

No. Dok: 6070
Copy : 1

0
633.174
Zal
F

**FIBRILASI SELULOSA DARI SERAT SORGUM DENGAN
TWIN-SCREW EXTRUSION**

**DI PUSAT PENELITIAN BIOMATERIAL LIPI
(Periode 17 Desember 2019- 30 Juni 2020)**

TUGAS AKHIR

**Karya tulis sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Terapan Bidang Teknik dari
Politeknik STMI Jakarta**

Oleh
JEVI ZALESTI
NIM: 1516056

DATA BUKU PERPUSTAKAAN	
Tgl Terima	6/4/2022
No Induk Buku	64/100/SB/22



**PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA POLIMER
POLITEKNIK STMI JAKARTA
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI
2020**

SUMBANGAN ALUMNI

ABSTRAK

FIBRILASI SELULOSA DARI SERAT SORGUM DENGAN *TWIN-SCREW EXTRUSION*

Oleh

Jevi Zalesti

NIM: 1516056

(Program Studi Teknik Kimia Polimer)

Sorgum merupakan tanaman yang mudah tumbuh dengan masa panen di bawah 5 bulan. Produk utama pada tanaman ini yaitu biji sorgum banyak digunakan dalam industri pangan sehingga sangat memungkinkan tanaman tersebut dapat menghasilkan limbah. Hasil limbah ini berupa serat batang sorgum yang dapat diolah, sehingga dapat mengurangi limbah yang ada di lingkungan. Serat batang sorgum termasuk dalam serat alam non-kayu yang juga mengandung selulosa, lignin, dan abu. Selulosa dapat diperoleh dari proses pemisahan melalui 2 tahapan yang terdiri dari delignifikasi dan *bleaching*. Delignifikasi menggunakan larutan NaOH dan *bleaching* menggunakan hidrogen peroksida (H_2O_2) dan sodium peroksida (Campuran H_2O_2 dan NaOH). Penentuan waktu dan jenis agen *bleaching* sangat mempengaruhi kualitas serat selulosa. Hasil *bleaching* menggunakan sodium peroksida memiliki persentase kandungan holoselulosa lebih tinggi dari hidrogen peroksida dan hasil warna serat keduanya berwarna putih. Proses *bleaching* membuat kenaikan puncak daerah serapan C-O-C *pyronose ring skeletal* yaitu eter dengan bilangan gelombang 1054 cm^{-1} dan 1031 cm^{-1} serta puncak daerah serapan ikatan β -glikosida dengan bilangan gelombang 895 cm^{-1} . Proses *bleaching* juga membuat penurunan puncak daerah serapan asam *p-coumaric* memiliki bilangan gelombang 1734 cm^{-1} yang diindikasikan lignin dan hemiselulosa. Pengecilan serat selulosa atau fibrilasi selulosa dapat memperbesar luas penampang. Selulosa fibrilasi diproses menggunakan *twin-screw extruder* (TSE) dapat mengecilkan ukuran diameter serat dari $134\text{ }\mu\text{m}$ hingga $2,012\text{ }\mu\text{m}$ pada 1 *pass* ke 5 *pass*. Selulosa fibrilasi yang dicampurkan komposit PLA juga dapat meningkatkan kekuatan tarik sebesar $50,6044\text{ MPa}$ dan mampu diaplikasikan dalam produk komposit.

Kata kunci: *Serat Sorgum, Selulosa fibrilasi, TSE, PLA*

HALAMAN PENGESAHAN DOSEN PEMBIMBING

**FIBRILASI SELULOSA DARI SERAT SORGUM DENGAN
*TWIN-SCREW EXTRUSION***

Jevi Zalesti
NIM: 1516056
(Program Studi Teknik Kimia Polimer)

Politeknik STMI Jakarta

Jakarta, Agustus 2020

Dosen Pembimbing 1

Dosen Pembimbing 2



Dr. Erfina Oktariani, S.T, M.T.
NIP. 198210012014022001



Reviana Inda Dwi Suyatmo, S.T, M.Eng.
NIP. 198911202018012001

Menyetujui
Ketua Program Studi
Teknik Kimia Polimer



Fitria Ika Aryanti, S.T, M.Eng.
NIP. 198505112014022001

HALAMAN PENGESAHAN PEMBIMBING

**FIBRILASI SELULOSA DARI SERAT SORGUM DENGAN
*TWIN-SCREW EXTRUSION***

Jevi Zalesti
NIM: 1516056
(Program Studi Teknik Kimia Polimer)

Politeknik STMI Jakarta

Bogor, 20 Juli 2020

Pembimbing



Dr. Lisman Suryanegara, M. Agr.
NIP. 197502092000121002

**HALAMAN PENGESAHAN TIM PENGUJI SEMINAR TUGAS
AKHIR**

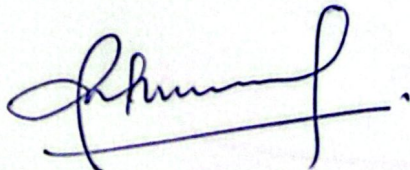
**FIBRILASI SELULOSA DARI SERAT SORGUM DENGAN
TWIN-SCREW EXTRUSION**

Jevi Zalesti
NIM: 1516056
(Program Studi Teknik Kimia Polimer)

Politeknik STMI Jakarta

Jakarta, 27 Juli 2020

Penguji 1



Ir. Parulian Leonard Marpaung, M.M.
NIP. 195702141985031002

Penguji 2



Andi Rusnaenah, S.T, M.T, M.Si.
NIP. 197407192011012001

Dosen Pembimbing 1



Dr. Erfina Oktariani, S.T, M.T.
NIP. 198210012014022001

Dosen Pembimbing 2



Reviana Inda Dwi Suyatmo, S.T, M.Eng.
NIP. 198911202018012001

**HALAMAN PENGESAHAN TIM PENGUJI SIDANG TUGAS
AKHIR**

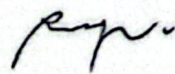
**FIBRILASI SELULOSA DARI SERAT SORGUM DENGAN
*TWIN-SCREW EXTRUSION***

Jevi Zalesti
NIM: 1516056
(Program Studi Teknik Kimia Polimer)

Politeknik STMI Jakarta

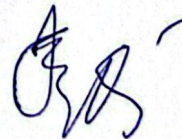
Jakarta, 7 Agustus 2020

Penguji 1



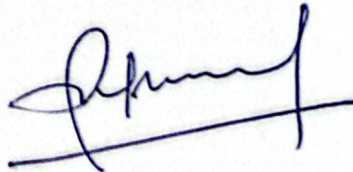
Ir. Roosmariharso, MBA
NIDK. 8873590019

Penguji 2



Ir. Untung Pravudie, MTA
NIP. 196102081991031001

Penguji 3



Ir. Parulian Leonard Marpaung, M.M.
NIP. 195702141985031002

Dosen Pembimbing



Dr. Erfina Oktariani, S.T., M.T.
NIP. 198210012014022001

HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR

Saya mahasiswa Program Studi Teknik Kimia Polimer, Politeknik STMI Jakarta,
Kementerian Perindustrian Republik Indonesia:

Nama : Jevi Zalesti

NIM : 1516056

Program Studi : Teknik Kimia Polimer

Dengan ini menyatakan bahwa tugas akhir yang saya buat dengan judul **FIBRILASI SELULOSA DARI SERAT SORGUM DENGAN *TWIN-SCREW EXTRUSION*** :

- Dibuat dan diselesaikan sendiri dengan menggunakan literatur hasil kuliah, survei lapangan, bimbingan dengan dosen pembimbing dan pembimbing penelitian, melalui tanya jawab maupun asistensi serta buku-buku jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada tugas akhir ini.
- Bukan merupakan duplikasi yang sudah dipublikasikan atau yang pernah dipakai untuk mendapatkan gelar sarjana di Universitas/Perguruan Tinggi lain, kecuali pada bagian-bagian tertentu digunakan referensi pendukung untuk melengkapi informasi dan sumber informasi dengan dicantumkan melalui referensi yang semestinya.
- Bukan merupakan karya tulis terjemahan dari kumpulan buku atau jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada tugas akhir ini.

Jika terbukti saya tidak memenuhi apa yang telah saya nyatakan seperti apa yang diatas, maka tugas akhir saya ini dibatalkan.

Jakarta, 31 Juli 2020


METERAI
TEMPEL
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN
REPUBLIC OF INDONESIA
6000
ENAM RIBU RUPIAH
Jevi Zalesti

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT karena atas berkah dan rahmat-Nya penulis dapat melaksanakan kegiatan dan penulisan laporan penelitian. Penelitian ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat penyelesaian program Diploma IV pada program studi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta. Laporan ini disusun sebagai wujud nyata tertulis penelitian di Pusat Penelitian Biomaterial LIPI Cibinong yang telah dilaksanakan pada tanggal 02 Januari 2020 sampai 30 Juni 2020. Dalam proses pengumpulan data dan penulisan, penyusun telah mendapatkan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan Laporan Tugas Akhir:

1. Dr. Mustofa, S.T, M.T., selaku Direktur Politeknik STMI Jakarta.
2. Fitria Ika Aryanti, S.T, M.Eng., selaku Ketua Program Studi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta.
3. Ella Melyna, S.T, M.T., selaku Sekretaris Program Studi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta.
4. Dr. Erfina Oktariani, S.T, M.T., selaku Dosen Pembimbing yang telah menyediakan waktu dan pikiran untuk mengarahkan dalam penyusunan laporan ini.
5. Reviana Inda Dwi Suyatmo, S.T, M. Eng., selaku Asisten Dosen Pembimbing yang telah menyediakan waktu dan pikiran untuk mengarahkan dalam penyusunan laporan ini.
6. Dr. Lisman Suryanegara selaku pembimbing yang telah menyediakan waktu dan pikiran untuk mengarahkan dalam menjalankan penelitian ini.
7. Sesmi Gutari selaku asisten laboratorium biomaterial yang telah membantu memberikan masukan kepada penulis.
8. Bapak Faizal Lufti dan Ibu Ayu Lestari selaku orang tua dari penulis yang telah memberikan bantuan spiritual dan finansial.
9. Jessica Fayesthi dan Syahid Fabio Alif selaku adik-adik dari penulis.
10. Teman-teman Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta khususnya angkatan 2016 selaku kawan seperjuangan.
11. Rekan-rekan polimeritas yang telah memberikan saran untuk desain.
12. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu yang telah memberi dukungan dan bantuan atas Tugas Akhir ini.

Akhir kata, semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi pembaca dalam mengkaji kaidah ilmu pengetahuan Teknik Kimia Polimer (TKP).

Jakarta, Juli 2020
Penyusun

DAFTAR ISI

ABSTRAK	ii
HALAMAN PENGESAHAN DOSEN PEMBIMBING.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN PEMBIMBING.....	iv
HALAMAN PENGESAHAN TIM PENGUJI SEMINAR TUGAS AKHIR.....	v
HALAMAN PENGESAHAN TIM PENGUJI SIDANG TUGAS AKHIR.....	vi
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG.....	xiv
Bab I Pendahuluan	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Rumusan Masalah.....	2
I.3 Batasan Masalah	2
I.4 Tujuan Penelitian	3
I.5 Manfaat	3
Bab II Tinjauan Pustaka.....	4
II.1 Serat batang sorgum	4
II.1.1 Selulosa.....	5
II.1.2 Selulosa Fibrilasi	6
II.2 Pemisahan Selulosa	7
II.2.1 <i>Bleaching</i>	8
II.2.2 Pemilihan Agen <i>Bleaching</i>	8
II.2.3 Intensitas Gugus Fungsi Selulosa.....	9
II.3 PLA.....	10
II.4 Fibrilasi Selulosa pada <i>Twin-Screw Extruder (TSE)</i>	11
II.4.1 Morfologi.....	12
II.4.2 Kekuatan Tarik Komposit	13
Bab III Metode Penelitian	15
III.1 Waktu dan Tempat	15
III.2 Alat dan Bahan	15
III.2.1 Alat.....	15
III.2.2 Bahan	16
III.3 Variabel	16
III.3.1 Variabel Tetap.....	16
III.3.2 Variabel Bebas	17
III.4 Prosedur.....	17
III.4.1 Persiapan Bahan.....	18
III.4.1.1 Persiapan Serat Sorgum	18
III.4.1.2 Persiapan PLA.....	18

III.4.2 Proses Pemisahan Selulosa	18
III.4.3 Proses Fibrilasi dengan <i>Twin-Screw Extruder</i>	18
III.4.4 Pembuatan Komposit.....	19
III.4.5 Karakterisasi	19
III.4.5.1 Kandungan Kimia	19
III.4.5.2 Intensitas Gugus Fungsi Selulosa	19
III.4.5.3 Morfologi	19
III.4.5.4 Kekuatan Tarik Komposit PLA	19
Bab IV Hasil dan Pembahasan.....	21
IV.1 Pengaruh Agen <i>Bleaching</i> terhadap Peningkatan Intensitas Gugus Fungsi Selulosa	22
IV.2 Pengaruh Waktu Proses <i>Bleaching</i> terhadap Warna Serat Selulosa Hasil Delignifikasi	24
IV.3 Pengaruh Jumlah <i>Pass</i> pada TSE terhadap Morfologi Selulosa	26
IV.4 Pengaruh Penambahan Selulosa Fibrilasi terhadap Kekuatan Tarik Komposit PLA	28
Bab V Penutup	30
V.1 Kesimpulan.....	30
V.2 Saran.....	30
DAFTAR PUSTAKA	xv
LAMPIRAN	

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A.	Lembar Surat-Surat Penunjang Tugas Akhir	31
	A.1 Lembar Permohonan Tugas Akhir Ke Pusat Penelitian Biomaterial Lipi	31
	A.2 Lembar Keterangan Diterimanya Tugas Akhir Dari Pusat Penelitian Biomaterial Lipi	32
	A.3 Lembar Keterangan Selesai Tugas Akhir Dari Pusat Penelitian Biomaterial Lipi	33
	A.4 Lembar Bimbingan Tugas Akhir Dengan Dosen Pembimbing	34
	A.5 Lembar Surat Tugas Dosen Pembimbing Tugas Akhir	36
LAMPIRAN B.	Dokumentasi Alat	38
LAMPIRAN C.	Dokumentasi Bahan	42
LAMPIRAN D.	Dokumentasi Proses	43
LAMPIRAN E.	Standar Pengujian	44
	E.1 Kadar Air	44
	E.2 Kadar Air Basah	44
	E.3 Kadar Ekstraktif Hasil <i>Bleaching</i>	45
	E.4 Kadar Holoselulosa Hasil <i>Bleaching</i>	45
	E.5 Kadar Lignin Hasil <i>Bleaching</i>	45
	E.5 ASTM D638 Type V	46
	E.6 MSDS PLA	46
LAMPIRAN F.	Data Perhitungan	51
	F.1 <i>Delignifikasi</i>	51
	F.2 <i>Bleaching</i>	51
	F.3 Ekstraktif	53
	F.4 Holoselulosa	54
	F.5 Berat Konten Selulosa dengan TSE	55
	F.6 Komposit PLA	56
LAMPIRAN G.	Data Pengujian	57

