

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
PERNYATAAN BEBAS PLAGIASI	iii
PRAKATA	iv
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN	xvi
INTISARI	xvii
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Batasan Masalah	6
1.4 Keaslian Penelitian	6
1.5 Tujuan Penelitian	6
1.6 Manfaat Penelitian	7
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Kajian Pustaka	8
2.1.1 Sifat Mekanis Serat Alam	8
2.1.2 Komposisi Kimia Serat Alam	10
2.1.3 Selulosa (<i>cellulose</i>)	11
2.1.4 Keberadaan Selulosa	11
2.1.5 Komponen Penyusun Serat Alam Lainnya	12
2.1.6 Perlakuan Alkalisasi Serat	13
2.1.7 Perlakuan Bleaching Serat	14
2.1.8 Nanoselulosa (<i>Nanocellulose</i>)	15
2.1.9 Nanokomposit-Polimer UPR (<i>unsaturated polyester resin</i>)	24
2.1.10 Nanokomposit-Polimer PVA (<i>polyvinyl alcohol</i>)	29
2.1.11 Ringkasan Tinjauan Pustaka	33
2.2 Landasan Teori	34
2.2.1 Rekasi Kimia Alkalisasi pada Serat Alam	34

2.2.2	Rekasi Kimia <i>Bleaching</i> pada Serat Alam	35
2.2.3	Hidrolisis Asam Sulfat pada Serat Alam	35
2.2.4	Ultrasonikasi pada Serat Alam	37
2.2.5	UPR (<i>Unsaturated Polyester Resin</i>)	37
2.2.6	PVA (<i>Polyvinyl Alcohol</i>)	39
2.2.7	Analisis Serat Pendek (<i>Discontinuous Fiber</i>)	39
2.2.8	Taguchi	42
2.2.9	Uji Tarik Serat Tunggal	44
2.2.10	Uji Tarik Nanokomposit Film	45
2.2.11	Uji Tarik Nanokomposit	45
2.2.12	Pengujian XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	47
2.2.13	Foto SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>)	48
2.2.14	Pengujian FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>)	49
2.2.15	Foto TEM (<i>Transmission Electron Microscope</i>)	50
2.2.16	Pengujian TGA (<i>X-Ray Diffraction</i>)	51
2.2.17	Pengujian DSC (<i>Differential Scanning Calorimetry</i>)	52
BAB III. METODE PENELITIAN		54
3.1	Bahan	54
3.2	Alat	54
3.2.1	Alat Ekstraksi Kimia dan Manufaktur Komposit	54
3.2.2	Alat Uji Kimia, Fisis, Mekanis dan Ketahanan Panas Material	54
3.3	Diagram Alir Penelitian	55
3.4	Uraian Tahapan Penelitian	57
3.4.1	Ekstraksi Kimia	57
3.4.2	Pembuatan Nanoselulosa dengan Hidrolisis Asam Sulfat (H ₂ SO ₄)	59
3.4.3	Metode Fibrilisasi dengan Ultrasonikasi	61
3.4.4	Pembuatan dan Karakterisasi Produk CSC dari Proses <i>High Speed Blender</i> (HSB)	63
3.4.5	Pembuatan dan Karakterisasi Produk Nanokomposit Film	64
3.4.6	Pengaruh Penambahan Filler CNF terhadap Kekuatan Tarik Komposit	65
3.5	Karakterisasi Material	67
3.5.1	Uji Komposisi Kimia	67

