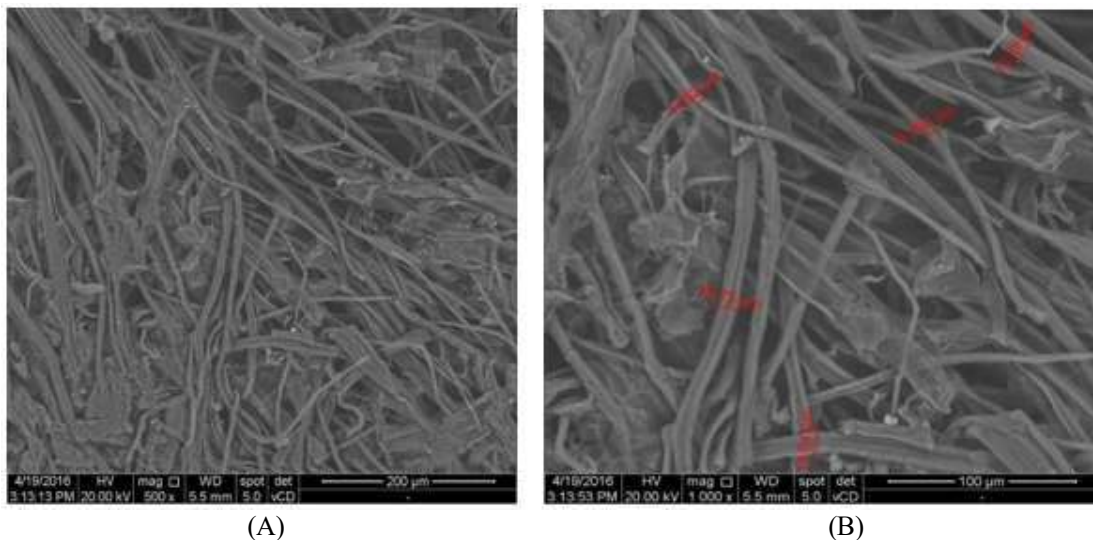
ditandai oleh tidak adanya puncak pada 1514 cm^{-1} yang merupakan peak dari hemiselulosa. Hasil ini serupa dengan penelitian yang dilakukan oleh Meng⁸, Paletto⁹ dan Yuanita¹⁰. Kandungan lignin masih ada pada Selulosa Mikro fibril Sorgum ditunjukkan pada panjang gelombang 2918 cm^{-1} yang menunjukkan adanya kandungan C-H *Stretching*.

Kristalinitas MFC Sorgum

Dari analisa uji XRD, *microfibrill cellulose* memiliki sifat kristalin. Ini ditunjukkan oleh peak tertinggi pada sudut 2θ sebesar $22,37$ dengan intensitas sebesar 635 . Dari perhitungan derajat kristalinitas, *Microfibrill Cellulose* mempunyai derajat kristalinitas sebesar $76,85\%$. Ini menunjukkan bahwa serat sorgum hasil bleaching bisa menghasilkan selulosa mikro fibril yang mempunyai kristalinitas yang relatif tinggi, ditunjukkan pada gambar 2.



Gambar 2. Hasil uji XRD Selulosa sorgum yang sudah diproses *bleaching*



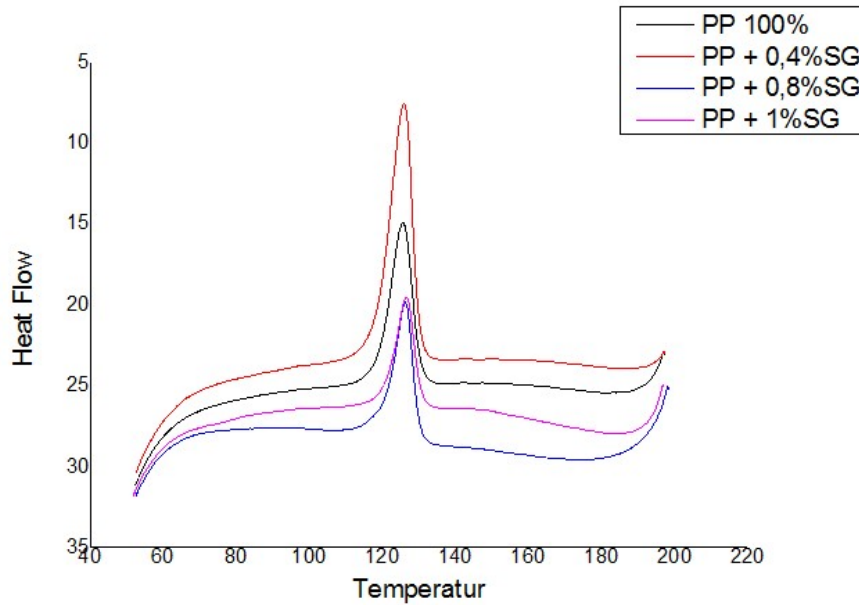
Gambar 3. Hasil Pengujian SEM, (A) perbesaran $200\ \mu\text{m}$, Gambar (B) perbesaran $100\ \mu\text{m}$ beserta ukuran mikro fibrilnya