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Batang sorgum	4
Gambar II.2	Struktur molekul kimia selulosa	5
Gambar II.3	Ukuran serat selulosa pada proses fibrilasi	7
Gambar II.4	Sampel bubuk kayu setelah berbagai jenis proses kimia	8
Gambar II.5	Spektrum FTIR.....	9
Gambar II.6	Jumlah <i>pass</i> pada <i>twin-screw extruder</i>	12
Gambar II.7	SEM.....	13
Gambar II.8	Ilustrasi uji tarik.....	13
Gambar II.9	Sifat tarik fibrilasi selulosa.....	14
Gambar III.1	Diagram alir eksperimen fibrilasi selulosa dari serat sorgum dengan <i>twin-screw extrusion</i>	17
Gambar IV.1	Grafik spektrum serat hasil <i>bleaching</i> menggunakan H ₂ O ₂	21
Gambar IV.2	Grafik spektrum serat hasil <i>bleaching</i> menggunakan sodium peroksida	21
Gambar IV.3	Peningkatan intensitas gugus fungsi serat selulosa yang menggunakan H ₂ O ₂	23
Gambar IV.4	Peningkatan intensitas gugus fungsi serat selulosa yang menggunakan sodium peroksida.....	23
Gambar IV.5	Warna serat saat proses <i>bleaching</i> menggunakan H ₂ O ₂	25
Gambar IV.6	Warna serat saat proses <i>bleaching</i> menggunakan sodium peroksida	25
Gambar IV.7	Laju pengendapan 5 menit setelah di TSE.....	26
Gambar IV.8	Rekam morfologi serat selulosa.....	27
Gambar IV.9	Spesimen <i>dogbone</i> PLA/Selulosa fibrilasi.....	28
Gambar IV.10	Grafik peningkatan kekuatan tarik komposit PLA	28

DAFTAR TABEL

Tabel II.1	Komposisi kimia serat sorgum	4
Tabel II.2	Hasil bilangan gelombang <i>bleaching</i> H ₂ O ₂ dan <i>alkaline peroxide</i> ..	10
Tabel II.3	Sifat fisis PLA <i>Amorphous</i>	11
Tabel II.4	Sifat mekanik MFC-PLA	14
Tabel IV.1	Bilangan gelombang selulosa	22
Tabel IV.2	Peningkatan gugus fungsi selulosa	24
Tabel IV.3	Pengujian kandungan kimia dari serat batang sorgum	26

DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

SINGKATAN	Nama	Pemakaian pertama kali pada halaman
AHP	<i>Alkaline Peroxide</i>	1
FE-SEM	<i>Field Emission-Scanning Electron Microscope</i>	2
FTIR	<i>Fourier Transform Infra Red</i>	2
H ₂ O ₂	Hidrogen Peroksida	2
MC	Mikroselulosa	6
MFC	Mikrofibril Selulosa	6
NaOH	Sodium Hidroksida	2
NC	Nanoselulosa	6
NFC	Nanofibril Selulosa	6
PLA	Poliasam Laktat	1
Pt	Platinum	15
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i>	1
TSE	<i>Twin-Screw Extruder</i>	1

I.1 Latar Belakang

Pada dasarnya serat alam kayu banyak digunakan pada industri serat sebagai bahan baku pembuatan kertas. Tingginya tingkat permintaan bahan baku ini di industri serat membuat maraknya kasus penebangan pohon sehingga perlu mengganti serat alam kayu dengan serat alam non-kayu (Subyakto dkk., 2009). Potensi serat alam non-kayu seperti serat sorgum dikenal sebagai penguat pada komposit. Di sisi lain, serat sorgum mampu menguntungkan petani secara ekonomi dan membuat industri serat lebih berkelanjutan. Keutamaan serat sorgum terdapat pada kandungan selulosanya yang tinggi (Reddy dkk. 2007).

Selulosa pada serat sorgum dapat diambil melalui proses melalui tahapan delignifikasi (menggunakan alkali) dan *bleaching* (pemutihan). Penentuan waktu dan jenis agen *bleaching* sangat mempengaruhi kualitas serat selulosa. Hipoklorit dan hidrogen peroksida telah digunakan secara luas sebagai jenis agen *bleaching*. Namun, hipoklorit diketahui menyebabkan pencemaran lingkungan karena mengandung klorin. Peraturan tentang lingkungan yang makin ketat, memaksa industri untuk mencari dan mengembangkan agen *bleaching* ramah lingkungan atau *totally chlorine-free* (TCF) *bleaching*. Hidrogen peroksida (H_2O_2) dan *alkaline peroxide* (AHP) merupakan agen *bleaching* tanpa kandungan klorin, sehingga penggunaannya lebih ramah lingkungan (Selig dkk., 2009).

Penambahan selulosa fibrilasi pada biokomposit Poliasam Laktat (PLA) dapat meningkatnya *tensile modulus* dan *tensile strength* karena PLA bersifat kurang tangguh (Suryanegara dkk., 2009; Suryanegara dkk., 2010). Selulosa fibrilasi ini dapat diperoleh dari proses *twin-screw extruder* (TSE). Pencampuran *pulp* selulosa dengan bubuk polipropilena menggunakan *twin-screw extruder* juga dapat berpengaruh pada tingkat fibrilasi. Pengaruh fibrilasi dan degradasi dari selulosa dapat ditinjau dengan beberapa karakterisasi seperti morfologi mikroskop *scanner* elektron (SEM), kecepatan pengeringan, kecepatan sedimentasi, *particle size distribution*, transmisi cahaya, degradasi termal, derajat polimerisasi, kristanilitas,

dan sifat mekanik (Ho dkk., 2015). Jumlah *pass* TSE memiliki tingkat degradasi dan fibrilasi yang berbeda-beda tergantung pada penerapannya.

Berdasarkan hal tersebut, perlunya mengetahui pengaruh fibrilasi selulosa dari serat sorgum yang diproses dengan *twin-screw extruder* terhadap morfologi dan kekuatan tarik komposit PLA sehingga dapat menghasilkan fibrilasi selulosa yang mampu diaplikasikan dalam industri komposit.

I.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian yang telah dibahas dapat dirumuskan menjadi beberapa masalah antara lain:

1. bagaimana pengaruh agen *bleaching* terhadap peningkatan intensitas gugus fungsi selulosa?
2. bagaimana pengaruh waktu proses *bleaching* terhadap warna serat selulosa hasil delignifikasi?
3. bagaimana pengaruh jumlah *pass* pada TSE terhadap morfologi selulosa?
4. bagaimana pengaruh penambahan selulosa fibrilasi terhadap kekuatan tarik komposit PLA?

I.3 Batasan Masalah

Agar dapat terfokus dan terarah sesuai dengan tujuan yang ingin dicapai, maka diberi batasan-batasan masalah antara lain:

1. serat batang sorgum yang diperoleh dari LIPI Biomaterial,
2. serat selulosa diperoleh dari serat batang sorgum,
3. larutan NaOH p.a untuk proses delignifikasi,
4. H₂O₂ teknis dan sodium peroksida (campuran H₂O₂ dan NaOH) sebagai agen *bleaching*,
5. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) digunakan untuk mendeteksi gugus fungsi selulosa,
6. *Twin-screw extruder* digunakan untuk proses fibrilasi selulosa.
7. *Field Emission-Scanning Electron Microscope* (FE-SEM) untuk pengujian morfologi.
8. *Universal tensile machine* untuk pengujian kekuatan tarik.

I.4 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dapat diuraikan sebagai berikut:

1. mengetahui pengaruh agen *bleaching* terhadap peningkatan intensitas gugus fungsi selulosa,
2. mengetahui pengaruh waktu proses *bleaching* terhadap warna serat selulosa hasil delignifikasi,
3. mengetahui pengaruh jumlah *pass* pada TSE terhadap morfologi selulosa,
4. mengetahui pengaruh penambahan selulosa fibrilasi terhadap kekuatan tarik komposit PLA.

I.5 Manfaat

Manfaat yang diperoleh yaitu memberikan informasi untuk memproduksi fibrilasi selulosa dengan *twin-screw extruder* yang dapat diaplikasikan oleh industri komposit.

Bab II Tinjauan Pustaka

II.1 Serat batang sorgum

Sorgum (*Sorghum sp*) adalah tanaman serealia yang termasuk dalam jenis rumput-rumputan dan salah satu tanaman asli dari wilayah tropis. Sorgum merupakan salah satu tanaman pangan utama dunia dan sekitar 58 juta ton biji sorgum diproduksi pada tahun 2005. Tanaman sorgum berasal dari Afrika. Masa panen tanaman sorgum 3-4 bulan. Sorgum dikenal sebagai tanaman serealia yang memiliki kelebihan tahan terhadap kekeringan karena mempunyai lapisan lilin baik pada batang dan daun sehingga dapat menahan penguapan air. Tanaman pangan ini sudah lama dikenal dan diolah oleh sebagian petani di Jawa dan Nusa Tenggara (Dutta, 2017). Sorgum dimanfaatkan dalam industri makanan dan menghasilkan produk samping yaitu serat sorgum. Produk samping ini dapat diperoleh dari daun dan batang sorgum kering. Batang sorgum dapat dilihat dalam Gambar II.1.



Gambar II.1 Batang sorgum (Dutta, 2017)

Serat dari daun dan batang sorgum mengandung selulosa, lignin, dan abu. Komposisi kimia serat sorgum dapat dilihat pada Tabel II.1.

Tabel II.1 Komposisi kimia serat sorgum

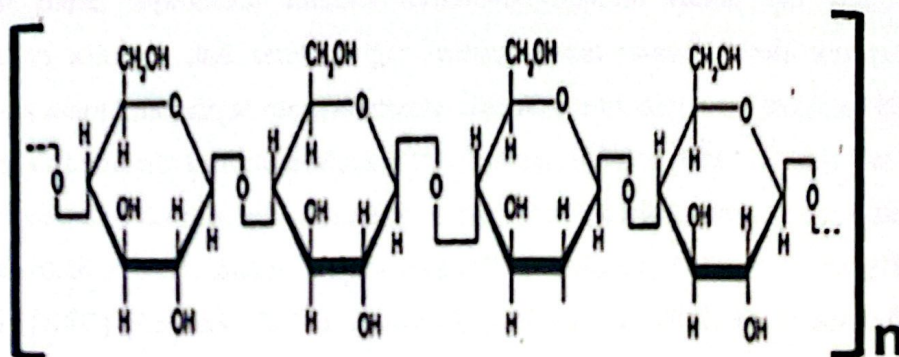
Material	Selulosa (%)	Lignin (%)	Abu (%)
Daun Sorgum	64,8 ± 1,7	9,0 ± 0,7	2,9 ± 0,7
Batang Sorgum	65,1 ± 2,1	6,5 ± 1,1	1,2 ± 0,4

(Reddy dkk. 2007)

Serat daun dan serat batang pada tumbuhan sorgum memiliki persentase kristalinitas yang relatif rendah 32% dan 39% dibandingkan dengan presentase kristalinitas dari kelobot jagung (52%), batang jagung (48-50%), kapas (65-70%), dan serat linen (65-70%). Faktanya, persentase kristalinitas serat daun sorgum dan serat batang sorgum lebih rendah dari kebanyakan serat lignoselulosa lainnya. Kristalinitas yang rendah berarti serat-seratnya akan relatif memiliki daerah amorf yang tinggi. Daerah amorf ini memudahkan kelembapan dan penyerapan kimia lainnya. Salah satu alasan rendahnya kristalinitas serat sorgum bisa menjadi kristalinitas selulosa yang rendah pada tanaman sorgum (Reddy dkk. 2007).

II.1.1 Selulosa

Selulosa adalah polimer alami yang terdiri atas monomer-monomer glukosa yang saling terikat dengan ikatan β -1,4-glikosida dengan rumus $(C_6H_{10}O_5)_n$. Lambang n merupakan derajat polimerisasi dari selulosa. Struktur selulosa ini yang membuat selulosa bersifat semikristalin yaitu terdapat daerah kristalin dan daerah amorf. Beberapa mikrofibril yang membentuk fibril lalu bergabung membentuk serat selulosa. Susunan rantai glukosa pada selulosa berupa rantai panjang sejajar, tidak memiliki cabang, dan memiliki kecenderungan untuk membentuk ikatan hidrogen antar molekulnya. Hal ini menjadi faktor utama makin panjang rantai glukosa pada selulosa, maka makin kuat serat dari selulosa tersebut serta tahan terhadap pengaruh bahan kimia dan mikroorganisme (Rowe dkk., 2009). Selulosa merupakan bagian dari holoselulosa. Holoselulosa adalah fraksi polisakarida yang tersusun atas hemiselulosa dan selulosa. Polimer linier berantai panjang, selulosa memberikan sumbangan kekuatan serat yang lebih besar daripada hemiselulosa (Sjostrom, 1991). Struktur molekul kimia selulosa dapat dilihat pada Gambar II.2.

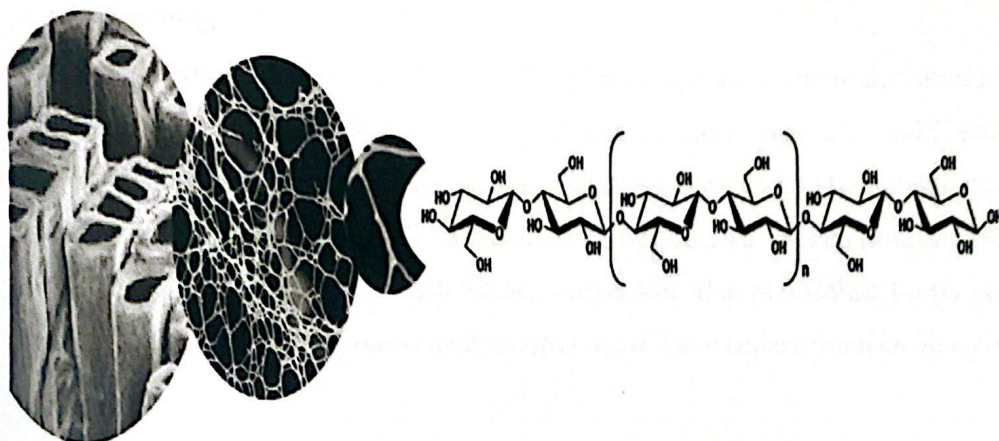


Gambar II.2 Struktur molekul kimia selulosa (Sumardjo, 2009)

Selulosa merupakan produk alami sebagai bahan baku pembuatan material. Keberadaan selulosa tidak pernah habis karena selulosa merupakan material yang tercipta dari sumber alam terbarukan, yaitu tumbuh-tumbuhan. Kandungan selulosa pada serat alam sangat mempengaruhi kekuatan pada serat tersebut, dengan kata lain serat alam yang memiliki kandungan selulosa yang tinggi, pasti memiliki kekuatan yang tinggi pula. Serat selulosa pada tumbuhan terdapat pada bagian batang dan daun tumbuhan. Bagian tumbuhan umumnya tidak hanya terdiri dari selulosa tetapi juga lignin dan hemiselulosa. Keistimewaan sendiri bagi selulosa yakni antara molekulnya memiliki ikatan hidrogen yang sangat kuat, menyebabkan selulosa tidak dapat larut dalam air walaupun memiliki banyak gugus hidroksil dan bersifat polar (Frenz dkk., 2004). Sifat tersebut dapat dimanfaatkan untuk memisahkan lignin dengan selulosa pada bagian tubuh tumbuhan. Serat selulosa pada serat sorgum dapat diambil dengan melalui proses delignifikasi dan *bleaching*.

II.1.2 Selulosa Fibrilasi

Selulosa fibrilasi adalah selulosa yang mengalami perlakuan ukuran serat menjadi lebih kecil, baik berukuran beberapa mikrometer maupun nanometer. Selulosa fibrilasi merupakan bahan yang banyak diminati karena memiliki karakteristik antara lain memiliki luas permukaan spesifik, kekuatan dan kekakuan yang tinggi, memiliki berat yang rendah, bersifat *biodegradable* dan *renewable*. Karakteristik tersebut membuat selulosa fibrilasi memiliki sifat mekanik yang baik, sehingga berpotensi digunakan pada industri komposit, otomotif, *pulp* dan kertas, elektronik, *coating*, dan lain-lain. Kelebihannya sebagai penguat pada komposit dapat mengurangi penggunaan komponen berbasis minyak bumi juga mengurangi abrasi pada komponen seperti baja dan keramik (Winuprasith dkk. 2013). Selulosa fibrilasi dapat diproduksi melalui kombinasi metode kimia dan mekanik. Pemisahan selulosa dari serat dengan menggunakan metode kimia khususnya hidrolisis asam kuat, dapat menghilangkan daerah amorf dari serat selulosa. Hasil dari proses ini disebut mikroselulosa (MC) dan nanoselulosa (NC). Sementara itu, dengan metode mekanik menggunakan ultrasonikasi maupun penggilingan dapat menghasilkan produk utama berupa mikrofibril selulosa (MFC) dan nanofibril selulosa (NFC) (Rol dkk., 2018). Proses fibrilasi menggunakan mesin penggiling dapat mengkonversi selulosa berukuran mikro menjadi nano seperti Gambar II.3.