3.5.2	Pengamatan SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	67
3.5.3	Pengamatan TEM (<i>Transmission Electron Microscopy</i>)	67
3.5.4	Uji XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	67
3.5.5	Uji FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>)	68
3.5.6	Uji TGA (<i>Thermalgravimetric Analyzer</i>)	68
3.5.7	Uji DSC (<i>Differential Scanning Calorimetry</i>)	68
3.5.8	Uji Tarik	68
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN		69
4.1	Pengaruh Perlakuan Kimia	69
4.1.1	Hasil Perlakuan Dewaxed dan Alkalisasi pada Serat	69
4.1.2	Aplikasi Metode Taguchi untuk Memilih Parameter Perlakuan <i>Bleaching</i>	71
4.2	Komposisi Kimia Serat <i>Agave cantala</i>	75
4.3	Pengaruh Perlakuan Hidrolisis Asam Sulfat dan Ultrasonikasi terhadap CNF	75
4.3.1	Pengaruh Perlakuan Waktu Ultrasonikasi terhadap Morfologi CNF	77
4.3.2	Pengaruh Perubahan Waktu Ultrasonikasi terhadap Kristalinitas, Gugus Fungsi, dan Ketahanan Termal	83
4.3.2.1	Analisis Uji XRD CNF	84
4.3.2.2	Analisis Uji FTIR CNF	87
4.3.2.3	Analisis Uji TGA-DTA	88
4.4	Fibrilisasi Serat menggunakan <i>High Speed Blender</i> (HSB) untuk Pembuatan Produk CSC (<i>Cellulose Sheet Composite</i>)	93
4.4.1	Morfologi CS (<i>Cellulose Sheet</i>)	95
4.4.2	Pengaruh Perlakuan Mekanis HSB terhadap Sifat Fisis CS (<i>Cellulose Sheet</i>)	100
4.4.3	Pembuatan Produk CSC (<i>cellulose sheet composite</i>)	100
4.4.4	Uji FTIR	102
4.4.5	Analisa Sifat Mekanis dan Morfologi CSC	102
4.4.6	Analisis TGA pada Spesimen CSC	104
4.5	Karakterisasi Fisis, Mekanis, dan <i>Thermal</i> Pada Produk PVA Nanokomposit Film Diperkuat CNF	106
4.5.1	Morfologi CNF Setelah Proses Isolasi	106

4.5.2	Morfologi dan Nilai Serapan UV-Vis (<i>Ultraviolet-Visible</i>) Pada PVA/CNF Nanokomposit Film	107
4.5.3	Sifat Fisis Material PVA/CNF Nanokomposit Film	110
4.5.4	Karakterisasi Sifat Mekanis Material PVA/CNF Nanokomposit Film	112
4.5.5	Karakterisasi Sifat Ketahanan Panas (<i>Thermal Stability</i>) Material PVA/CNF Nanokomposit Film	114
4.6	Pengaruh Penambahan Serbuk CNF dalam Matriks UPR	118
4.6.1	Bentuk Patahan Komposit	121
4.6.2	Pengaruh Penambahan Serbuk CMF Terhadap Ketahanan Panas	123
BAB V. PENUTUP		125
5.1	Kesimpulan	125
5.2	Saran	126
DAFTAR PUSTAKA		127
LAMPIRAN		
	Lampiran 1. Kekuatan Tarik Serat Tunggal dengan Metode Taguchi	135
	Lampiran 2. Hasil Uji Komposisi Kimia Serat Alam	141
	Lampiran 3. Ekstraksi Kimia terhadap Sifat Fisis Serat (FTIR & XRD)	142
	Lampiran 4. Hasil Kekuatan Tarik <i>Cellulose Sheet Composite</i> (CSC)	146
	Lampiran 5. ASTM D3379-75	152
	Lampiran 6. Hasil Kekuatan Tarik Nanokomposit Film	154
	Lampiran 7. Penambahan <i>Filler</i> CNF dalam UPR	156
	Lampiran 8. ISO 527-2	163
ABBREVIATIONS		164

