

Karakterisasi Komposit Fiber Selulosa-Silika dengan Pelarut Ethanol

Alfacino Brillian Al'amiin, Ahmad Fahri Husaini, Srie Muljani*

Program Studi Teknik Kimia, Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
Jl. Raya Rungkut Madya Gunung Anyar, Surabaya 60294, Indonesia

*)Penulis Korespondensi: sriemuljani.tk@upnjatim.ac.id

Received 1 April ; Accepted 30 Desember 2020; Available online 31 Mei 2021

Abstrak

Dalam penelitian ini dilakukan proses sintesis komposit fiber selulosa-silika dengan proses pretreatment yaitu berupa selulosa yang dilarutkan dengan ethanol. Proses pretreatment tersebut dilakukan untuk meregenerasi selulosa sehingga akan terbentuk fiber. Dalam hal ini ethanol berfungsi untuk mempresipitasi struktur kristal dari selulosa. Selulosa yang digunakan berupa Carboxy Methyl Selulosa dan silika berasal dari abu sekam padi yang diperoleh dengan ekstraksi. Hasil yang dikehendaki dengan proses tersebut adalah terbentuknya serat-serat dari selulosa sehingga pada proses polimerisasi, silika yang ditambahkan akan tertanam didalam serat-serat selulosa tersebut. Serat-serat pada komposit ini akan memperkuat struktur dari komposit yang terbentuk. Penelitian dilakukan dengan pencampuran silica dan cmc hasil treatment lalu dilakukan proses netralisasi dengan menggunakan asam asetat sehingga terbentuk gel yang akan dilaukan pengeringan. Tahapan lebih lanjut dalam penelitian ini adalah mengetahui karakteristik dari komposit yang terbentuk yang diselidiki melalui SEM dan analisis spectral FTIR. Intensitas gelombang pada FTIR menunjukkan bahwa komposit selulosa-silika telah terbentuk. Sedangkan pada SEM menunjukkan bahwa partikel silika telah terdispersi ke dalam serat selulosa. ukuran partikel bergantung pada jumlag cmc dan kondisi pH yang dapat dilihat dari pH penambahan 8 gr CMC menunjukkan ukuran partikel sebesar 1270 nm dan ukurannya mengecil pada penambahan CMC 12 gr dengan ukuran partikel sebesar 605 nm.

Kata kunci: Selulosa; Silika; Komposit; Fiber

Abstract

In this research, the synthesis of cellulose-silica fiber composites was carried out with a pretreatment process in the form of cellulose dissolved with ethanol. The pretreatment process is carried out to regenerate cellulose so that fibers will form. In this case, ethanol serves to precipitate the crystalline structure of cellulose. The cellulose used in the form of Carboxy Methyl Cellulose and silica derived from rice husk ash obtained by extraction. The desired result of this process is the formation of fibers from cellulose so that in the polymerization process, the added silica will be embedded in the cellulose fibers. The fibers in this composite will strengthen the structure of the composite formed. The study was conducted by mixing silica and CMC from the treatment results and then carried out a neutralization process using acetic acid to form a gel that will be carried out by drying. Further stages in this study were to determine the characteristics of the formed composites which were investigated through SEM and FTIR spectral analysis. The wave intensity at FTIR shows that the cellulose-silica composite has formed. Whereas the SEM shows that silica particles have dispersed into cellulose fibers. The particle size depends on the amount of CMC and pH conditions that can be seen from the pH of 8 gr CMC addition shows the particle size is 1270 nm and the size decreases of 12 gr CMC with particle size of 605 nm.

Keywords : Cellulose; Silica; Composite; Fiber

PENDAHULUAN

Dewasa ini kebutuhan akan material komposit terus mengalami peningkatan. Hal tersebut dikarenakan sifatnya yang kuat, ringan dan dapat diatur sesuai dengan

kebutuhan yang diinginkan. Material komposit tersusun atas matriks dan filler sebagai penguatnya (Sriyanti, I, 2014). komposit juga dapat diartikan sebagai suatu bahan campuran yang disusun atas beberapa komponen yang memiliki sifat khusus dan