Serat Selulosa (mm)	Mikro fibril (μm)	Nano fibril (nm)	Struktur Molekul Selulosa (\AA)
---------------------------	--------------------------------------	------------------------	---

Gambar II.3 Ukuran serat selulosa pada proses fibrilasi (Sixta, 2006)

II.2 Pemisahan Selulosa

Secara umum, proses pemisahan selulosa melalui tahapan delignifikasi dan *bleaching*. Proses delignifikasi dapat dilakukan secara biologi, fisika atau kimiawi. Saat ini, proses delignifikasi dengan perlakuan kimia dapat dilakukan dengan hidrolisis alkali. NaOH merupakan salah satu jenis bahan alkali yang sering digunakan untuk proses delignifikasi. Delignifikasi adalah proses penghilangan atau pemisahan fraksi lignin dan struktur lignoselulosa. Reaksi pertama yang terjadi selama praperlakuan alkali yaitu solvasi dan saponifikasi (penyabunan) yang menyebabkan pembengkakan (*swelling*) pada biomassa sehingga enzim dan bakteri mudah untuk masuk ke dalam struktur selulosa. Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa oleh NaOH yaitu ion OH^- dari NaOH dapat memutuskan ikatan-ikatan dari struktur dasar lignin. Ion Na^+ dapat berikatan dengan lignin membentuk natrium fenolat. Garam fenolat ini bersifat polar sehingga mudah larut dalam pelarut polar. Lignin yang terlarut ditandai dengan warna hitam pada larutan yang disebut lindi hitam (*black liquor*). Peran lain dari NaOH yaitu memecah polimer lignin menjadi monomer yang terlarut dalam filtrat cairnya. Limbah lignin yang dimodifikasi menjadi lignosulfonat dapat dimanfaatkan. Setelah delignifikasi, serat tersebut masih mengandung senyawa pengotor nonselulosa yaitu senyawa pembentuk warna, sisa hemiselulosa, dan lignin. Serat yang mengandung lignin mempunyai warna kuning sehingga perlu proses *bleaching* (Gedik dkk., 2018).

II.2.1 Bleaching

Proses *bleaching* dilakukan untuk menghilangkan senyawa pembentuk warna atau sisa lignin pada proses delignifikasi sehingga selulosa menjadi lebih putih. Senyawa oksidator sangat mudah mendegradasi selulosa menjadi molekul yang lebih kecil tergantung dari jenis oksidator dan kondisinya. Variabel dasar pada proses pemutihan antara lain bahan kimia, temperatur, dan pH. Bahan kimia yang digunakan akan mengubah warna pada sampel bubur kayu seperti yang terlihat pada Gambar II.4.



A B C
Gambar II.4 Sampel bubur kayu setelah berbagai jenis proses kimia a) *unbleached kraft*; b) *unbleached sulfite*; c) *bleached pulp* (Banik dkk. 2010)

II.2.2 Pemilihan Agen Bleaching

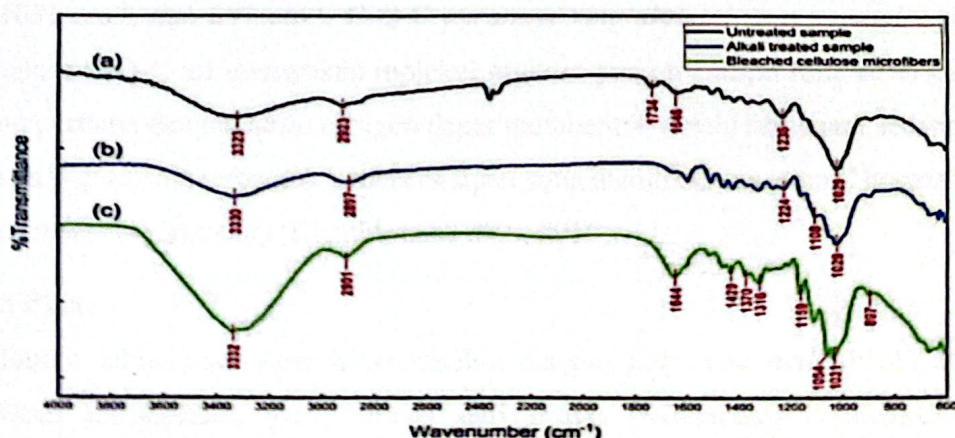
Karakteristik selulosa dari proses *bleaching* dipengaruhi oleh kondisi proses seperti suhu, pH, pengadukan, dan waktu proses. Selain itu, jenis agen *bleaching* juga menjadi faktor penentu karakteristik selulosa. Hipoklorit dan hidrogen peroksida telah digunakan secara luas sebagai agen *bleaching* namun hipoklorit diketahui menyebabkan pencemaran lingkungan. Selain itu, peraturan tentang lingkungan yang makin ketat, memaksa industri untuk mencari dan mengembangkan agen *bleaching* ramah lingkungan atau *totally chlorine-free (TCF) bleaching*. Hidrogen peroksida (H_2O_2) dan *alkaline peroxide (AHP)* diketahui sebagai agen *bleaching* tanpa kandungan klorin, sehingga ramah lingkungan. Adapun penggunaan H_2O_2 telah dilakukan pada kapas (Liu dkk. 2018) dan penggunaan AHP pada jerami gandum dan padi. Hidrogen peroksida merupakan oksidator kuat yang memiliki

keunggulan yaitu sifatnya yang ramah lingkungan dan tidak meninggalkan residu. Selain itu, penambahan hidrogen peroksida banyak digunakan dalam proses *bleaching pulp* untuk kayu yang memiliki lignin tinggi. Kombinasi hidrogen peroksida dan alkali seperti sodium hidroksida membuat laju dekomposisi hidrogen peroksida makin tinggi (Selig dkk., 2009). Setelah proses delignifikasi dan *bleaching*, dihasilkan produk berupa serat selulosa berwarna putih.

II.2.3 Intensitas Gugus Fungsi Selulosa

FTIR adalah suatu teknik yang digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan menggunakan radiasi elektromagnetik. Prinsip menggunakan FTIR adalah sebagai berikut:

- Sumber: energi infra merah yang dipancarkan dari sumber benda hitam yang bercahaya. Sinar ini melewati lubang yang mengontrol jumlah energi yang disampaikan kepada sampel dan akhirnya ke detektor.
- Interferometer: cahaya memasuki interferometer.
- Sampel: sinar memasuki kompartemen sampel dan ditransmisikan atau terpantul dari permukaan sampel, tergantung pada jenis analisis yang dilakukan.
- Detektor: sinar akhirnya lolos ke detektor untuk pengukuran akhir.
- Komputer: Sinyal yang diukur berupa digital dan dikirim ke komputer pada saat transformasi *Fourier* berlangsung. Spektrum inframerah terakhir ini kemudian disajikan kepada pengguna untuk interpretasi dan manipulasi lebih lanjut (Lubis, 2015).



Gambar II.5 Spektrum FTIR (a) bahan mentah *Retama raetam*, (b) serat dengan perlakuan alkali, (c) serat mikroselulosa dari proses *bleaching* (Khenblouche dkk., 2019)

Gambar II.5 merupakan contoh hasil spektrum FTIR perlakuan kimia menghilangkan sebagian besar lignin dan hemiselulosa dari sampel tumbuhan *Retama raetam*. Adapun bilangan gelombang dari *bleaching* H₂O₂ dapat dilihat pada Tabel II.2.

Tabel II.2 Hasil bilangan gelombang *bleaching* H₂O₂

Spektrum	Bilangan gelombang	Keterangan
(a), (b), (c)	876-897 cm ⁻¹	Ikatan beta glikosida selulosa
(a), (b), (c)	1029-1031 cm ⁻¹	C-O-C pyranose ring skeletal vibration
(b), (c)	1051-1054 cm ⁻¹	C-O-C pyranose ring skeletal vibration
(a), (b), (c)	1144-1159 cm ⁻¹	C-O-C <i>pyranose ring skeletal</i>
(a), (b), (c)	1316-1327 cm ⁻¹	C-C dan C-O <i>sketal</i>
(a), (b), (c)	1370-1374 cm ⁻¹	O-H <i>bending</i>
(a), (b), (c)	1417-1429 cm ⁻¹	CH <i>bending</i>
(a), (b), (c)	1644-1646 cm ⁻¹	OH <i>bending</i> of the absorbed water
(a)	1734 cm ⁻¹	Menunjukkan keberadaan lignin dan hemiselulosa C=O <i>stretching</i>
(a), (b), (c)	2896-2922 cm ⁻¹	C-H <i>stretching</i>
(a), (b), (c)	3323-3332 cm ⁻¹	H-bonded OH <i>groups stretching</i>

(Khenblouche dkk., 2019)

Serat mikroselulosa dari proses *bleaching* mempunyai bilangan gelombang 3332 cm⁻¹, 2901 cm⁻¹, 1644 cm⁻¹, 1429 cm⁻¹, 1370 cm⁻¹, 1316 cm⁻¹, 1159 cm⁻¹, 1054 cm⁻¹, 1031 cm⁻¹, dan 897 cm⁻¹. C-O-C *pyranose ring skeletal* atau kerangka cincin piranosa C-O-C ini merupakan molekul glukosa yang memiliki lima atom karbon yang pertama dengan atom oksigen dapat membentuk cincin segienam sedangkan, ikatan β-glikosida terbentuk karena oksigen yang mengikat dua atom C berada pada bagian atas (*equatorial*) (Khenblouche dkk., 2019).

II.3 PLA

Poliasam laktat atau yang biasa disebut dengan *polylactic acid* (PLA) adalah polimer termoplastik yang terbuat dari proses polimerisasi kondensasi dari monomer-monomer asam laktat. PLA ditemukan pada tahun 1932 oleh Crothers (DuPont) dengan berat molekul yang rendah dengan cara memanaskan asam laktat

pada kondisi vakum (Sari, 2018). Fermentasi asam laktat dapat diperoleh dari pati jagung, singkong, dll. Oleh karena itu, PLA dikategorikan dalam biopolimer karena terbuat dari energi terbarukan. PLA memiliki sifat fisis seperti pada Tabel II.3.

Tabel II.3 Sifat fisis PLA *Amorphous*

Parameter	Nilai
Titik Leleh (°C)	210
Suhu transisi kaca (°C)	55-60
Densitas	1,24

Ingeo *data sheet* PLA 4060D

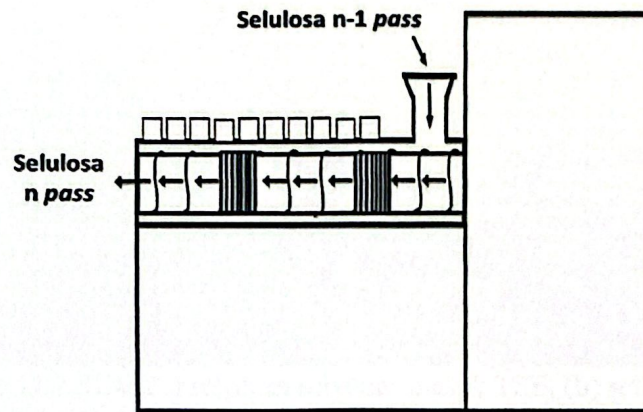
PLA memiliki kegunaan yang cukup luas terutama pada bidang kesehatan, otomotif serta kemasan. Hal itu dikarenakan, PLA memiliki transparansi yang tinggi, sifat mekanik yang baik, kemudahan untuk terdegradasi secara alami serta dapat diproses secara fisik seperti polimer sintesis lainnya. Namun, pemanfaatan PLA belum seluas polimer sintesis lainnya karena sifatnya yang kurang tangguh, tidak tahan terhadap panas, getas, dan proses kristalisasinya yang lambat menyebabkan menurunnya produktivitas dari PLA (Suryanegara dkk., 2010).

II.4 Fibrilasi Selulosa pada *Twin-Screw Extruder (TSE)*

Twin-Screw Extruder digunakan sebagai alat *disintegration* dari serat selulosa. Proses fibrilasi terjadi selama pencampuran serat *pulp* dengan *powder polipropylene* di dalam TSE. Biasanya TSE digunakan untuk memproses polimer seperti *polyethylene (PE)*, *polipropylene (PP)*, *polyethylene terephthalate (PET)*, *polyvinyl chloride (PVC)*, dan polimer lain. Penggunaan *twin-screw extruder* dapat dimanfaatkan untuk menghasilkan fibrilasi selulosa. TSE mempunyai kelebihan diantaranya:

1. Fibrilasi proses TSE menghasilkan biaya produksi yang rendah karena efisiensi yang tinggi dan *fast procedure*.
2. Selulosa fibrilasi yang dihasilkan ekstruder berbentuk padat sehingga cukup menguntungkan industri, transportasi, produksi, dan penyimpanan.
3. Selain digunakan untuk polimer dan komposit, kegunaan TSE lebih dari *disintegration* atau *homogenization*. TSE dapat memproses *pulp* selulosa untuk kebutuhan industri (Ho dkk., 2015)

Bentuk-bentuk selulosa fibrilasi dapat dihasilkan dengan variasi jumlah *pass* melalui TSE. *Pass* adalah sebutan untuk suatu bahan yang masuk dari *hopper* dan didorong oleh *screw* menuju *nozzle*. *n-pass* adalah *n* kali suatu bahan yang diproses menggunakan *twin-screw extruder* seperti yang dilihat pada Gambar II.6



Gambar II.6 Jumlah *pass* pada *twin-screw extruder*

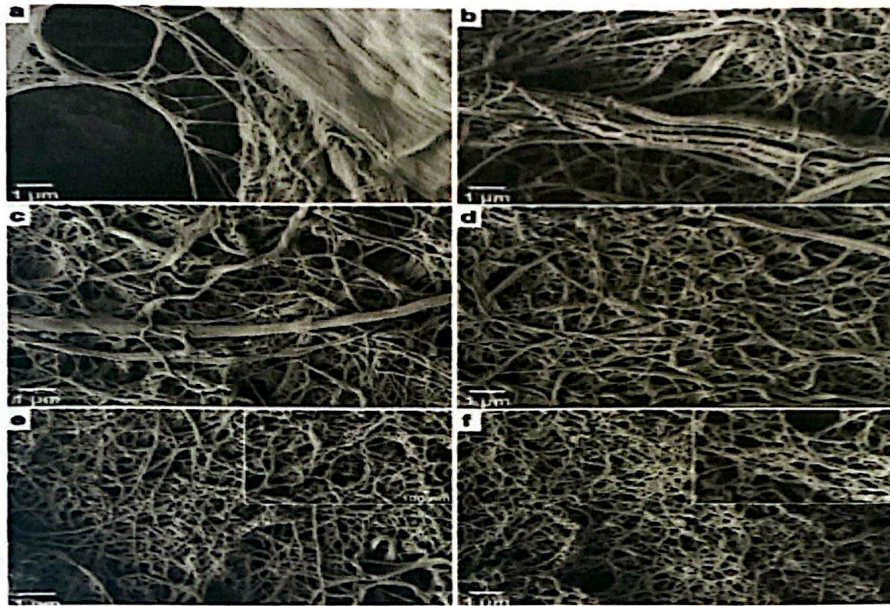
Selulosa fibrilasi yang telah divariasikan pada jumlah *pass* dapat diketahui tingkat fibrilasinya, sehingga dapat diproduksi sesuai dengan kebutuhan industri.