DAFTAR GAMBAR

1.1	Jenis tanaman <i>Agave</i>	4
2.1	Komponen sedan Mercedes Benz E-class berbahan dasar serat <i>hemp</i>	9
2.2	Pengaruh panjang ukur terhadap kekuatan tarik serat tunggal <i>pineapple</i>	10
2.3	Susunan kimia selulosa serat alam	11
2.4	Struktur fisis susunan sel serat alam	12
2.5	Struktur kimia hemiselulosa serat alam	12
2.6	Struktur kimia lignin pada serat alam	13
2.7	Struktur kimia pectin pada serat alam	15
2.8	Struktur fisis serat alam	16
2.9	Foto TEM	20
2.10	Foto TEM	21
2.11	Foto TEM CNF	22
2.12	Spektrum XRD	22
2.13	Analisis TGA	23
2.14	Foto SEM	24
2.15	Ilustrasi pengaruh CNTs pada lapisan interlaminar komposit	25
2.16	Pengaruh penambahan CNT dalam matriks UPR	26
2.17	Pengaruh penambahan INF dalam matriks UPR	28
2.18	Pengaruh penambahan filler CNF dalam matriks	29
2.19	Pengaruh penambahan nanoselulosa dalam PVA nanokomposit film	30
2.20	Pengaruh penambahan CNC dalam nanokomposit zat pati	31
2.21	Foto SEM nanokomposit PVA/ <i>starch</i> dengan penambahan konsentrasi	32
2.22	Pengaruh penambahan nanoselulosa dalam PVA nanokomposit film	32
2.23	Produk PVA nanokomposit film serat bambu	33
2.24	Ilustrasi pemecahan daerah <i>amorphous material</i>	36
2.25	Reaksi kimia hidrolisis asam sulfat pada selulosa	37
2.26	Ilustrasi proses kavitasi pada proses <i>ultrasonic homogenizer</i>	37
2.27	Ilustrasi skema ikatan UPR dan penguat dari bahan serat alam	38
2.28	Komposisi kimia PVA	39
2.29	Tipe <i>discontinuous fibers</i>	40
2.30	<i>Representative Volume Elements (RVE) aligned short fiber</i>	40

2.31	Pengaruh panjang pada distribusi tegangan sepanjang serat menurut Kelly-Tyson Model	41
2.32	Hubungan aspek rasio (L/d) terhadap perbandingan modulus elastisitas serat dan matriks (E_f/E_m) pada beberapa jenis serat	42
2.33	Spesimen uji tarik serat tunggal ASTM D3379-75	44
2.34	Standar uji tarik ISO 527-2	46
2.35	Difraksi sinar X pada bidang datar partikel atom	48
2.36	Bagian-bagian dari alat uji SEM	49
2.37	Bagian-bagian dari alat uji FTIR	50
2.38	Bagian-bagian dari alat uji TEM	51
3.1	Diagram alir optimalisasi bleaching dengan metode Taguchi	55
3.2	Diagram alir pembuatan dan karakterisasi nanoselulosa dari serat mentah dengan metode ekstraksi kimia dan mekanis	56
3.3	Diagram alir pengaruh penambahan nanoselulosa dalam matriks PVA dan UPR	57
3.4	Proses perendaman serat dengan alat	58
3.5	Proses hidrolisis asam sulfat (H_2SO_4) dengan <i>burrete tube</i>	60
3.6	Perendaman larutan suspensi dalam es	60
3.7	Proses sentrifugasi nanoselulosa	58
3.8	Peralatan <i>Ultrasonic Homogenizer</i> daya 600 watt	62
3.9	Skema metode proses pembuatan CNF dengan hidrolisis asam sulfat	62
3.10	Ilustrasi metode pembuatan CSC dengan <i>High Speed Blender</i>	64
3.11	Skema alur pembuatan produk PVA/CNF nanokomposit film	65
3.12	Skema alur penambahan <i>filler</i> CNF dalam resin polyester	66
3.13	Spesimen uji tarik serat tunggal ASTM D 3379-75	65
4.1	Photo SEM <i>raw material</i> serat <i>Agave cantala</i>	69
4.2	Photo SEM setelah proses <i>dewaxed</i> dan alkali	70
4.3	Perlakuan alkali (NaOH) pada <i>date palm fibers</i>	71
4.4	Uji tarik serat tunggal dan foto makro diameter penampang serat	71
4.5	Nilai <i>Mean S/N ratio</i> temperatur 60°, pH 10 dan konsentrasi 3 wt.% Menunjukkan faktor parameter dan level kekuatan tarik serat	73
4.6	Serat hasil proses <i>bleaching</i>	74
4.7	Distribusi diameter serat setelah <i>dewaxed-alkali-bleaching</i>	74