membentuk satu sifat yang saling melengkapi jika berikatan. Dalam hal ini komposit merupakan suatu kajian yang harus dikembangkan lebih lanjut, karena dari sifat-sifat partikelnya memiliki banyak keunggulan yaitu murah karena bahan dasarnya dapat diperoleh dari alam, memiliki berat yang ringan, mempunyai kekuatan dan tingkat kekakuan yang dapat tinggi. (Pinto, R. J. B. et al. 2008) & (Dwandaru, Wipar Sunu Brams. 2012). Sintesis komposit berbahan dasar limbah telah banyak dikembangkan dengan berbagai macam metode dan beragam aplikasi (Muljani, S. et al. 2018) & (Sarifudin, S. A., Tarkono and Sugiyono, 2013) Keberadaan silika di dalam abu sekam padi dapat dimanfaatkan lebih lanjut untuk mensintesa suatu material komposit (Syahrani, F. P., Ernawati, E. E. and Tjokronegoro, R., 2016). Penelitian dalam bidang sintesis komposit selulosa-silika dari abu sekam dan carboxy methyl selulosa juga telah dilakukan sebelumnya (Assegaff, H.D., Reyhan. Z., 2017). Pada penelitian tersebut didapat bahwa partikel silika belum terdispersi secara merata dalam permukaan fiber selulosa. Sintesis dan karakterisasi komposit fiber selulosa-silika berbahan dasar Microcrystalline selulosa dan TEOS (Tetra Ethyl Ortho Silicate) dengan penambahan pelarut ethanol telah dilakukan sebelumnya. Dengan metode tersebut fiber selulosa dapat terbentuk dikarenakan terpresipitasikannya Microcrystalline selulosa didalam ethanol. Sehingga partikel silika dari TEOS (Tetra Ethyl Ortho Silicate) dapat mengisi pori-pori fiber selulosa secara merata, sehingga diperoleh komposit dengan karakter yang baik (Jia, N. et al., 2011).

Pada penelitian ini digunakan paduan nanokomposit antara selulosa dan silika. Selulosa fiber biasa digunakan dalam polimer komposit karena memiliki rantairantai yang dapat bergabung menjadi satu kesatuan membentuk mikrofibril, bagian

kristalin akan bergabung dengan bagian nonkristalin. Mikrofibril-mikrofibril akan bergabung membentuk fibril, selanjutnya gabungan fibril akan membentuk serat. Serat fiber selulosa itulah yang akan diisi oleh silika sebagai bahan filler (penguatnya). Bahan silika dipilih sebagai filler karena memiliki stabilitas kimia yang baik, tidak larut dalam air, daya tahan terhadap temperatur tinggi. Selain itu silika juga mudah diperoleh dari bahan anorganik maupun bahan organik. Penelitian pembuatan komposit silika-selulosa umumnya dilakukan dengan menggunakan bahan awal TEOS (Tetra Ethyl Ortho Silicate) sebagai sumber dari silikanya. Selain itu silika dapat diperoleh dari bahan limbah berupa abu sekam padi, limbah geothermal sludge, dan pasir silika. Dalam penelitian ini dipilih sumber silika dari abu sekam padi karena sumbernya yang berlimpah, mudah diperoleh, lebih murah dari TEOS (Tetra Ethyl Ortho Silicate) dan dapat meningkatkan daya guna dari limbah pertanian. Pengambilan silika dari abu sekam padi menggunakan metode ekstraksi dengan pelarut NaOH.

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis komposit fiber selulosa-silika. Dimana sumber selulosa yang didapat dari CMC (Carboxy Methyl Selulosa) dan dengan keberadaan ethanol yang berfungsi untuk meregenerasi selulosa sehingga membentuk fiber dan silika yang berasal dari abu sekam padi. Dalam hal ini dilakukan kondisi peubah untuk mengkarakteristikan komposit yang terbentuk yaitu berupa konsentrasi selulosa untuk mengetahui waktu pembentukan komposit selulosa-silika yang terbaik serta untuk memaksimalkan silika yang dapat tertanam di dalam permukaan fiber selulosa. Selain itu, dilakukan kondisi peubah pH dengan menggunakan titrasi asam asetat secara bertahap, perubahan pH ini dimaksudkan untuk mengetahui luas permukaan dan diameter pori komposit

yang terbentuk pada beberapa kisaran pH yang digunakan, dimana semakin rendah pH maka luas permukaan dan diameter pori komposit yang terbentuk akan semakin besar.