II.4.1 Morfologi

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah sebuah mikroskop yang dapat membentuk bayangan permukaan. Struktur permukaan suatu benda dapat dipelajari dengan mikroskop elektron pancaran karena jauh lebih mudah untuk mempelajari struktur permukaannya secara langsung. Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai (*scan*) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel mengeluarkan elektron baru yang diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (Nur, 1997).

Gambar II.7 terlihat contoh morfologi dari proses fibrilasi menggunakan TSE yang memberikan efek pada setiap *pass*. II.7a morfologi menggunakan SEM serat masih menunjukkan mikrofibril. II.7b,c,d perubahan serat mulai mengecil. II.7e,f serat sudah menjadi nano namun, tidak ada perubahan yang signifikan pada serat.

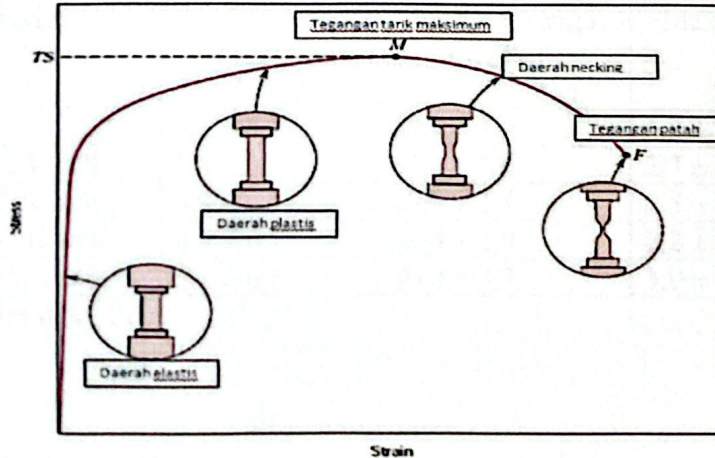


Gambar II.7 SEM (a) selulosa sebelum masuk TSE, (b) setelah melalui 1 *pass*, (c) 3 *pass*, (d) 5 *pass*, (e) 10 *pass*, (f) 14 *pass* (Ho dkk., 2015)

II.4.2 Kekuatan Tarik Komposit

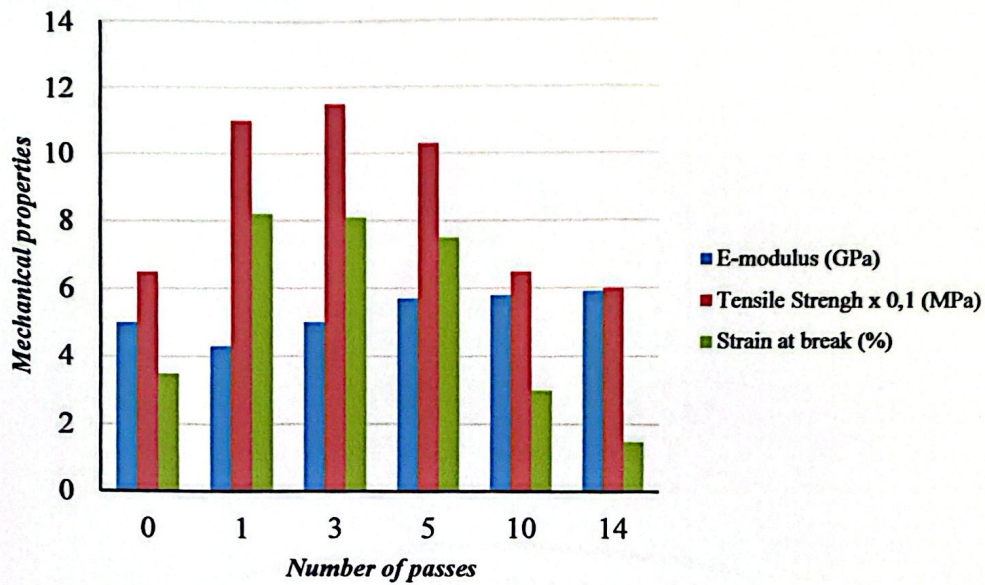
Data kekuatan tarik diperoleh kurva tegangan (*stress*) terhadap regangan (*strain*).

Ilustrasi uji tarik dapat dilihat dalam Gambar II.8.



Gambar II.8 Ilustrasi uji tarik (Laksanawati dkk. 2018)

Metode uji standar untuk sifat tarik plastik mengikuti ASTM D638 dan menggunakan mesin *Universal Testing Machine* (UTM). Kekuatan tarik atau *tensile strength* fibrilasi selulosa pada TSE mempunyai nilai yang tinggi pada sampel 1, 3, dan 5 *pass* dibandingkan sampel yang lain. Hal ini terlihat pada Gambar II.9.



Gambar II.9 Sifat tarik selulosa fibrilasi (*E-modulus*, *tensile strength*, dan *strain at break*) dari semua selulosa yang berbeda *pass* melalui TSE (Ho dkk., 2015)

Suryanegara dkk., (2009) menegaskan adanya pengaruh penambahan selulosa fibrilasi pada PLA di biokomposit selulosa dapat dilihat pada Tabel II.4.

Tabel II.4 Sifat mekanik MFC-PLA

Material	Tensile Modulus (GPa)	Tensile Strength (MPa)	Max Strain (%)
PLA	3,3 ± 0,2	57,7 ± 1,5	6,8 ± 2,1
PLA-MFC 3 wt%	3,8 ± 0,1	61,4 ± 1,6	2,7 ± 0,2
PLA-MFC 5 wt%	3,9 ± 0,1	63,4 ± 1,1	2,5 ± 0,2
PLA-MFC 10wt%	4,5 ± 0,1	65,4 ± 1,9	2,2 ± 0,1
PLA-MFC 20wt%	5,2 ± 0,1	70,2 ± 3,7	1,9 ± 0,1

(Suryanegara dkk., 2009)

Bab III Metode Penelitian

III.1 Waktu dan Tempat

Penelitian dilakukan di Laboratorium Pusat Penelitian Biomaterial, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Cibinong. Telah dilaksanakan selama 6 bulan yaitu pada tanggal 02 Januari-30 Juni 2020.

III.2 Alat dan Bahan

III.2.1 Alat

Semua peralatan yang digunakan dalam penelitian disediakan oleh Pusat Penelitian Biomaterial LIPI, Cibinong. Alat-alat tersebut antara lain:

1. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) merek PERKIN ELMER-SPEKTRUM TWO,
2. *Twin-Screw Extruder* (TSE) merek HAAKE Rheomex PTW16,
3. *Field Emission-Scanning Electron Microscope* (FE-SEM) merek JSM-6700F, JEOL Ltd,
4. *Mini jet pro* merek The Thermo Scientific HAAKE,
5. *Universal Tensile Machine* (UTM) Autograph 10kN,
6. Centrifuge *suprema21*,
7. *Universal drying oven* merk labtech,
8. *Hotplate* MHS-420 merk boeco germany,
9. *Hammer mill* merk *pallmann*,
10. *Disk mill* merk *FFC*,
11. Mesin ayakan merk maksindo,
12. Necara analitik merk ohaus,
13. Lemari asam labtech,
14. *Beaker glass* merek AGC Iwaki,
15. Kertas teflon,
16. pH universal,
17. Batang pengaduk,
18. Kain saring,
19. Cawan petri,
20. Lapisan platinum (Pt),

21. Corong pemisah,
22. Erlenmeyer,
23. Gelas ukur,
24. Penyaring kaca masir IG3,
25. Termometer,
26. Nampan,
27. Jangka sorong.

III.2.2 Bahan

Semua bahan yang digunakan dalam penelitian disediakan oleh Pusat Penelitian Biomaterial LIPI, Cibinong. Bahan-bahan yang digunakan antara lain:

1. Partikel batang sorgum kering jenis keller,
2. Pelarut organik etanol,
3. *Aquadest*,
4. Larutan alkali sodium hidroksida (NaOH),
5. Hidrogen peroksida (H₂O₂),
6. Sodium peroksida (Campuran H₂O₂ dan NaOH),
7. Aseton,
8. PLA *Amorphous* 4060D.

III.3 Variabel

Variabel dalam penelitian ini terdiri atas variabel tetap dan variabel bebas.

III.3.1 Variabel Tetap

Variabel tetap merupakan variabel yang tidak berubah selama penelitian. Variabel tetap dalam penelitian ini yaitu:

1. selulosa dari serat batang sorgum,
2. konsentrasi NaOH 10% proses delignifikasi,
3. waktu delignifikasi selama 2 jam dengan suhu 95°C,
4. agen *bleaching* H₂O₂ 30%, dan sodium peroksida yang didapat dari campuran NaOH 10%: H₂O₂ 30%,
5. kecepatan putar *screw* TSE 400 rpm,
6. suhu pengadukan ekstruder 26°C,
7. rasio panjang/diameter TSE (L/D) 45.
8. selulosa fibrilasi 5 *pass* sebanyak 6 gram (b/k),

9. PLA *Amorphous* 54 gram.

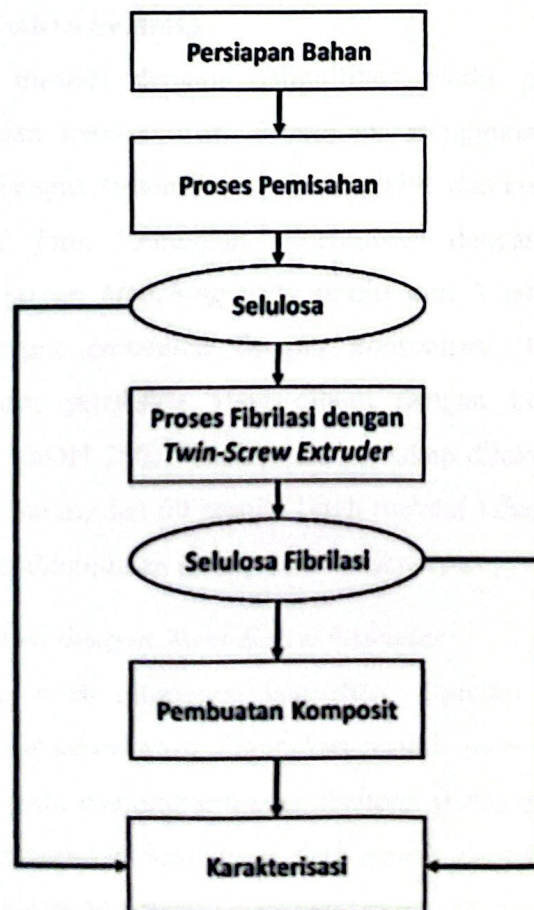
III.3.2 Variabel Bebas

Variabel bebas merupakan variabel yang divariasikan pada tiap penelitian agar didapat hasil yang diinginkan. Berikut adalah variabel bebas dalam penelitian ini:

1. waktu *bleaching* 30 menit, 45 menit, dan 60 menit,
2. hidrogen peroksida dan natrium peroksida,
3. selulosa fibrilasi 1 *pass* dan 5 *pass*.

III.4 Prosedur

Penelitian dilakukan dengan beberapa tahap yaitu persiapan bahan, proses pemisahan selulosa, proses fibrilasi dengan *twin-screw extruder*, pembuatan komposit, dan karakterisasi. Skema penelitian dapat dilihat pada Gambar III.1.



Gambar III.1 Diagram alir eksperimen fibrilasi selulosa dari serat sorgum dengan *twin-screw extrusion*

III.4.1 Persiapan Bahan

III.4.1.1 Persiapan Serat Sorgum

Bahan baku berupa partikel batang sorgum kering jenis keller sebanyak 1Kg disediakan oleh P2 Biomaterial LIPI. Partikel batang sorgum kering tersebut masih belum seragam ukurannya sehingga perlu diproses menggunakan mesin *hammer mill* dan *diskmill*. Setelah itu, disaring dengan ayakan yang berukuran 40 mesh. Kemudian, serat sorgum yang lolos 40 mesh dan tertahan 60 mesh digunakan pada tahap selanjutnya.

III.4.1.2 Persiapan PLA

PLA sebanyak 54 gram dilarutkan dalam 300mL aseton. Diaduk dengan kecepatan pengadukan 250 rpm selama 12 jam. Larutan PLA akan dicampur dengan selulosa dan selulosa fibrilasi.

III.4.2 Proses Pemisahan Selulosa

Proses pemisahan diawali dengan delignifikasi yaitu proses pengurangan kandungan lignin dan hemiselulosa. Proses ini menggunakan larutan NaOH konsentrasi 10% sebanyak 1000mL dengan suhu 95°C dan kecepatan pengadukan 250 rpm selama 2 jam. Kemudian, dinetralisasi dengan *aquadest*. Proses selanjutnya adalah proses *bleaching* yang terdiri dari 2 tahap. Tahap pertama menggunakan hidrogen peroksida dengan konsentrasi 30%. Tahap kedua menggunakan sodium peroksida yang dibuat dengan konsentrasi hidrogen peroksida 30% dan NaOH 10%. Masing-masing tahap dilakukan dengan variasi waktu 30 menit, 45 menit, dan 60 menit. Telah melalui tahap *bleaching*, sampel terbaik diambil untuk dilanjutkan pada proses berikutnya.

III.4.3 Proses Fibrilasi dengan *Twin-Screw Extruder*

Serat selulosa yang telah ditimbang kemudian, diproses dengan *twin-screw extruder* (TSE). Profil *screw* yang digunakan adalah *co-rotating intermeshing*. *Screw* ini memiliki rasio panjang terhadap diameter (L/D) dari TSE sebesar 45. *Screw* pada TSE merupakan kombinasi dari *screw* uleni/*kneading* dan *screw* pengumpanan/*feed*. Kecepatan putar *screw* yang digunakan pada proses ini sebesar 400 rpm dengan suhu 26°C untuk semua zona. Kemudian, sampel selulosa yang berupa bubuk lembap di fibrilasi menggunakan TSE dengan 5 *pass*.

III.4.4 Pembuatan Komposit

Larutan PLA dicampur dengan 300mL suspensi selulosa fibrilasi dalam aseton. Kemudian, campuran tersebut dituangkan dalam nampan berukuran 32cm x 32cm. Setelah itu, sampel dikeringkan pada suhu ruang. Kemudian, pengeringan dilanjutkan dengan oven suhu 65°C selama 12 jam. Sampel yang sudah kering berbentuk lembaran komposit.

III.4.5 Karakterisasi

III.4.5.1 Kandungan Kimia

Terdiri dari pengujian ekstraktif, holoselulosa, dan lignin. Pengujian ekstraktif menggunakan standar TAPPI Test Method T 204 cm-97 dilakukan dengan menggunakan etanol dan benzene (1:2). Pengujian holoselulosa menggunakan NaClO₂ 25% dan 100%. Pengujian lignin menggunakan H₂SO₄.

III.4.5.2 Intensitas Gugus Fungsi Selulosa

Bubuk selulosa hasil *bleaching* hidrogen peroksida, dan sodium peroksida diproses menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) merek Perkin Elmer-Spektrum Two untuk mengetahui grafik spektrum selulosanya. Grafik tersebut diatur dengan rentang panjang gelombang 4000–400 cm⁻¹, dan resolusi 4 cm⁻¹.

III.4.5.3 Morfologi

Serat selulosa fibrilasi diencerkan menggunakan 20 ml etanol dalam cakram petri teflon. Suspensi disebarakan dengan baik di dalam cawan petri sebelum dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 15 menit. Setelah lembaran tipis kering dan densitas rendah terbentuk pada cakram petri, sebagian kecil lembaran tersebut dipotong, dan direkatkan pada selembur pita perekat karbon yang ditempelkan pada pemegang spesimen. Sampel dilapisi dengan lapisan platinum (Pt) sekitar 2 nm. FE-SEM merek JSM-6700F, JEOL Ltd dengan peningkatan *voltage* 2kV.