4.8	photo SEM permukaan serat <i>Agave cantala</i> setelah proses <i>bleaching</i>	74
4.9	Hasil pengeringan gel nanoselulosa hasil hidrolisis	75
4.10	Hasil hidrolisis H ₂ SO ₄ berbentuk suspensi dan serbuk CMF	76
4.11	Serbuk CMC komersial MERCK	76
4.12	Foto SEM	77
4.13	Hasil foto TEM CNF-30	78
4.14	Sebaran ukuran CNF-30	78
4.15	Hasil foto TEM CNF-60	78
4.16	Sebaran ukuran CNF-60	79
4.17	Hasil foto TEM CNF-90	79
4.18	Sebaran ukuran CNF-90	80
4.19	Hasil foto TEM CNF-120	80
4.20	Sebaran ukuran CNF-120	81
4.21	Foto perubahan warna akibat proses ultrasonikasi 30 hingga 120 menit	82
4.22	Foto morfologi CNC	83
4.23	Sebaran ukuran diameter dan panjang CNC	83
4.24	Pola x-ray diffraction pada serat mentah, CPF dan CNF	84
4.25	Representasi bidang <i>crystallographic</i>	85
4.26	Nilai Indeks kristalinitas	86
4.27	Pola gelombang FTIR	87
4.28	Pola gelombang FTIR CMC dan CMF	88
4.29	Analisis TGA serat mentah, serat setelah perlakuan dan nanoselulosa	89
4.30	DTA pada serat mentah (<i>raw fibers</i>)	90
4.31	DTA pada CPF (<i>cellulose purification fibers</i>)	91
4.32	DTA pada CNF-60	91
4.33	DTA pada CNF-120	92
4.34	Suspensi mikroselulosa (<i>microcellulose</i>) setelah proses HSB-Ultrasonikasi	93
4.35	Distribusi diameter mikroselulosa HSB-15	94
4.36	Distribusi diameter mikroselulosa HSB-30	94
4.37	Distribusi diameter mikroselulosa HSB-45	94
4.38	Foto SEM CS-15	96
4.39	Sebaran ukuran CS-15	96



4.40	Foto SEM CS-30	97
4.41	Sebaran ukuran CS-30	97
4.42	Foto SEM CS-45	98
4.43	Sebaran ukuran CS-45	98
4.44	Analisis uji XRD	99
4.45	Gugus kimia <i>cellobiose</i> (C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁)	99
4.46	Proses ilustrasi <i>vacuum infusion</i> produk CSC	100
4.47	Spektrum FTIR	101
4.48	Hasil uji tarik material komposit UPR dengan penambahan <i>cellulose sheet</i>	102
4.49	Foto SEM	104
4.50	Analisis TGA pada spesimen CSC dan UPR	105
4.51	Analisis DTA pada spesimen CSC dan UPR	105
4.52	Fibrilisasi serat	106
4.53	SEM <i>micrograph</i> sampel PVA murni	107
4.54	SEM <i>micrograph</i> sampel PVA dengan penambahan 8 wt.% CNF	108
4.55	SEM Aglomerasi CNF pada konsentrasi 10 wt.%	108
4.56	Transmitansi cahaya UV dan cahaya tampak	109
4.57	Grafik nilai derajat kristalinitas serat mentah dan CNF	110
4.58	Nilai derajat kristalinitas <i>nanocompoiste film</i>	111
4.59	Spektrum FTIR	112
4.60	Pengujian tarik	113
4.61	Kekuatan tarik dan perpanjangan putus nanokomposit film	114
4.62	Kurva DSC PVA nanokomposit film	115
4.63	Perbandingan indeks kristalinitas nanokomposit film	116
4.64	Grafik TGA pada nanokomposit film	116
4.65	Grafik DTG pada nanokomposit film	117
4.66	CNF hasil <i>freeze drying</i>	118
4.67	CNF setelah proses <i>freeze drying</i>	119
4.68	Photo SEM serbuk CMF hasil <i>sieving</i> dengan metode pengeringan <i>freeze drying</i>	119
4.69	Foto SEM CNF hasil pengeringan dengan metode pemanasan oven	119
4.70	Hasil penambahan CNF dalam komposit UPR	120