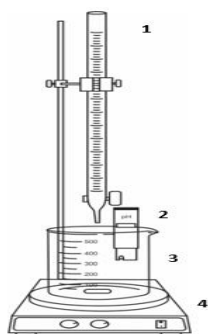
METODOLOGI PENELITIAN

Bahan

Bahan-bahan yang dipakai pada penelitian ini adalah : Na_2SiO_3 yang diekstraksi dari abu sekam padi, Ethanol dengan kemurnian 98%, Sodium hydroxide, Acetic acid, Carboxymethyl Selulosa, Amonium Hidroksida & Air Demineralisasi

Alat

Peralatan yang dipakai dalam penelitian ini yaitu : Buret, pH meter, Beaker glass & Magnetic Stirrer. Rangkaian alat ditunjukkan pada gambar 1



Keterangan :

1. Buret
2. pH meter
3. Beaker glass
4. *Magnetic Stirrer*

Variabel Penelitian

Variabel terkontrol penelitian ini ditetapkan kondisi sebagai berikut: Kecepatan putaran pengaduk $\pm 100\text{rpm}$, kondisi operasi tekanan atmosfer, Volume Ethanol 50 ml, 1 ml Amonium Hidroksida, Na_2SiO_3 dari abu sekam 50 ml, asam asetat 1N & Air 200 ml. Variabel bebas yang digunakan yaitu : pH larutan : 4; 6; 8; 10; 12, Berat CMC : 8 gr; 9 gr; 10 gr; 11 gr; 12 gr. Variabel terikat yaitu variabel yang diperoleh terkait dengan variabel bebas yang dijalankan yaitu banyaknya komposit yang diperoleh.

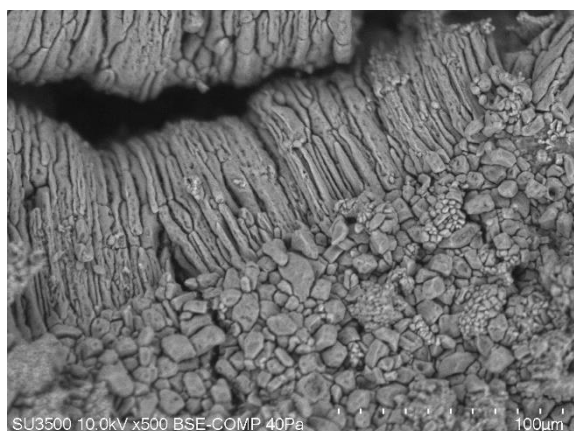
Prosedur Penelitian

Prosedur kerja diawali dengan pre treatment terhadap CMC dengan berat sesuai dengan peubah (8, 9, 10, 11, 12 gram), kemudian dilarutkan dalam 50 ml etanol, 10 ml aquadest dan 1 ml ammonium hidroksida. Sampai larutan dianggap homogen. Campur etanol-CMC dengan Na_2SiO_3 dengan rasio volume Na_2SiO_3 dan aquadest 1:5 (250 mL). Proses pelarutan dibantu dengan pengadukan. Setelah CMC-Ethanol larut dalam Na_2SiO_3 , lalu dilakukan acidifikasi dengan meneteskan CH_3COOH yang mempunyai konsentrasi sebesar 1 N secara simultan dengan tetap dilakukan pengadukan sampai didapat nilai pH dalam campuran sesuai dengan peubah (4, 6, 8, 10 dan 12). Kemudian dilakukan proses aging dan biarkan gel atau precipitate terbentuk secara sempurna. Setelah itu lakukan penyaringan untuk memisahkan gel dengan sisa pelarut yang ada. Precipitate atau gel yang sudah bersih disaring kembali untuk dilanjutkan ke proses drying. Proses drying dilakukan dengan bantuan oven pada suhu 100°C selama 4 jam. Hasil proses drying akan didapat komposit silika-cmc berupa lembaran tipis di permukaan petridish.