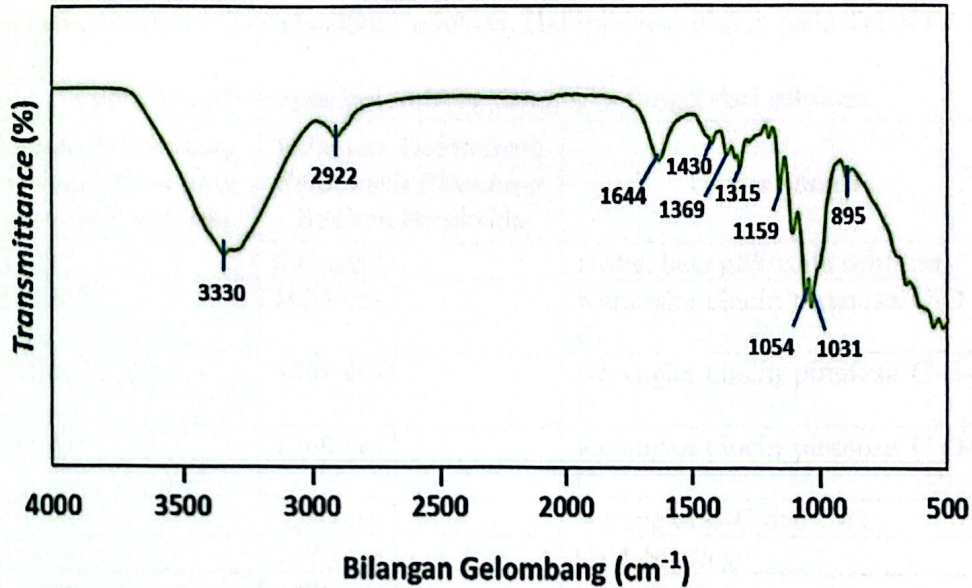
III.4.5.4 Kekuatan Tarik Komposit PLA

Lembaran komposit kering dipotong kecil-kecil. Sebanyak 2,8 gram potongan biokomposit dimasukkan ke dalam mesin *mini jet pro*. Mesin tersebut digunakan untuk mencetak *dogbone*. Pembuatan *dogbone* dengan mesin *mini jet pro* dengan kondisi operasi $T_{cylinder} = 155^{\circ}\text{C}$, $T_{mould} = 37^{\circ}\text{C}$, Pressure= 600 bar, dan Time= 15 s. Spesimen *dogbone* mengikuti standar ASTM D638 Type V. *Dogbone* diukur

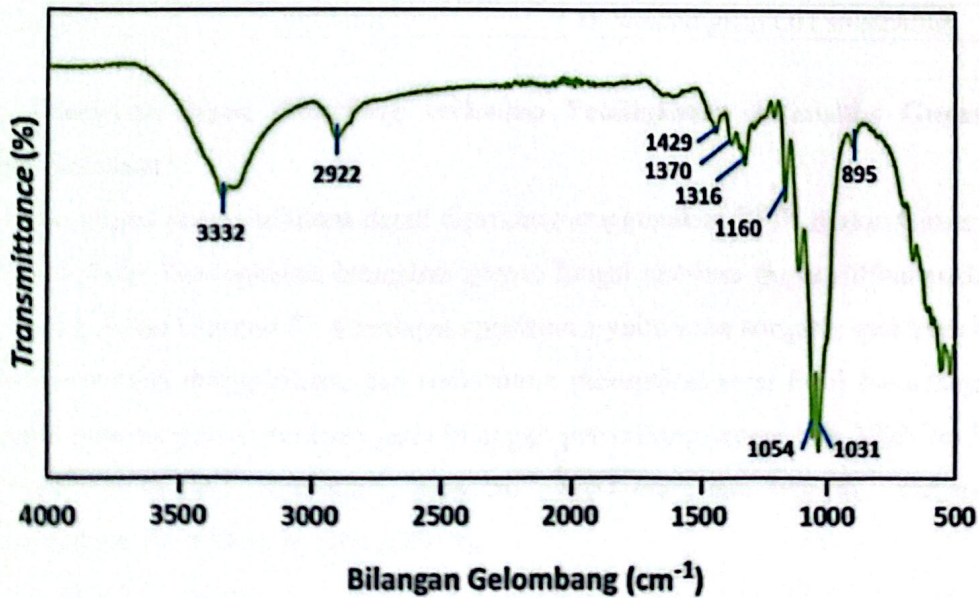
panjang, lebar, dan tebal menggunakan jangka sorong. Pengujian tarik semua *dogbone* dilakukan dengan mesin uji bahan universal (UTM) autograph 10kN pada kecepatan 1 mm/menit.

Bab IV Hasil dan Pembahasan

Grafik spektrum dari serat hasil *bleaching* dengan menggunakan hidrogen peroksida dapat dilihat pada Gambar IV.1 dan grafik spektrum serat dari hasil *bleaching* dengan menggunakan sodium peroksida dapat dilihat pada Gambar IV.2.



Gambar IV.1 Grafik spektrum serat hasil *bleaching* menggunakan hidrogen peroksida



Gambar IV.2 Grafik spektrum serat hasil *bleaching* menggunakan sodium peroksida

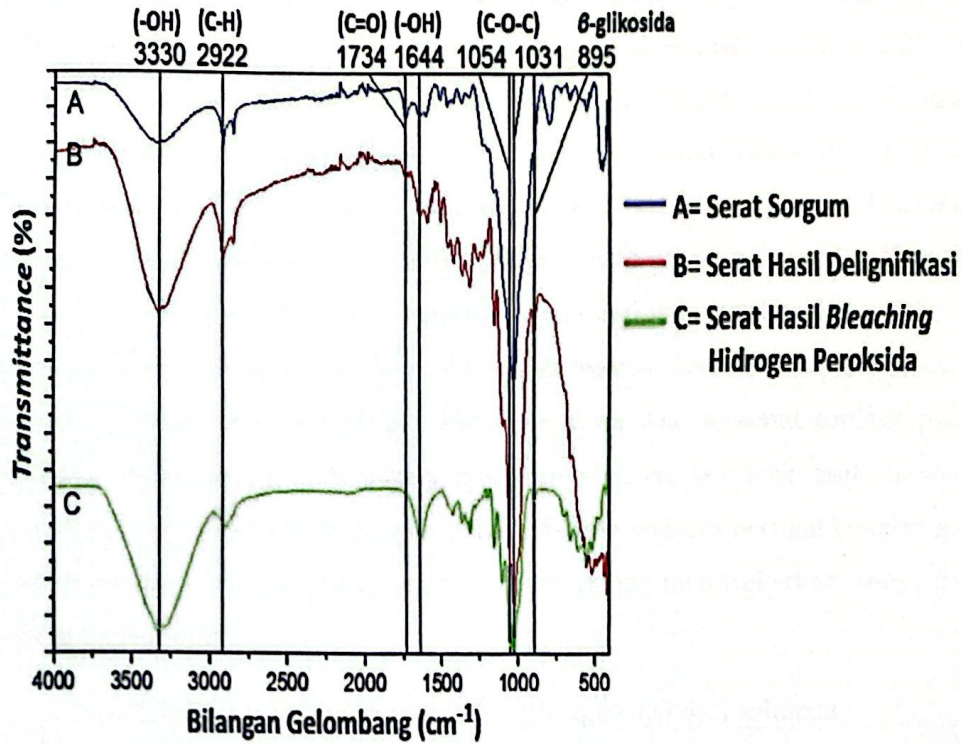
Ciri struktur molekul kimia dari selulosa adalah mempunyai beberapa ikatan seperti ikatan -OH, ikatan -H, ikatan β -glikosida pada bilangan gelombang 897 cm^{-1} , ikatan kerangka cincin piranosa C-O-C yaitu eter pada bilangan gelombang 1054 cm^{-1} dan 1031 cm^{-1} . Serat hasil *bleaching* dengan hidrogen peroksida dan sodium peroksida sudah menunjukkan ciri yang mirip dengan selulosa referensi dari Khenblouche dkk., (2019) sehingga proses pemisahan selulosa ini dapat diterapkan pada serat batang sorgum untuk menghasilkan selulosa. Hal ini dapat dilihat pada Tabel IV.1.

Tabel IV.1 Bilangan gelombang dan gugus fungsi dari selulosa

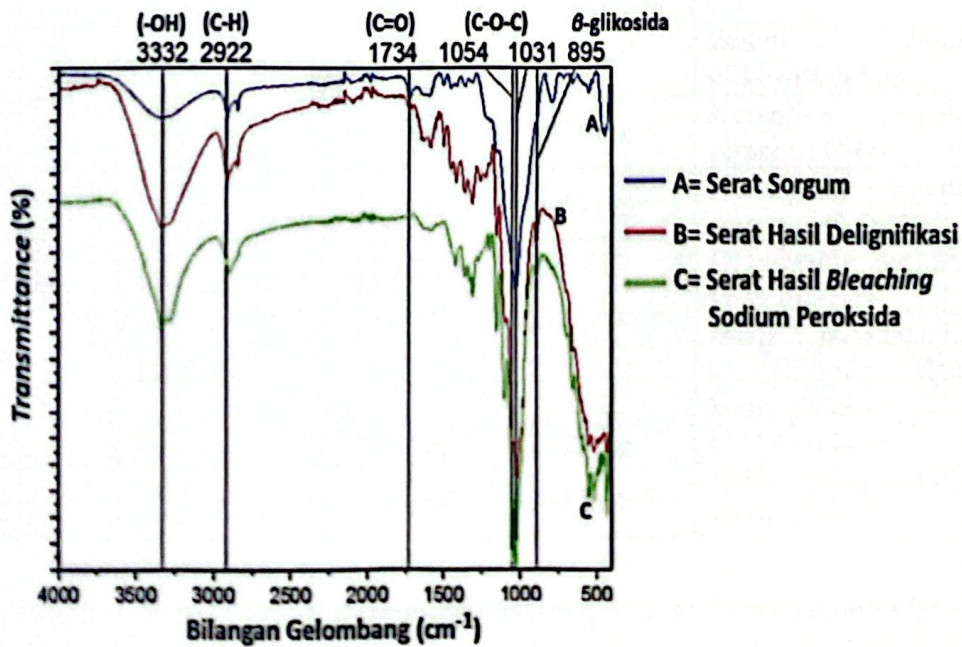
Bilangan Gelombang Serat hasil <i>Bleaching</i> Hidrogen Peroksida	Bilangan Gelombang Serat hasil <i>Bleaching</i> Sodium Peroksida	Gugus Fungsi
895 cm^{-1}	895 cm^{-1}	Ikatan beta glikosida selulosa
1031 cm^{-1}	1031 cm^{-1}	Kerangka cincin piranosa C-O-C
1054 cm^{-1}	1054 cm^{-1}	Kerangka cincin piranosa C-O-C
1159 cm^{-1}	1160 cm^{-1}	Kerangka cincin piranosa C-O-C
1315 cm^{-1}	1316 cm^{-1}	Kerangka C-C dan C-O
1369 cm^{-1}	1370 cm^{-1}	O-H <i>bending</i>
1430 cm^{-1}	1429 cm^{-1}	CH <i>bending</i>
1644 cm^{-1}	-	OH <i>bending</i> dari air yang diserap
2922 cm^{-1}	2922 cm^{-1}	C-H <i>stretching</i>
3330 cm^{-1}	3332 cm^{-1}	H-bonded grup OH <i>stretching</i>

IV.1 Pengaruh Agen *Bleaching* terhadap Peningkatan Intensitas Gugus Fungsi Selulosa

Intensitas gugus fungsi selulosa dapat diproses menggunakan FTIR Perkin Elmer-Spektrum Two. Peningkatan intensitas gugus fungsi selulosa dapat dilihat pada Gambar IV.3 dan Gambar IV.4 terdapat spektrum a yaitu serat sorgum, spektrum b adalah serat hasil delignifikasi, dan spektrum c merupakan serat hasil *bleaching*. Terdapat puncak daerah serapan pada bilangan gelombang antara lain 3330 cm^{-1} , 2922 cm^{-1} , 1734 cm^{-1} , 1644 cm^{-1} , 1054 cm^{-1} , 1031 cm^{-1} , dan 895 cm^{-1} . Hal ini selaras dengan Khenblouche dkk., (2019).



Gambar IV.3 Peningkatan intensitas gugus fungsi serat selulosa yang menggunakan hidrogen peroksida



Gambar IV.4 Peningkatan intensitas gugus fungsi serat selulosa yang menggunakan sodium peroksida

Peningkatan intensitas gugus fungsi selulosa diindikasikan dengan menghilangnya bilangan gelombang 1734 cm^{-1} yang memiliki puncak daerah serapan asam *p-coumaric* dari lignin dan hemiselulosa setelah di *bleaching*, baik dengan menggunakan hidrogen peroksida maupun sodium peroksida. Disisi lain, puncak daerah serapan kerangka cincin piranosa C-O-C yaitu eter pada bilangan gelombang 1054 cm^{-1} dan 1031 cm^{-1} serta adanya daerah serapan ikatan β -glikosida pada bilangan gelombang 895 cm^{-1} mengalami peningkatan setelah di *bleaching*. Hal ini dapat dilihat pada Tabel IV.2. Kenaikan puncak daerah serapan tersebut sangat mirip dengan struktur molekul kimia selulosa. Hal tersebut terlihat pada kedua grafik peningkatan intensitas gugus fungsi serat selulosa baik dengan menggunakan agen *bleaching* hidrogen peroksida dan sodium peroksida sehingga dapat diindikasikan bahwa kedua agen tersebut dapat meningkatkan intensitas gugus fungsi selulosa.

