

KOMPOSIT POLIMER-NANOSELULOSA DARI SERAT AGAVE CANTALA DENGAN EKSTRAKSI KIMIA DAN PROSES MEKANIS

INTISARI

Serat alami adalah sumber lignoselulosa yang dikembangkan secara berkelanjutan sebagai bahan komposit penguat. Serat alami memiliki sifat yang unik, terutama bila dimensinya berukuran nano. Nanoselulosa memiliki sifat kekuatan tinggi, ringan, tidak beracun, transparan, memiliki kekuatan mekanis tinggi, penyerap sinar ultraviolet yang baik, dan bahan yang reaktif. Tanaman daun (serat *Agave cantala*) diekstraksi dengan proses hidrolisis asam sulfat, proses *high speed blender* yang dikombinasikan dengan proses ultrasonikasi untuk menghasilkan *Cellulose nanofibers* (CNF). Kompatibilitas antara nanoselulosa dan polimer sebagai matriks menjadi pertimbangan untuk mengkombinasikan proses perlakuan kimia dan mekanis yang bertujuan untuk mendapatkan nanoselulosa yang memiliki indeks kristalinitas yang tinggi dan sifat ketahanan panas yang baik sebagai penguat pada matriks polyester dan polyvinyl alcohol (PVA).

Perlakuan kimia awal yang terdiri dari tiga tahap, yaitu, *dewaxed*, alkalisasi dan *bleaching*. Perlakuan *dewaxed* menggunakan larutan *ethanol* dan *toulene* yang dicampur dalam peralatan *soxhlet* selama 20 siklus dan kemudian dilanjutkan perendaman serat di dalam larutan 5 wt.% NaOH pada suhu 100°C selama 1 jam sebagai variabel tetap. Perlakuan *bleaching* dilakukan menggunakan metode Taguchi dengan L9 *orthogonal array* yang digunakan tiga parameter yaitu temperatur (45, 60 dan 75°C), kedua derajat kebasahan pH (10, 11 dan 12). Parameter terakhir yaitu konsentrasi H₂O₂ (1, 2 dan 3 wt%). Fibrilisasi serat dilakukan setelah proses *bleaching* dengan dua metode. Pertama fibrilasi menggunakan *High Speed Blender* (HSB) dengan putaran 7500 RPM dengan variasi perlakuan waktu proses HSB selama 15, 30 dan 45 menit. Proses tersebut dilanjutkan ultrasonikasi dan pengeringan menghasilkan *cellulose sheet*. Material ini kemudian digunakan sebagai penguat dalam matriks UPR dan diperoleh *cellulose sheet composite*. Proses kedua fibrilasi serat dengan mengkombinasi hidrolisis asam sulfat (H₂SO₄) sebesar 44 wt.% yang dilanjutkan dengan ultrasonikasi untuk menghasilkan gel CNF. Variasi konsentrasi berat gel CNF dengan variasi 2, 5, 8 dan 10 wt.% ke dalam matriks PVA nanokomposit film. Pembuatan serbuk nanoselulosa menggunakan metode kombinasi *freeze-drying* dan *sieving* sehingga menghasilkan serbuk CNF sebagai pengisi atau *filler* dengan variasi 0,5; 1 dan 3 wt.% ke dalam resin polyester. Karakterisasi yang dilakukan yaitu XRD (*X-ray diffraction*), FTIR (*Fourier Transform Infrared*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*), TEM (*Transmission Electron Microscopy*), TGA (*Thermal Gravimetry Analysis*) dan DSC (*Differential Scanning Calorimetry*)

Analisis menggunakan metode Taguchi untuk proses *bleaching* diperoleh pada proses 3% H₂O₂, pH 10, dengan temperatur 60°C selama 1 jam. Proses ini menghasilkan kekuatan tarik tertinggi dari satu serat pada 800 Mpa dan indeks kristalinitas yang tinggi (78%). Proses fibrilisasi menggunakan HSB dengan waktu proses 15 menit untuk mendapatkan lembaran selulosa dengan indeks kristalinitas tertinggi (74,2%). Penambahan lembaran selulosa sebesar 30% fraksi volume ke dalam resin poliester meningkatkan kekuatan tarik 63% dan perpanjangan putus 8,2% lebih tinggi dari lembaran poliester murni. Produk kedua adalah nanokomposit film transparan yang memiliki ketebalan ± 30 µm. Penambahan 8% CNF ke matriks PVA meningkatkan kekuatan tarik sebesar 76,7%, dan perpanjangan putus 138,3% lebih tinggi dari nanokomposit tanpa CNF. Penambahan filler sebesar 1 wt.% ke dalam resin polyester dapat meningkatkan kekuatan tarik sebesar 38% dan perpanjangan putus sebesar 17,4% lebih tinggi dari resin poliester tanpa *filler*. Kekuatan mekanik yang baik diperoleh dari sifat fisis CNF yang memiliki nilai aspek rasio (L/D=41) dan indeks kristalinitas (I_c=78,2%) yang tinggi. Material CNF juga memiliki nilai ketahanan termal yang tinggi yaitu pada temperatur degradasi awal dan maksimum pada 320°C (T_{onset-1}) dan 340°C (T_{max-1}).