HASIL DAN PEMBAHASAN

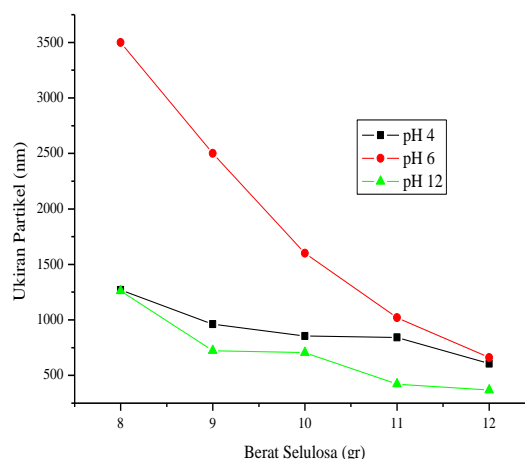
Komposit silika-selulosa dibentuk dengan menambahkan larutan Na_2SiO_3 yang didapat dari ekstraksi abu sekam padi kedalam larutan CMC yang telah dilarutkan dengan campuran etanol dan NH_4OH . Pada saat proses treatment selulosa dengan etanol dan NH_4OH . Proses acidifikasi dengan menggunakan asam asetat dengan cara di titrasi. Titrasi asam asetat pada komposit bertujuan untuk mengontrol pH yang membuat silika mulai terpolimerisasi yang akan dikeringkan untuk menurunkan kandungan air komposit. Komposit silika-selulosa memiliki sifat fisik yang berbeda

bergantung dengan komposisi dan kondisi pH saat proses polimerisasi.



Gambar 2. Hasil uji SEM komposit

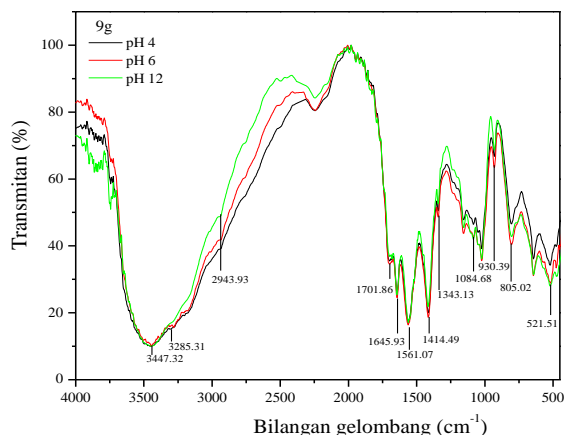
SEM digunakan untuk melihat morfologi dari komposit yang dibuat. Dalam penelitian ini dilihat bentuk, ukuran dan penyebaran partikel yang ada. Dari gambar 4.6 dapat dilihat bahwa silika tertanam di permukaan fiber selulosa. Dari gambar juga dapat terlihat bahwa silika yang diwakili oleh partikel berbentuk bulat tersalur merata diseluruh permukaan fiber selulosa dengan ukuran yang seragam. Dari Gambar 2 juga dapat terlihat bahwa telah terbentuk serat fiber selulosa karena adanya treatment selulosa dengan menggunakan ethanol dan NH₄OH. Jumlah gram CMC dan pH juga mempengaruhi ukuran dari partikel silika yang tertanam ke permukaan fiber selulosa. Data tersebut dapat disajikan dalam gambar 3. Dari Gambar 3 menunjukkan bahwa semakin banyak penambahan CMC maka ukuran partikel semakin mengecil dapat dilihat dari pH penambahan 8 gr CMC menunjukkan ukuran partikel sebesar 1270 nm dan ukurannya mengecil pada penambahan CMC 12 gr dengan ukuran partikel sebesar 605 nm



Gambar 3. Grafik perbandingan ukuran partikel silika dalam komposit silika-selulosa

Pada grafik juga dapat terlihat bahwa pH juga berpengaruh pada ukuran partikel dimana pH 6 memiliki ukuran partikel yang lebih besar dibanding pH 4 dan pH 12 yang memiliki ukuran yang paling kecil yaitu sekitar 367 nm dengan penambahan CMC 12 gr. Perbedaan ukuran dan penyebaran partikel dari setiap pH adalah akibat dari proses polimerisasi silika yang sangat sensitive dengan pH dan kadar garam. Semakin kecil nilai pH bias membentuk ukuran partikel yang kecil namun dengan nilai pH besar juga bisa membentuk partikel yang kecil dengan bantuan dari garam yang dalam penelitian ini terbentuk karena adanya reaksi antara asam asetat dan NaOH.