Tabel IV.2 Peningkatan intensitas gugus fungsi dari selulosa

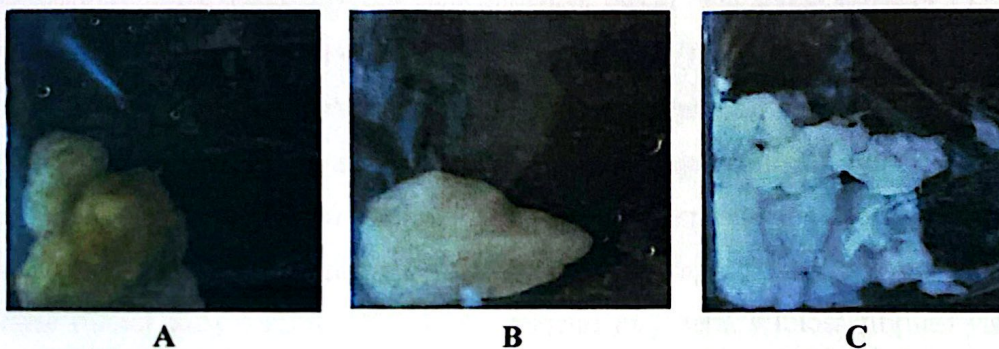
Bilangan Gelombang Serat Sorgum	Bilangan Gelombang Serat hasil Delignifikasi	Bilangan Gelombang Serat hasil <i>Bleaching</i> Hidrogen Peroksida	Bilangan Gelombang Serat hasil <i>Bleaching</i> Sodium Peroksida	Gugus Fungsi
-	895 cm^{-1}	895 cm^{-1}	895 cm^{-1}	Ikatan beta glikosida selulosa
-	-	1031 cm^{-1}	1031 cm^{-1}	Kerangka cincin piranosa C-O-C
-	-	1054 cm^{-1}	1054 cm^{-1}	Kerangka cincin piranosa C-O-C
1644 cm^{-1}	1644 cm^{-1}	1644 cm^{-1}	-	OH <i>bending</i> dari air yang diserap
1734 cm^{-1}	1734 cm^{-1}	-	-	asam <i>p-coumaric</i> dari lignin dan hemiselulosa
2922 cm^{-1}	2922 cm^{-1}	2922 cm^{-1}	2922 cm^{-1}	C-H <i>stretching</i>
3330 cm^{-1}	3330 cm^{-1}	3330 cm^{-1}	3332 cm^{-1}	H-bonded grup OH <i>stretching</i>

IV.2 Pengaruh Waktu Proses *Bleaching* terhadap Warna Serat Selulosa Hasil Delignifikasi

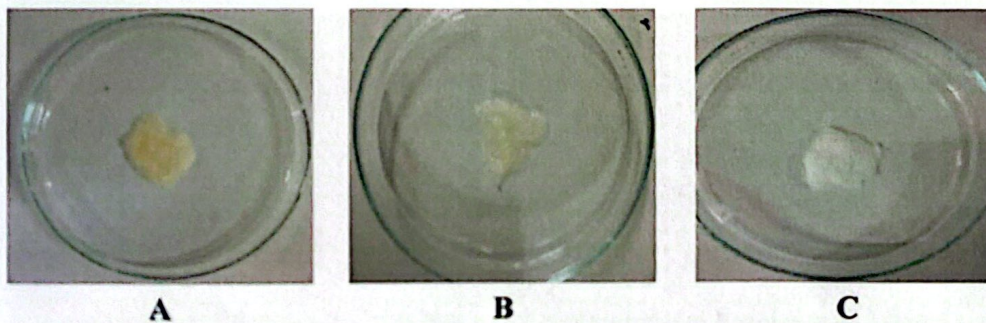
Agen *bleaching* yang digunakan pada proses ini adalah H_2O_2 dan sodium peroksida dengan variasi waktu 30 menit, 45 menit, dan 60 menit. Pada waktu 30 menit *pulp*

berwarna kuning. Pada waktu 45 menit warna *pulp* menjadi kuning pucat. Perubahan warna *pulp* menjadi putih berada pada waktu 60 menit. Peningkatan waktu *bleaching* menggunakan H_2O_2 dan sodium peroksida dapat mengubah warna *pulp* hasil delignifikasi yang semula kuning menjadi putih. Hal ini selaras dengan Banik dkk. (2010).

Hasil *bleaching* yang berwarna putih diindikasikan karena adanya keberadaan selulosa dan berkurangnya kandungan lignin pada serat sorgum. Pada Gambar IV.5 dan Gambar IV.6 dapat dilihat hasil *bleaching* dengan menggunakan kedua agen tidak memiliki perbedaan yang signifikan dari segi warna serat.



Gambar IV.5 Warna serat saat proses *bleaching* menggunakan H_2O_2
a) 30 menit b) 45 menit c) 60 menit



Gambar IV.6 Warna serat saat proses *bleaching* menggunakan sodium peroksida a) 30 menit b) 45 menit c) 60 menit

Pada waktu 60 menit, hasil *bleaching* dari kedua agen mempunyai warna yang sama. Meskipun kedua seratnya berwarna putih, persentase kandungan kimianya berbeda-beda. Hasil ini dapat diperjelas pada Tabel IV.3 bahwa kandungan kimia serat batang sorgum menggunakan hidrogen peroksida memiliki persentase ekstraktif dan lignin yang tinggi. Agen *bleaching* menggunakan sodium peroksida memiliki kandungan persentase holoselulosa yang tinggi. Kandungan persentase

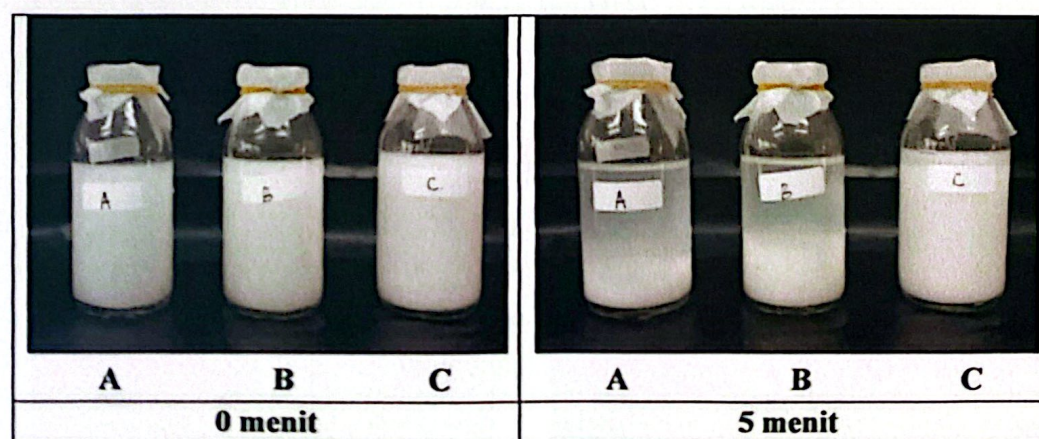
holoselulosa yang tinggi mungkin juga memiliki kandungan selulosa yang tinggi. Hal ini selaras dengan Reddy dkk. (2007).

Tabel IV.3 Pengujian kandungan kimia dari serat batang sorgum pada hasil *bleaching*

Kandungan Serat Batang Sorgum	Hasil Penelitian hidrogen peroksida 60 menit	Hasil Penelitian sodium peroksida 60 menit
Ekstraktif	6%	4%
Holoselulosa	78%	88%
Lignin	9%	3%

IV.3 Pengaruh Jumlah *Pass* pada TSE terhadap Morfologi Selulosa

Fibrilasi selulosa dapat diproses menggunakan mesin *twin-screw extruder* (TSE) (Model Thermoscientific HAAKE Rheomex OS PTW16 + HAAKE PolyLab OS Rheodrive 7). Bubuk lembap serat selulosa yang diproses *twin-screw extruder* dengan masing-masing berat 3 gram dicampurkan dalam 50 mL air. Bubuk lembap A merupakan serat selulosa fibrilasi 1 *pass*, B adalah serat selulosa fibrilasi 3 *pass*, dan C adalah serat selulosa fibrilasi 5 *pass*. Perbandingan hasil fibrilasi selulosa dapat dilihat pada Gambar IV.7. Hasil suspensi *pulp* serat selulosa fibrilasi yang didiamkan selama 5 menit menunjukkan bahwa serat selulosa fibrilasi 5 *pass* menyebar atau terdispersi lama di dalam air karena ukuran seratnya mengecil.

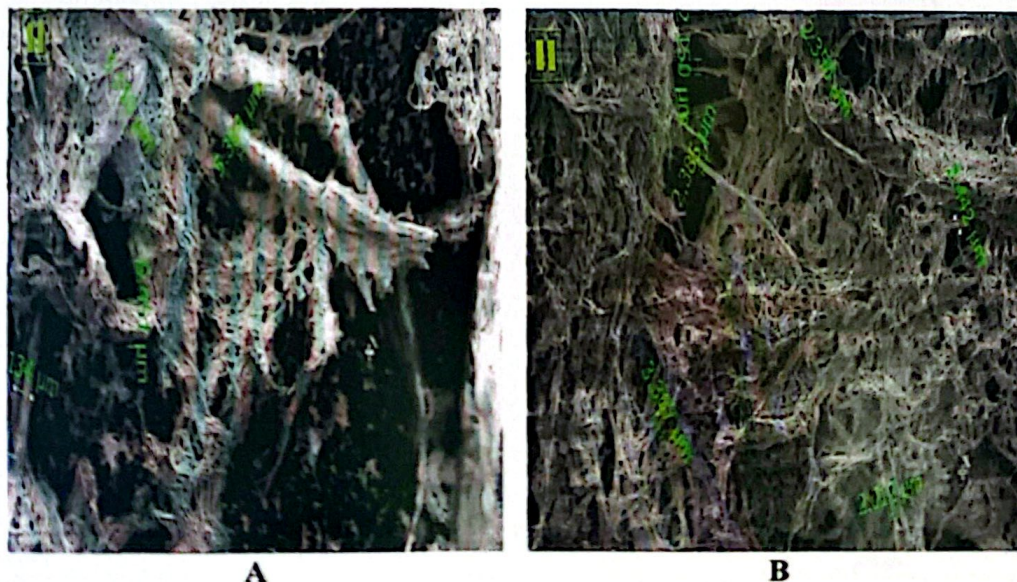


Gambar IV.7 Laju pengendapan 5 menit setelah di TSE
a) 1 *pass* b) 3 *pass* c) 5 *pass*

Hasil laju pengendapan serat selulosa fibrilasi diselaraskan dengan hasil morfologi menggunakan mesin *Field Emission-Scanning Electron Microscope* (FE-SEM) JSM-6700F yang memiliki standar SNI ISO/IEC 17025:2008. Diamati dengan

perbesaran 1000x. Terlihat pada Gambar IV.8 terjadi perubahan serat yang mengecil setelah di proses menggunakan mesin *twin-screw extruder*. Hasil ini selaras dengan penelitian Ho dkk., (2015).

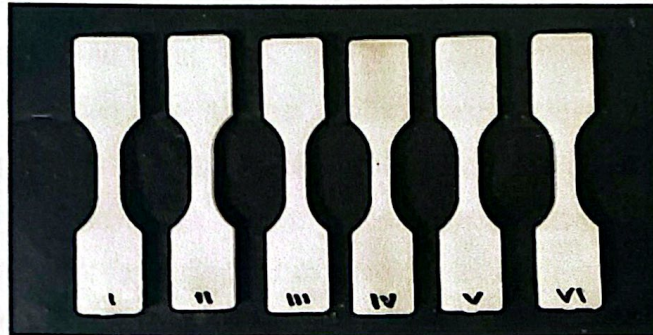
Gambar IV.8a menunjukkan bahwa serat selulosa fibrilasi 1 *pass* dari serat batang sorgum memiliki serat yang berukuran mikro. Hal ini dilihat dari salah satu ukuran diameter serat paling besar 134 μm . Perubahan serat selulosa fibrilasi dari serat batang sorgum, mulai terlihat pada Gambar IV.8b Serat sudah mengecil ketika melewati 5 *pass* pada TSE. Salah satu ukuran diameter serat yang didapatkan pada 5 *pass* sebesar 2,012 μm . Putaran *screw* dari mesin *twin-screw extruder* mampu mengoyak-ngoyak serat selulosa berdiameter besar sehingga dapat mengubah bentuk serat menjadi lebih kecil dan serat selulosa menjadi amorf. Gesekan dari *screw* menimbulkan panas sehingga terjadinya penguapan menyebabkan berkurangnya persentase kandungan air pada serat selulosa. Ketika serat selulosa didorong dari *screw* menuju *nozzle* terjadinya tekanan yang membuat serat mengembang sehingga diindikasikan bahwa serat selulosa tersebut memiliki densitas yang rendah. Perubahan serat ini meyakinkan bahwa TSE mampu memfibrilasi serat selulosa. Ukuran serat yang mengecil dapat memperbesar luas penampang serat sehingga selulosa fibrilasi berukuran mikrometer diindikasikan mampu menjadi *filler* dan penguat pada komposit.



A **B**
Gambar IV.8 Rekam morfologi serat selulosa a) 1 *pass*
b) 5 *pass* dengan FE-SEM

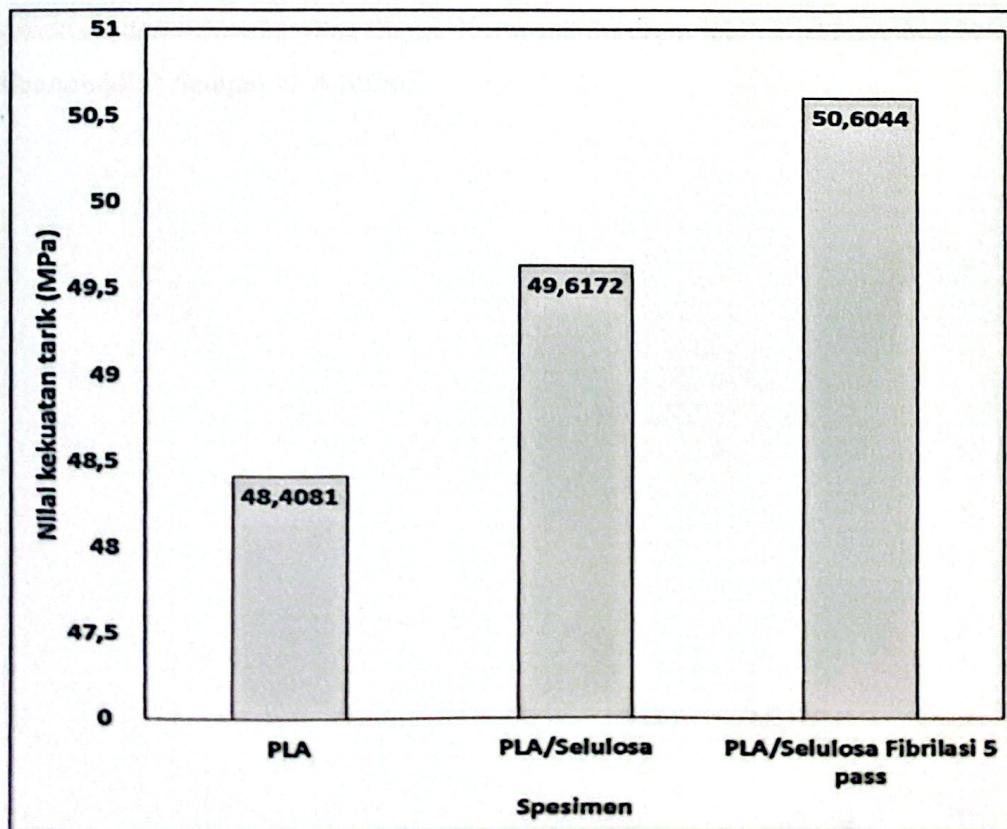
IV.4 Pengaruh Penambahan Selulosa Fibrilasi terhadap Kekuatan Tarik Komposit PLA

Spesimen yang diuji kekuatan tarik berbentuk menyerupai *dogbone*. Pembuatan spesimen ini menggunakan mesin *mini jet pro* mengikuti ASTM D 638 Type V seperti yang terlihat pada Gambar IV.9.



Gambar IV.9 Spesimen *dogbone* PLA/Selulosa fibrilasi

Dari data kekuatan tarik menggunakan *universal tensile machine* tersebut, selulosa fibrilasi yang dicampurkan PLA dapat meningkatkan kekuatan tarik dari 48,4081 MPa sampai 50,6044 MPa yang dapat dilihat pada Gambar IV.10.



Gambar IV.10 Grafik peningkatan kekuatan tarik komposit PLA

Peningkatan tersebut selaras dengan penelitian Suryanegara dkk., (2009). Beberapa penelitian lain menunjukkan penurunan kekuatan tarik komposit PLA diindikasikan karena adanya penggunaan pemlastis gliserol (Fatruyuni, 2017) dan penggunaan metode pencampuran yang berbeda (Iwatake dkk., 2008). Pada dasarnya, PLA dan serat selulosa fibrilasi tidak menyatu karena PLA memiliki sifat hidrofobik sedangkan, serat selulosa fibrilasi bersifat hidroskopis yang menyebabkan kelemahan pada sifat kuat tarik komposit. Terkait hal tersebut, metode pencampuran PLA dan serat selulosa fibrilasi harus menggunakan pelarut pada masing-masing bahan. Pelarut aseton memiliki kemampuan untuk memutuskan rantai polimer PLA sehingga, aseton ini dapat melarutkan PLA. Namun, serat selulosa fibrilasi tidak dapat larut dalam aseton. Serat selulosa fibrilasi hanya dapat menyerap aseton. Proses pencampuran serat selulosa fibrilasi dan aseton pada larutan PLA aseton tidak terjadi pengumpulan sehingga pada saat pengadukan diindikasikan bahwa serat selulosa fibrilasi dapat tersebar secara merata. Berdasarkan hal tersebut, pencampuran PLA sebagai matriks dan selulosa fibrilasi berukuran mikrometer sebagai *filler* membuat komposit yang dihasilkan memiliki kekakuan dan kekuatan yang tinggi. Komposit ini dapat lebih kuat menahan beban dibandingkan dengan PLA murni.