Kata kunci : *cellulose nanofibers, cellulose sheet, nanocomposite film, filler*

POLYMER-NANOCELLULOSE COMPOSITE FROM AGAVE CANTALA FIBER WITH CHEMICAL EXTRACTION AND MECHANICAL PROCESS

ABSTRACT

Natural fibers are a sustainably developed source of lignocellulose as a reinforcing composite material. Natural fibers have unique properties, especially when they are nano-sized. Nanocellulose has high strength, lightweight, non-toxic, transparent, high mechanical strength, absorption ultraviolet absorption, and reactive materials. Leaf plants (Agave cantala fiber) were extracted by hydrolysis of sulfuric acid, a high-speed blender process combined with an ultrasound process to produce Cellulose nanofibers (CNF). Compatibility between nanocellulose and polymer as a matrix is a consideration for combining chemical and mechanical treatment processes to obtain nanocellulose, which has a high crystallinity index and good heat resistance properties as reinforcement in polyester and polyvinyl alcohol (PVA) matrix.

The initial chemical treatment consists of three stages, namely, dewaxed, alkalization, and bleaching. The treatment used ethanol and toluene solution in the Soxhlet apparatus for 20 cycles and then processed the fiber immersion in a 5 wt.% NaOH solution at 100°C for an hour as a fixed variable. Bleaching treatment was carried out using the Taguchi method with L9 orthogonal array using three parameters, the first is a temperature (45, 60, and 75°C), the second is a degrees of alkaline or pH (10, 11, and 12) and the last parameter is a concentration of H₂O₂ (1, 2, and 3 wt%). Fiber fibrillation is carried out after the bleaching process by two methods. The first process is fibrillation using a High-Speed Blender (HSB) by set a rotation of 7500 RPM with a time process variation are 15, 30, and 45 minutes. This process allowed by ultrasonication and drying to produce cellulose sheets. It's using as reinforcement in the UPR matrix and a cellulose composite sheet. The second process was fibrillation of fibers by combining the sulfuric acid (H₂SO₄) hydrolysis by 44 wt.%, combining ultrasonication to produce CNF gel. The variation of weight concentration of CNF gel by 2, 5, 8, and 10 wt.% into the PVA nanocomposites film. The nanocellulose powder was prepared by combine freeze-drying and sieving process to produce CNF powder as a filler or filler with a variation of 0.5, 1 and 3 wt.% into polyester resin. The characterizations test carried out by XRD (X-ray diffraction), FTIR (Fourier Transform Infrared), SEM (Scanning Electron Microscopy), TEM (Transmission Electron Microscopy), TGA (Thermal Gravimetry Analysis), and DSC (Differential Scanning Calorimetry).

Taguchi method analysis to the optimum process bleaching process is 3% H₂O₂, pH 10, with a temperature of 60°C for an hour. It produces the highest strength of a single fiber at 800 Mpa and a high crystallinity index (78%). The fibrillation process using HSB at 15 minutes time process to obtained the cellulose sheets with a high crystallinity index (74,2%). The addition of a cellulose sheet 30 wt.% by volume fraction into the polyester resin increased the tensile strength of 63% and elongation at break 8.2% higher than the pure polyester sheet. The second product is a transparent nanocomposite film has a thickness of ± 30 µm. The addition of 8 wt.% CNF to the PVA matrix increased the tensile strength by 76.7%, and the elongation at break was 138.3% higher than nanocomposite film without CNF. The addition filler CNF of 1 wt.% into polyester resin increased the tensile strength by 38% and elongation at the break by 17.4% higher than polyester resin without filler. The high mechanical properties obtained from CNF have a high aspect ratio (L/D= 41) and a crystallinity index (I_c=78.2%). The CNF material has a good thermal resistance at an initial and maksimum degradation temperatures at 320°C (T_{onset-1}) and 340°C (T_{max-1}).

Keywords: cellulose nanofiber, cellulose sheet, nanocomposite film, filler