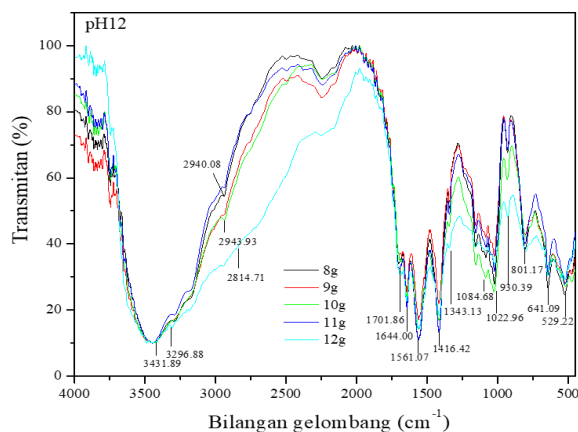
Untuk mengetahui gugus yang terbentuk setelah proses sintesis komposit selesai, maka dilakukan proses Analisa gugus fungsi yang terbentuk dengan menggunakan metode spektroskopi dengan FTIR spectrophotometer (8400S/Shimadzu). Adanya Analisa gugus fungsi ini bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi serta reaksi yang terbentuk selama proses sintesis. Dasar Analisa yang dilakukan adalah menurut frekuensi vibrasi yang dihasilkan oleh gugus yang ada pada komposit yang terbentuk, sehingga akan terdapat puncak dengan beberapa frekuensi yang berbeda.



Gambar 5. Spektra FTIR pada nanokomposit Selulosa-Silika pada penambahan 9 gram selulosa dan pH 4,6, dan 12.

Gambar 5 menunjukkan adanya puncak pada bilangan gelombang $3447,32\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus Si-OH dan gugus -OH yang bebas. Vibrasi gelombang kehadiran kedua gugus tersebut meregang hingga gelombang $3285,31\text{ cm}^{-1}$. Regangan pada gelombang $2934,93\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya regangan gugus fungsi C-H dari kelompok alkana. Puncak gelombang pada $1701,86\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan gelombang dari kelompok gugus C=O yang juga dapat dikaitkan dengan hadirnya selulosa dan gugus aromatik. Gugus C=C aromatik dan kelompok alkena lainnya juga diperkuat dengan adanya regangan gelombang antara $1414,49\text{ cm}^{-1}$ hingga $1561,07$ dimana gugus tersebut adalah gugus yang identik dengan gugus karboksimetil selulosa. Gugus aromatik lainnya berupa C-H juga tertangkap pada puncak gelombang $1343,13\text{ cm}^{-1}$. kelompok fungsional silika Si-O-Si ditunjukkan oleh vibrasi gelombang $1084,04\text{ cm}^{-1}$, Si-O pada $1022,96\text{ cm}^{-1}$, dan Si-H pada regangan gelombang dari $477,15\text{ cm}^{-1}$ hingga $805,02\text{ cm}^{-1}$. Berdasarkan gambar 4.1 tersebut maka ditunjukkan bahwa pH akan berpengaruh pada regangan gelombang gugus fungsi C-H dari kelompok alkana, gugus Si-OH dan gugus Si-H pada komposit yang terbentuk. Namun terdapat bukti yang menunjukkan bahwa sintesis komposit berhasil dimana gugus fungsional

siloksan (Si-O-Si) dan gugus fungsional silanol (Si-OH) yang merupakan gugus khas dari silika terdapat pada intensitas gelombang pada beberapa percobaan variasi pH. Kedua gugus yang tertangkap pada intensitas gelombang tersebut menunjukkan bahwa silika telah berikatan dalam karboksimetil selulosa dengan sifat dan karakter yang hampir serupa pada beberapa variasi pH. Selain itu beberapa gugus karboksimetil selulosa juga tertangkap dalam beberapa intensitas regangan gelombang yaitu gugus C-H dari kelompok alkana, kelompok gugus C=O yang juga dapat dikaitkan dengan hadirnya selulosa dan gugus aromatik serta gugus C=C aromatik dan kelompok alkena. Namun intensitas gelombang yang dihasilkan dari hasil uji Analisa FTIR menunjukkan bahwa gugus dari kelompok karboksimetil selulosa, serta gugus dari kelompok silika yaitu gugus Si-H menghasilkan regangan gelombang yang bervariasi dengan perbedaan pH, hal tersebut juga dipengaruhi oleh pengatur pH yang digunakan yaitu berupa asam organik (Asam Asetat) sehingga beberapa senyawa dan ion dalam asam asetat tersebut dapat mempengaruhi karakter dari komposit yang terbentuk, dan telah terbukti dari intensitas regangan gelombang yang dihasilkan oleh uji FTIR. Hasil yang sama juga terlihat pada variasi intensitas gelombang dengan jumlah gram CMC tertentu pada pH yang sama.