Bab V Penutup

V.1 Kesimpulan

1. Agen *bleaching* hidrogen peroksida dan sodium peroksida dapat meningkatkan intensitas gugus fungsi selulosa.
2. Makin lama proses *bleaching* maka makin putih hasil serat selulosa. Hasil *bleaching* menggunakan sodium peroksida memiliki persentase kandungan holoselulosa lebih tinggi dari hidrogen peroksida.
3. *Twin-screw extruder co-rotating intermeshing* mampu mengecilkan ukuran diameter serat dilihat pada morfologinya dari 134 μm hingga 2,012 μm pada 1 *pass* ke 5 *pass*.
4. Selulosa fibrilasi berukuran mikrometer yang dicampurkan komposit PLA dapat meningkatkan kekuatan tarik sebesar 50,6044 MPa.

V.2 Saran

1. Serat berukuran nanometer dapat dihasilkan menggunakan *twin-screw extruder* dengan jumlah *pass* lebih dari 5 *pass*.
2. Uji coba penambahan selulosa fibrilasi dengan polimer lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Banik, G. dan Brückle, I. (2010): *Paper and Water*, Elsevier, Butterworth Heineman, Amsterdam, 30, 280 – 293.
- Dutta, M. J. (2017): *Sorgum-Innovation, Technology, and Development*, Pusat Penelitian dan Pengembangan Pangan, IAARD Press, Jakarta, 57 – 81.
- Fatruyuni. (2017): Kekuatan tarik dan pemanjangan saat putus komposit poliasam laktat (PLA) dan serat selulosa dengan penambahan pemlastis, *Jurnal hutan lestari*, 5, 775 – 781.
- Frenz, A., Bertoniere., Malcom, B., Henri, C., Derek, G., Kayuzuki, H., dan Wolfgang, G. (2004): *Celluloce*, Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, New Yorks: John Wiley dan amp; Sons, Inc, 5.
- Gedik, G. dan Avinc, O. (2018): *Bleaching of Hemp (Cannabis Sativa L.) Fibers with Peracetic Acid for Textiles Industry Purposes*, *Fibers and Polymers*, 19, 82 – 93.
- Ho, T.T.T., Abe, K., Zimmermann, T., dan Yano, H. (2015): *Nanofibrillation of pulp fibers by twin-screw extrusion*, *Cellulose*, 22, 421 – 433.
- Iwatake, A., Nogi, M., dan Yano, H. (2008): *Cellulose nanofiber-reinforced polylactic acid*, *Composites Science and Technology*, 68, 2103 – 2106.
- Khenblouche, A., Bechki, D., Gouamid, M., Charradi, K., Segni, L., Hadjadj, M., dan Boughali, S. (2019): *Extraction and characterization of cellulose microfibrils from Retama raetam stems*, *Polímeros*, 29.
- Laksanawati, E.K. dan Gunawan, A.D. (2018): Pengujian kekuatan rig untuk uji tarik baja A36 diameter 30mm bentuk standard dengan analisa software solidwork, *Jurnal Teknik Mesin Universitas Muhammadiyah Tangerang*, 2, 30 – 37.
- Liu, K., Zhang, X., dan Yan, K. (2018): *Bleaching of cotton fabric with tetraacetylhydrazine as bleach activator for H₂O₂*, *Carbohydrate Polymers*, 188, 221 – 227.
- Lubis, K. (2015): Jurnal pengabdian kepada masyarakat Nomor 79 Tahun XXI Maret. Penerapan IPTEKS, 21, 50 – 55.
- Nur, C. (1997): Pengaruh Radiasi Sinar Gamma dan Rapat Massa serta Sifat Mekanisme HDPE dan LDPE, Lembaga Penelitian USU, Medan, 18.
- Reddy, N. dan Yang, Y. (2007): *Structure and properties of natural cellulose fibers obtained from sorghum leaves and stems*, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55, 5569 – 5574.
- Rol, F., Belgacem, M.N., Gandini, A., dan Bras, J. (2018): *Recent advances in surface-modified cellulose nanofibrils*, *Progress in Polymer Science*, 88, 241 – 264.
- Rowe, R.C., Sheskey, P.J., dan Quinn, M.E. (2009): *Handbook of Pharmaceutical Excipients*, Pharmaceutical Press, London, 6.
- Sari, N. I. (2018): Fabrikasi dan Karakterisasi Bahan Komposit Ramah Lingkungan Berpenguat Sebuk Limbah Kayu Sengon dan Matriks Asam Poli Laktat (PLA), Skripsi, Universitas Jember, 12 – 13.
- Selig M.J., Todd B.V., Michael E.H., dan Stephen R.D. (2009): *The effect of lignin removal by alkaline peroxide pretreatment on the susceptibility of corn stover to purified cellulolytic and xylanolytic enzymes*, *Appl Biochem Biotechnol*,

155, 397 – 406.

- Sixta, H. (2006): *Handbook of Pulp*. Wiley-VCH Verlag GmbH, 1 (59).
- Sjöström, E. (1991): *Carbohydrate Degradation Products from Alkaline Treatment of Biomass*. Biomass and Bioenergy, 1, 61 – 64.
- Subyakto, Hermiati, E., Yanto D., Fitria., Budiman, I., Ismadi., Masruchin N., dan Subiyanto, B. (2009): Proses pembuatan serat selulosa berukuran nano dari sisal (*Agave sisalana*) dan bambu betung (*Dendrocalamus asper*), Jurnal LIPI Biomaterial, 1 – 3.
- Sumardjo, D. (2009): Pengantar Kimia, Buku Kedokteran EGC, 1788 (230).
- Suryanegara, L., Nakagaito, A. N., dan Yano, H. (2009). *The effect of crystallization of PLA on the thermal and mechanical properties of microfibrillated cellulose-reinforced PLA composites*, Composites Science and Technology, 69, 1187 – 1192.
- Suryanegara, L., Nakagaito, A.N., dan Yano, H. (2010): *Thermo-mechanical properties of microfibrillated cellulose-reinforced partially crystallized PLA composites*, Cellulose, 17, 771 – 778.
- Winuprasith, T. dan Suphantharika, M. (2013): *Food hydrocolloids microfibrillated cellulose from mangosteen (Garcinia mangostana L.) rind: preparation, characterization, and evaluation as an emulsion stabilizer*, Food Hydrocolloid, 32, 383 – 394.

LAMPIRAN



Nomor : 129 /BPSDMI/STMI/XI/2019
Lampiran :
Hal : **Permohonan Penelitian**

Jakarta, 20 November 2019

Kepada
Yth. Bapak/Ibu Pimpinan
Pusat Penelitian Biomaterial, LIPI
Kawasan Cibinong Science Center Jl. Raya
Bogor KM 46 Cibinong Bogor

Dalam rangka menambah wawasan dan mengaplikasikan teori yang didapat Mahasiswa/i di Politeknik STMI Jakarta, Kementerian Perindustrian RI, dengan ini memohon bantuan Bapak/Ibu agar bersedia menerima mereka yang namanya tersebut di bawah ini untuk melakukan Penelitian di Perusahaan/Instansi yang Bapak/Ibu pimpin selama kurang lebih 6 (enam) bulan.

Adapun nama mahasiswa/i yang akan melakukan Penelitian adalah:

No.	Nama	NIM	Bidang Kompetensi
1.	Jevi Zalesti	1516056	Proses Produksi

Dalam pelaksanaannya kami mengharapkan bantuan bimbingan Bapak/Ibu agar mahasiswa/i kami dapat melakukannya dengan baik. Untuk selanjutnya kompetensi yang diperoleh dari hasil bimbingan Bapak/Ibu akan dipresentasikan dan mudah-mudahan dapat bermanfaat bagi perusahaan

Demikian atas bantuan dan kerjasama Bapak/Ibu, kami ucapkan terima kasih.

Pembantu Direktur I,



Dr. Ridzky Kramanandita, S.Kom, M.T
NIP : 19740302 200212 1 001

Tembusan:

1. Direktur STMI;
2. Ka Prodi TKP;
3. Mahasiswa yang bersangkutan;
4. Peringgal

A.2 Lembar Keterangan Diterimanya Tugas Akhir Dari Pusat Penelitian Biomaterial Lipi



LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA
(INDONESIAN INSTITUTE OF SCIENCE)
PUSAT PENELITIAN BIOMATERIAL
(RESEARCH CENTER FOR BIOMATERIALS)
Jl. Raya Bogor Km. 46 Cibinong, Bogor 16911, Indonesia
Telp. +6221 87914511, Fax. (+6221) 87914510, E-mail: kontak@biomaterial.lipi.go.id
Website: www.biomaterial.lipi.go.id



Nomor : 2131/IPH.4/KS.02.03/XII/2019 Cibinong, 17 Desember 2019
Lamp. : -
Hal : Perizinan Penelitian
a.n. Jevi Zalesti

Yang terhormat,
Pembantu Direktur I
Politeknik STMI Jakarta
Jl. Letjen Suprpto No. 26
Cempaka Putih
Jakarta

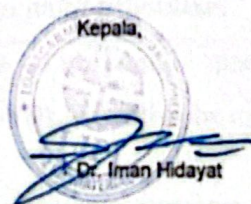
Sehubungan dengan surat Saudara nomor 129/BPSDMI/STMI/XI/2019, tertanggal 25 November 2019, perihal Permohonan Penelitian, dengan ini kami sampaikan, bahwa pada prinsipnya kami dapat menerima mahasiswa berikut:

Nama : Jevi Zalesti
NIP : 1516056

untuk melakukan kegiatan penelitian di Pusat Penelitian Biomaterial, LIPI, dibawah bimbingan Dr. Lisman Suryanegara, pada periode 2 Januari – 30 Juni 2020. Mohon untuk mahasiswa yang akan melakukan kegiatan penelitian, dapat melaksanakan ketentuan yang berlaku, yang informasinya dapat diperoleh di Bidang Pengelolaan Penelitian, Pusat Penelitian Biomaterial LIPI.

Biaya administrasi bimbingan adalah sebesar Rp. 500.000,-/mahasiswa/6 bulan, dapat dibayarkan melalui rekening Bank BRI a.n. Bpn 023 Pusat Penelitian Biomaterial, dengan nomor rekening 0012-01-00-1692-30-2, Bank BRI KC Dewi Sartika, Bogor. Mohon konfirmasi kepada kami dalam 1 x 24 jam setelah pelaksanaan pembayaran.

Atas perhatian dan kerja sama yang diberikan, kami ucapkan terima kasih.

Kepala,

Dr. Iman Hidayat

Tembusan:
1. Kepala Bidang Pengelolaan Penelitian, P2 Biomaterial LIPI
2. Dr. Firda Aulya Syamani
3. Dr. Lisman Suryanegara

A.4 Lembar Bimbingan Tugas Akhir Dengan Dosen Pembimbing

Nama : Jevi Zalesti
NIM : 1516056
Judul Tugas Akhir : FIBRILASI SELULOSA DARI SERAT SORGUM
DENGAN *TWIN-SCREW EXTRUSION*
Pembimbing I : Dr. Erfina Oktariani, S.T., M. T.
Pembimbing II : Reviana Inda Dwi Suyatmo, S.T., M. Eng.

Ke-	Tanggal	Keterangan	Paraf
1	02/01/2020	Persetujuan tempat penelitian di LIPI Biomaterial dan berdiskusi mengenai topik penelitian.	
2	20/01/2020	Membahas jurnal penelitian dan menentukan judul penelitian.	
3	27/01/2020	Revisi proposal tugas akhir BAB I mengenai penulisan, dan batasan masalah.	
4	29/01/2020	Revisi proposal tugas akhir BAB I (tujuan penelitian), BAB II (penulisan, dan penambahan materi) dan BAB III (prosedur, dan perbaikan jadwal pelaksanaan penelitian).	
5	31/01/2020	Penandatanganan proposal tugas akhir, dan pemeriksaan judul penelitian.	
6	04/03/2020	Melaporkan kegiatan penelitian yaitu pengujian FTIR, dan uji coba mesin <i>twin-screw extruder</i> .	
7	12/04/2020	Revisi laporan tugas akhir BAB III (variabel bebas), dan BAB IV (perbaikan hasil penelitian).	
8	11/05/2020	Revisi total BAB I mengenai penulisan, latar belakang, dan rumusan masalah.	

9	29/05/2020	Revisi BAB II mengenai penulisan sumber pada sss, dan sub bab sifat mekanik.	
10	01/06/2020	Revisi BAB III mengenai format penulisan alat, bahan, dan perbaiki gambar III.1.	
11	24/06/2020	Bimbingan dan latihan presentasi PPT	
12	26/07/2020	Bimbingan dan latihan presentasi PPT	
13	27/07/2020	Seminar tugas akhir	
14	7/07/2020	Sidang tugas akhir	

A.5 Lembar Surat Tugas Dosen Pembimbing Tugas Akhir



BADAN PENGEMBANGAN SUMBER DAYA MANUSIA INDUSTRI

POLITEKNIK STMI JAKARTA

Jl. Letjen Suprpto No. 26 Cempaka Putih, Jakarta 10510

Telp: (021) 42886064 Fax: (021) 42888206

Nomor : 107/BPSDMI/STMI/PP/II/2020
Lampiran : 1 (satu)
Hal : Penugasan Proses Bimbingan Tugas Akhir
Tahun Akademik 2019/2020

Jakarta, 12 Februari 2020

Yth. Ibu DR. Erfina Oktariani, S.T., M. T
Di Jakarta

Berdasarkan Keputusan Direktur Politeknik STMI Jakarta Nomor 01/BPSDMI/STMI/PP/KEP/II/2020 tanggal 02 Januari 2020 tentang pengangkatan Dosen Pembimbing dan Assisten Dosen Pembimbing Tugas Akhir Politeknik STMI Jakarta Tahun Akademik 2019/2020, maka dengan ini kami mengharap bantuan Ibu untuk dapat memberikan bimbingan dalam penulisan / penyusunan Tugas Akhir kepada mahasiswa yang namanya tersebut di bawah ini:

Nama : Jevl Zalesti
No. Induk : 1516056

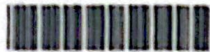
Adapun judul Tugas Akhir yang bersangkutan berdasarkan proposal yang terdaftar adalah:

" Nanofibrilasi dari Serat Sorgum dengan Twin - Screw Extrusion. "

Demikian surat penugasan ini disampaikan. Atas perhatian dan bantuan Ibu kami ucapkan terima kasih.



Tembusan:
1. Pudir 1;
2. Ka Prodi TKP;
3. Mahasiswa yang bersangkutan;



Nomor : 107 /BPSDMI/STMI/II/2020
Lampiran : 1 (satu)
Penhal : Asistensi Bimbingan Tugas Akhir
Tahun Akademik 2019/2020

Jakarta, 12 Februari 2020

Yth. Ibu Reviana Ina Dwi Suyatmo, ST, M.Eng
Di Jakarta

Berdasarkan Surat Keputusan Direktur Politeknik STMI Jakarta No: 01/BPSDMI/STMI/PP/KEP/I/2020 tanggal 02 Januari 2020 tentang pengangkatan Dosen Pembimbing dan Asisten Dosen Pembimbing Tugas Akhir Politeknik STMI Jakarta, Tahun Akademik 2019/2020, maka dengan ini kami mengharap bantuan Ibu untuk dapat memberikan bimbingan dalam penulisan / penyusunan Tugas Akhir kepada mahasiswa yang namanya tersebut di bawah ini:

Nama : Jevi Zalesti
No. Induk : 1516056

Adapun judul Tugas Akhir mahasiswa tersebut adalah:

" Nanofibrilasi dari Serat Sorgum dengan Twin - Screw Extrusion. "

Demikian surat ini kami sampaikan. Atas perhatian dan bantuan Ibu kami ucapkan terima kasih.