Morfologi dan Ukuran Selulosa Mikro fibril Sorgum

Untuk menganalisa morfologi serat, Penampang (Indikasi adanya Pengotor) dan Ukuran Mikro fibril dari serat sorgum menggunakan Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM). Sampel serat yang diteliti pada pengujian SEM terlebih dahulu *dicoating* agar serat bersifat konduktor elektron. Hasil

pengujian sorgum yang di proses bleaching selama 4 jam (ditunjukkan pada gambar 3) menunjukkan morfologi seperti benang-benang fibrill namun masih belum sempurna dan masih terikat dan hasil Pengujian SEM menunjukkan ukuran mikrofibril hingga sebesar 4,552 μm dan paling besar yaitu 14,04 μm . Diketahui bahwa serat tanaman mempunyai kandungan selulosa, hemiselulosa, pektin dan lignin. Namun dengan proses *bleaching* menggunakan NaClO_2 dan campuran asam asetat, serat yang didominasi kandungan hemiselulosa, selulosa dan lignin menjadi selulosa mikrofibril dan telah mereduksi dan menghilangkan hemiselulosa dan lignin. Selulosa berukuran 4-14 μm dan identik dengan morfologi serat hemf dan kelapa.

Kristalisasi Produk Campuran PP+Selulosa Sorgum Hasil Uji DSC



Gambar 4. Kurva hasil pengujian DSC

Hasil pengujian DSC pada gambar 4 kemudian diolah data untuk menganalisa temperatur kristalisasi, lama waktu kristalisasi, temperatur leleh (melting dari Polimer) serta derajat kristalisasi dari polipropilena. Pada kurva terlihat adanya sedikit pergeseran kurva pada komposisi PP dengan penambahan komposisi sorgum sebanyak 0,4% wt ;0,8%wt ;1%wt selulosa mikrofibril dari sorgum serta harus adanya analisa temperatur kristalisasi dan waktu kristalisasi pada hasil pengujian DSC.

Temperatur Kristalisasi

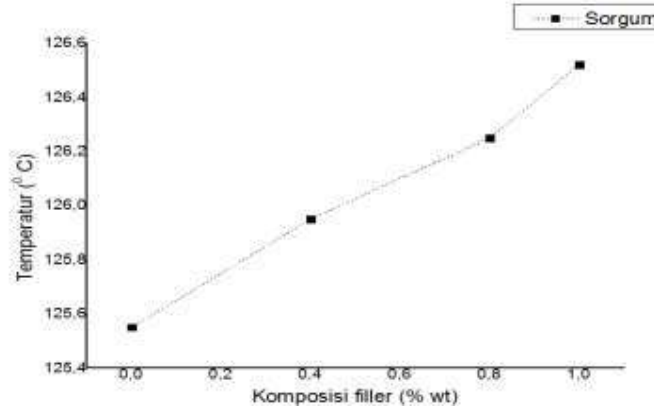
Dari pengujian DSC didapatkan data berupa temperatur kristalisasi dan waktu kristalisasi. Data hasil pengujian DSC didapatkan data sebagai berikut.

Tabel 1. Data hasil analisa pengujian DSC

No	MATERIAL	Tc ($^{\circ}\text{C}$)	Tm ($^{\circ}\text{C}$)	tc (minutes)	ΔHm (J/gr)	Xc (%)
1	PP Murni	125,50	163,03	8,438	49,82	24,05
2	PP + 0,4% wt MFC	125,95	163,40	8,483	53,00	25,60
3	PP + 0,8% wt MFC	126,25	161,87	8,380	67,52	32,60
4	PP + 1% wt MFC	126,51	162,03	8,260	48,92	23,62

Dari data pengujian DSC, dianalisa temperatur kristalisasi dan terindikasi bagaimana pengaruh selulosa sorgum sebagai zat aditif agen nukleasi dalam efek pembekuan. Pada grafik 4, menunjukkan bahwa