Gambar 6 Spektra FTIR pada nanokomposit Selulosa-Silika pada pH 12 dan penambahan selulosa sebesar 8 gr, 9 gr, 10 gr, 11 gr, dan 12 gr.

Gambar 6 menunjukkan adanya perbedaan intensitas gelombang yang dipengaruhi oleh banyaknya selulosa yang ada dalam komposit yang dibuat. Rentang gelombang 2000 cm^{-1} - 3500 cm^{-1} menunjukkan perbedaan intensitas gelombang yang sangat ketara.

SIMPULAN

Komposit Fiber selulosa-silika dapat dibuat dengan menggunakan Selulosa dari CMC yang di treatment dengan ethanol dan Silika dari ekstraksi abu sekam padi. Komposit Fiber selulosa-Silika membentuk partikel berukuran 306 nm pada penambahan CMC 12gr dan kondisi pH 12. Ethanol dan NH_4OH mempunyai peranan dalam meregenerasi selulosa dan membentuk presipitat fiber selulosa. Variasi gr CMC dan pH mempengaruhi intensitas regangan pada uji FTIR yang dilakukan pada Komposit yang dibuat.

SARAN

Perlu dilakukannya penelitian lanjut untuk sintesis *Fiber selulosa-silika* dengan variabel perbedaan jumlah CMC yang ditambahkan. Selain itu perlu dilakukan uji lebih lanjut untuk mengetahui fungsi lain dari Komposit yang dibuat. Serta diperlukan alternatif senyawa – senyawa yang mengandung gugus selulosa yang dapat digunakan dalam proses komposit.

DAFTAR PUSTAKA

- Assegaff, H.D., Reyhan. Z. (2017). "Sintesis dan karakterisasi nanokomposit selulosa-silika hybrid berbahan abu sekam padi dan CMC (Carboxy Methyl Selulosa)". Surabaya.
- Dwandaru, Wipsar Sunu Brams. 2012. "Aplikasi nanosains dalam berbagai bidang kehidupan: nanoteknologi". Yogyakarta: FMIPA Universitas Negeri

Yogyakarta.Teknik Kimia Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur.

- Jia, N. *et al.* (2011) 'Synthesis and characterization of cellulose-silica composite fiber in ethanol /water mixed solvents', *BioResources*, 6(2), pp. 1186–1195. doi: 10.15376/biores.6.2. 1186-1195.
- Muljani, S. *et al.* (2018) 'Synthesis of Matrix Si-K-HAs Gel from Geothermal Sludge and Peat', *Reaktor*, 18(2), p. 76. doi: 10.14710/reaktor. 18.2.76-83.
- Pinto, R. J. B. *et al.* (2008) 'Novel SiO₂/cellulose nanocomposites obtained by in situ synthesis and via polyelectrolytes assembly', *Composites Science and Technology*, 68(3–4), pp. 1088–1093. doi: 10.1016/j.comps citech.2007.03.001.
- Sarifudin, S. A., Tarkono and Sugiyono (2013) 'Analisa Perilaku Mekanik Komposit Serat Kapuk Randu Menggunakan Matrik Polyester', *Jurnal Fema*, 1(2), pp. 65–72.
- Sriyanti, I. (2014) 'Nanocomposite prepared by simple mixing method', *PROCEEDING OF THE THIRD INTERNATIONAL SEMINAR ON SCIENCE EDUCATION "Challenging Science Education in The Digital Era"*, pp. 1–6. doi: 0012-1606(90)90078-W [pii].
- Syahrani, F. P., Ernawati, E. E. and Tjokronegoro, R. (2016) 'Pembuatan Komposit Selulosa Asetat-Silika Sekam Padi', pp. 27–28