4.71	Serbuk CMF didalam matriks resin UPR	120
4.72	Hubungan kekuatan tarik dan perpanjangan putus pada penambahan CNF dalam matriks UPR	121
4.73	Foto makro bentuk patahan nanokomposit setelah uji tarik	122
4.74	Foto SEM	123
4.75	Hasil uji DSC	123

DAFTAR TABEL

1.1	Luas areal dan produksi serat kering <i>A.cantaladi</i> beberapa kecamatan dalam Kabupaten Sumenep Madura Tahun 2004a	1
1.2	Luas areal dan produksi serat kering <i>A.cantala</i> di beberapa kecamatan dalam Kabupaten Pamekasan Madura Tahun 2004b	2
2.1	Sifat mekanis serat alam yang dibandingkan dengan serat sintetis	8
2.2	Komposisi kimia serat alam	11
2.3	Nama komponen struktur pada serat yang terfibrilisasi	36
2.4	Desain eksperimen L9 <i>orthogonal array</i>	43
2.5	Dimensi standar ASTM D 3379-75	44
2.6	Dimensi standar ISO 527-2	46
4.1	Hasil uji tarik serat tunggal dengan sebaran L9 <i>orthogonal</i>	72
4.2	Pengaruh S/N ratio terhadap uji tarik serat tunggal	72
4.3	Perbandingan kekuatan tarik dari berbagai serat	73
4.4	Komposisi kimia serat <i>Agave cantala</i>	75
4.5	Nilai rerata diameter, panjang dan aspek rasio akibat variasi waktu ultrasonikasi	81
4.6	Nilai indeks kristalinitas (Ic) CNF	85
4.7	Nilai indeks kristalinitas (Ic) dan aspek rasio (L/D) CNF dari 5 jenis serat yang berbeda	86
4.8	Hasil Temperatur degradasi pada uji DTA	93
4.9	Nilai Transmisi Cahaya UV-Vis (<i>Ultraviolet-Visible</i>)	109
4.10	Komponen hasil uji DSC dan nilai indeks kristalinitas (Xc)	115
4.11	Hasil uji TGA nanokomposit film	118
4.12	Nilai berbagai temperatur pada uji DSC komposit UPR+CMF	124

DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

A_o	: Luas permukaan awal
E_f	: Modulus elastisitas serat
E_m	: Modulus elastisitas matriks
F	: Gaya
L	: Panjang serat
L_o	: Panjang mula
L_c	: Panjang kritis
L_i	: Panjang tidak efektif
L_s	: panjang patah setelah pengujian
I_c	: Indeks kristalinitas material
I_{002}	: Daerah kristal pada bidang $2\theta=22^\circ$
I_{amor}	: Daerah <i>amorphous</i> pada bidang $2\theta=18^\circ$
S_f	: Kekuatan tarik serat
S_L	: Tegangan
S_{mf}	: Kekuatan tarik matriks serat
S/N	: Noise to Signal
X_c	: Indeks kristalinitas dari hasil uji DSC
d	: Diameter
v_c	: Fraksi volume komposit
v_f	: Fraksi volume serat
v_m	: Fraksi volume matriks
σ_c	: Tegangan komposit
σ_f	: Tegangan pada serat
σ_m	: Tegangan pada matriks
σ_{fmax}	: Tegangan serat dan matriks
τ	: Tegangan geser
ϵ	: regangan
ΔH_m	: Enthalpi saat <i>melting</i>
λ	: Panjang gelombang (0,154 nm)