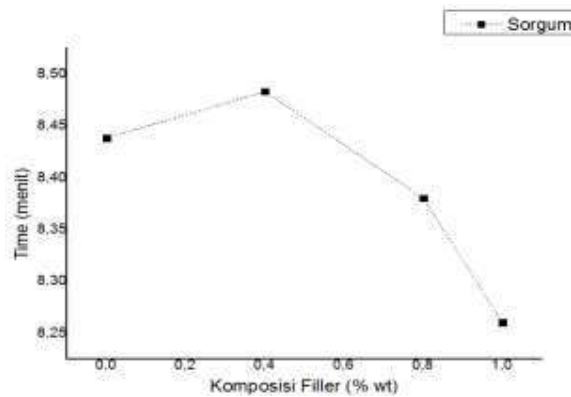
pemberian selulosa sorgum dapat meningkatkan temperatur kristalisasi. Dan pada komposisi 0,8% dan 1% adalah temperatur kristalisasi tertinggi diangka 126,25°C dan 126,51°C



Gambar 5. Temperatur Kristalisasi PP dan Sorgum

Waktu Kristalisasi

Pada penambahan selulosa sorgum hasil bleaching sebesar 0,8% wt dan 1% wt terjadi pendinginan masing-masing selama 8,260 dan 8,156 menit dan analisa menunjukkan terjadi percepatan kristalisasi selama 0,17- 0,28 menit (sekitar 10-16 detik) lebih cepat daripada PP murni.



Gambar 6. Waktu Kristalisasi PP dan Sorgum

Dari gambar 5 dapat disimpulkan bahwa penambahan selulosa sorgum dapat mempercepat kristalisasi dari Polipropilena hingga 16 detik.

4. Kesimpulan

Penambahan selulosa sorgum hasil proses pemutihan terbukti dapat menimbulkan efek pada proses kristalisasi Polipropilena. Kristalinitas PP dengan penambahan selulosa mikrofibril sorgum sebesar 0,8% wt dan 1% mempunyai temperatur kristalisasi optimum masing-masing yaitu 126,25°C dan 126,51°C sehingga selulosa mikrofibril sorgum mempunyai efek kristalinitas yang baik terhadap PP. Sedangkan pada lama waktu kristalisasi, penambahan selulosa sorgum dapat mempercepat terjadinya kristalisasi hingga 16 detik lebih cepat daripada PP murni. Sedangkan derajat kristalinitas (X_c) tertinggi adalah pada komposisi 0,8% yaitu 32,6%

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih kepada Bapak Dr. Mochamad Chalid, S.Si,M.Sc.Eng,Ibu Dr.Eng. Nelly Rahman sebagai Dosen Pembimbing dalam jurnal ini. Terima kasih kepada BATAN, Universitas Syarif Hidayatullah, Staff Karakterisasi Material dan CMPFA Universitas Indonesia serta pihak-pihak yang tidak bisa disebutkan namanya satu-persatu.

References

- Data Riset, Media. 2013. Perkembangan Industri Bahan Baku Plastik di Indonesia .Jakarta
- Kementerian Perindustrian. 2015. Rencana Induk Pembangunan Industri Nasional 2015-2035. Jakarta
- Kementerian Pertanian. Rencana Strategis Kementerian Pertanian Republik Indonesia 2015-2019. Jakarta
- Jamasri.2008. Prospek Pengembangan Komposit Serat Alam di Indonesia. UGM, Yogyakarta.
- Maheswari,C.U.,Reddy,K.O.,Muzenda,E.,Guduri,B.R.,Rajulu,A.V. 2012. *Extraction and Characterization of Cellulose Microfibrils from Agricultural Residue – Cocos Nucifera L. Biomass and Bioenergy*, 46, 555-563.
- Meng,H, Sin, T., Lan, T., Hui,D., Chong. 2015. *Extraction of Cellulose nanocystals from Plant Sources for Application as Reinforcing Agent in Polymers*. Composite Part B.176-200
- Serna, S.O, and Heredia-Olea, S.E.. *Sorghum as a Multifunctional Crop for the Production of Fuel Ethanol: Current Status and Future Trends*. Prof. Marco Aurelio Pinheiro Lima (Ed.), ISBN: 978-953-51-0008-9
- Yuanita, E., Pratama, Juninko, Chalid, M. 2015. *Multistages preparation for microfibrillated celluloses based on Arenga Pinnata Fibre*. Procedia Chemistry: 608-615