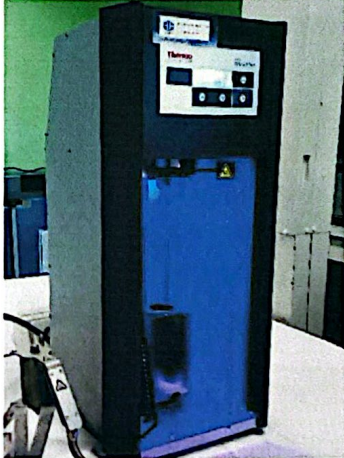


Plt. Direktur 

Mustofa

Tembusan:
1. Pudir 1;
2. Ka Prodi TKP;
3. Dosen Pembimbing;
4. Mahasiswa yang bersangkutan;

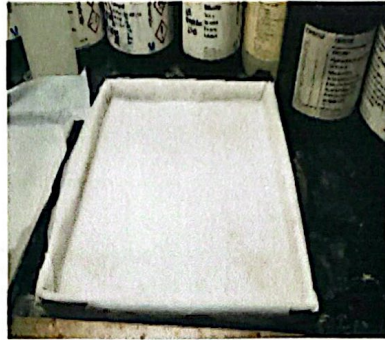


LAMPIRAN B. Dokumentasi Alat

	
<p>Mesin FTIR</p>	<p>Mesin TSE (Model Thermoscientific HAAKE Rheomex OS PTW16 + HAAKE PolyLab OS Rheodrive 7)</p>
	
<p><i>Field Emission-Scanning Electron Microscope (FE-SEM) merek JSM-6700F, JEOL Ltd,</i></p>	<p>Mini jet pro</p>
	
<p><i>Universal Tensile Machine (UTM),</i></p>	<p><i>Centrifuge</i></p>



Oven



Nampan ukuran 32x32cm



Hotplate MHS-420 merk boeco
germany,



Hammer mill merk pallmann,



Disk mill merk FFC



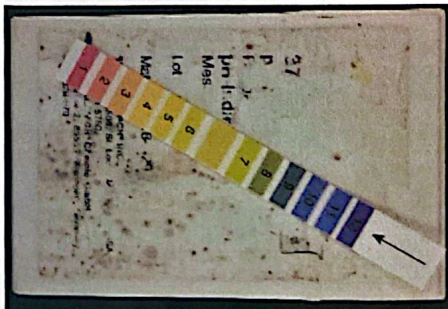
Mesin ayakan merk maksindo



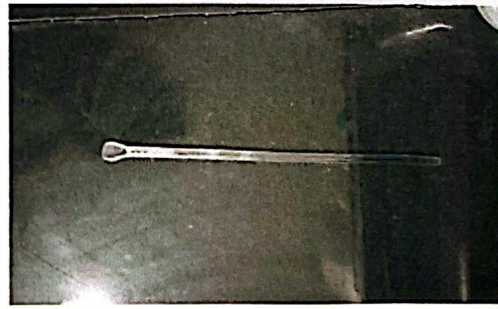
Necara analitik merk ohaus



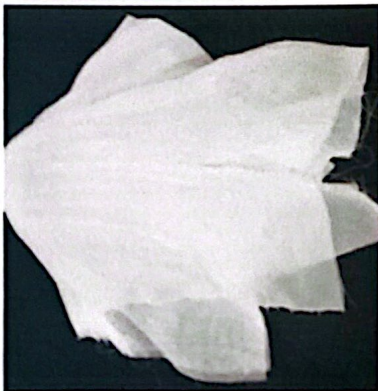
Lemari asam labtech



pH universal



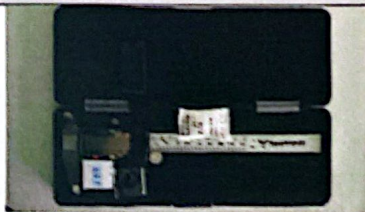
Batang pengaduk



Kain saring



Cawan petri



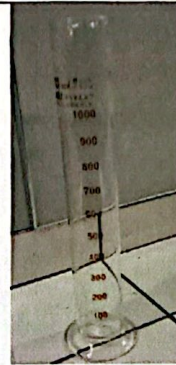
Jangka Sorong



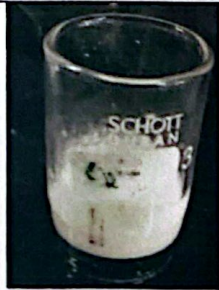
Corong pemisah



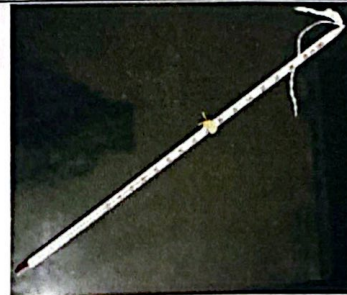
Erlenmeyer pyrex iwaki



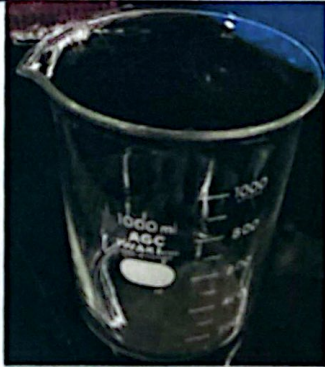
Gelas ukur



Penyaring kaca masir IG3


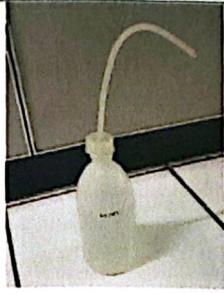
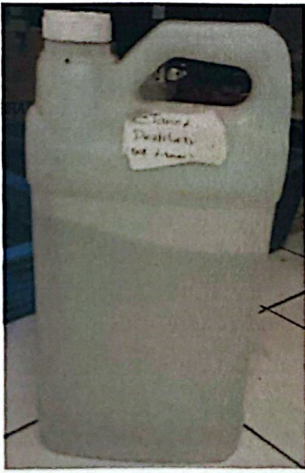
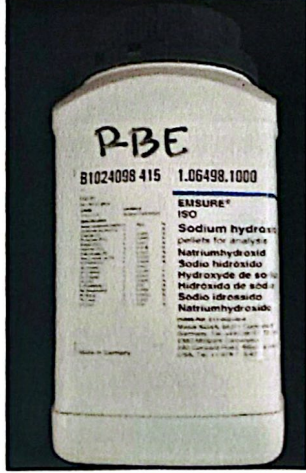

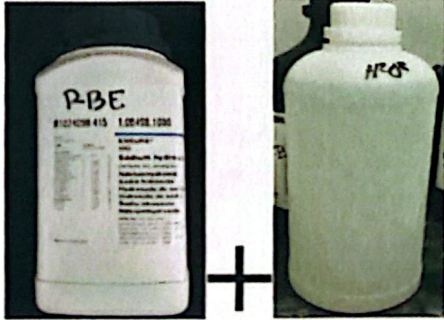



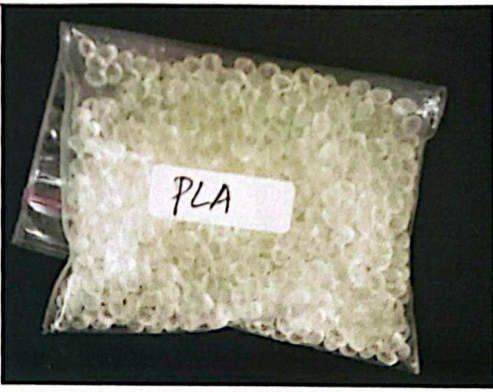
Termometer




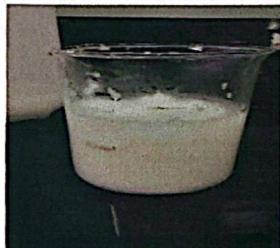


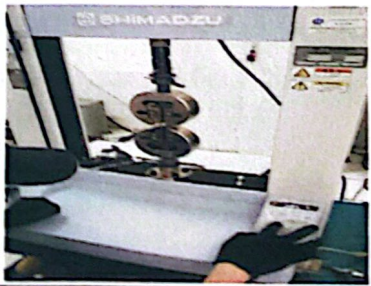
Beaker glass merek AGC Iwaki

LAMPIRAN C. Dokumentasi Bahan

	
<p>Partikel batang sorgum kering jenis keller</p>	<p><i>Aquadest</i></p>
	
<p>Pelarut organik etanol</p>	<p>Sodium hidroksida (NaOH)</p>
	
<p>Hidrogen peroksida (H₂O₂)</p>	<p>Sodium peroksida</p>

	
<p>Aseton</p>	<p>PLA</p>

LAMPIRAN D. Dokumentasi Proses

	
<p>Hasil delignifikasi</p>	<p>Hasil <i>bleaching</i></p>
	
<p>Fibrilasi TSE</p>	<p>Pembuatan <i>dogbone</i> dengan <i>mini jet pro</i></p>
	
<p>Kekuatan tarik komposit PLA</p>	

LAMPIRAN E. Standar Pengujian

E.1 Kadar Air (TAAPI Test Method T 264 cm-97)

1. Cawan dioven 105°C selama minimal 4 jam.
2. Didinginkan dalam desikator 30 menit
3. Timbang wadah kaca kosong sebagai berat kering oven.
4. Tambahkan sampel yang sudah di timbang sebanyak 2 gram dan dimasukkan sampel ke dalam wadah kaca, catat sampel yang ditimbang.
5. Sampel dikeringkan dalam oven 105°C selama 24 jam.
6. Kemudian, didinginkan dalam desikator selama 30 menit.
7. Sampel beserta wadah kacanya ditimbang, catat berat akhirnya.
8. Kadar air dalam sampel dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{B - (C - A)}{B} \times 100\%$$

Keterangan:

A= berat kering oven wadah kosong (g)

B= berat sampel awal (g)

C= Berat kering oven sampel dan wadah kaca akhir (g)

E.2 Kadar Air Basah (Winarno,2004)

1. Cawan dioven pada suhu 105°C
2. Didinginkan dalam desikator 15 menit
3. Timbang berat cawan dan catat
4. Tambahkan sampel 2 gram
5. Dioven selama 3 jam dengan suhu 100-105°C
6. Didinginkan dalam desikator 15 menit
7. Ditimbang dan catat
8. Dioven kembali selama 1 jam dengan suhu 100-105°C
9. Ditimbang sampai berat konstan dengan selisih 0,002 mg

Perhitungan:

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{B - C}{B - A} \times 100\%$$

Keterangan:

A= Berat cawan (gram)

B= Berat cawan+ sampel sebelum dikeringkan (gram)

C= Berat cawan+ sampel setelah dikeringkan (gram)

E.3 Kadar Ekstraktif Hasil *Bleaching*

Menggunakan standar TAPPI Test Method T 204 cm-97 dilakukan dengan menggunakan etanol dan benzene (1:2) sebanyak 150mL. Dengan memasukkan 3 gram sampel. Tahap pertama pengeringan labu didih di oven 105°C selama 4 jam. Alat ekstraktif disusun dan diproses selama 4-5 jam dengan suhu 50°C sampai pelarut pengeksrak tidak berwarna. Sampel yang diekstrak dan pelarut pengeksrak diuapkan. Lalu, dikeringkan dengan oven suhu 105°C selama 24 jam.

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = \frac{(C - A) - (E - D)}{B} \times 100\%$$

E.4 Kadar Holoselulosa Hasil *Bleaching* (Wise dkk., 1946)

Filter funnel IG3 kosong dikeringkan oven 105°C minimal 4 jam sebelum pengujian. Kemudian, didinginkan dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang berat kering ovennya. Sampel bebas ekstraktif di timbang sebanyak 1 g dan dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer ukuran 100mL. Sampel ditambahkan akuades sebanyak 40mL. Lalu, tambahkan 1,5 mL NaClO₂ 25% dan 0,125 mL asam asetat glasial 100%. Kemudian, diaduk dan ditutup rapat menggunakan plastik tahan panas dan diikat kuat menggunakan karet gelang. Sampel tersebut dipanaskan dalam waterbath selama 1 jam pada suhu 80°C. Ulangi penambahan 1,5 mL NaClO₂ 25% dan 0,125mL asam asetat glasial 100% sebanyak 3 kali untuk hardwood dan 4 kali untuk softwood. Kemudian sampel didinginkan dalam icebath dan sampel di saring menggunakan gelas saring IG3 yang ditimbang. Sampel kemudian dicuci dengan air dingin sebanyak 100mL dan terakhir menggunakan aseton sebanyak 25mL. Sampel kemudian dikeringkan dalam oven 105°C selama 24 jam. Setelah itu, sampel dikeluarkan dari oven dan didinginkan dalam desikator selama 30 menit, kemudian ditimbang beratnya.

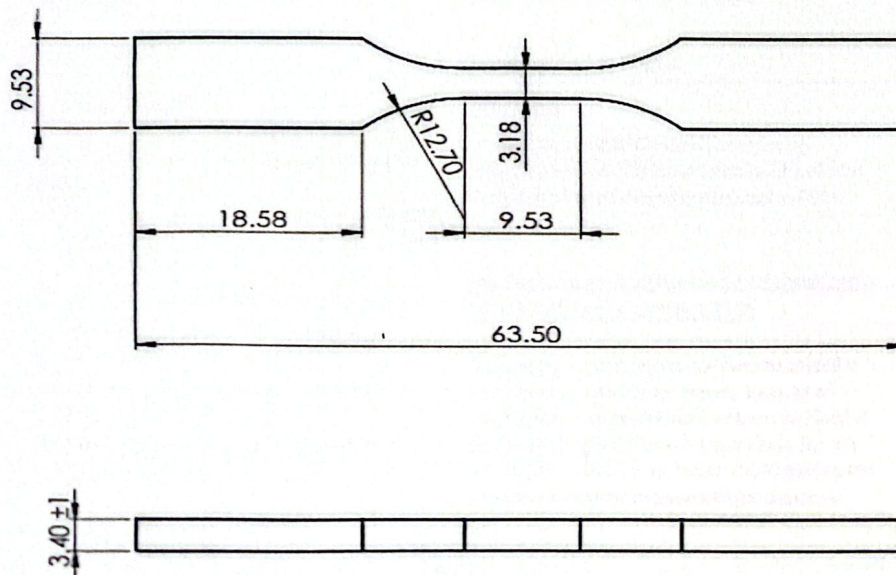
$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = \frac{A - B}{C} \times 100 - \frac{\% \text{ Kadar Ekstraktif}}{100}$$

E.5 Kadar Lignin Hasil *Bleaching*

Analisis kadar lignin tidak larut asam dengan metode sebagai berikut, filter funnel IG3 kosong dikeringkan dalam oven 105°C minimal 4 jam sebelum pengujian. Kemudian, didinginkan dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang berat kering ovennya. Sampel bebas ekstraktif ditimbang sebanyak 0,3 g (dicatat beratnya) dan dimasukkan ke dalam botol vial kecil mulut lebar 20mL. Sampel ditambahkan H₂SO₄ 72% w/w sebanyak 3 mL. Kemudian diaduk menggunakan magnetic stirer selama 2 jam pada suhu ruang (dikondisikan menggunakan cawan petri yang berisi air). Sampel tersebut dipindahkan ke dalam Botol Duran 100mL dan di encerkan menggunakan *aquadest* sebanyak 84 mL hingga konsentrasi akhir H₂SO₄ sebesar 4% w/w. Botol Duran yang berisi sampel ditutup rapat dan diautoklaf (121°C) selama 1 jam. Kemudian sampel disaring menggunakan gelas filter IG3 dengan bantuan vakum, filtrat sebanyak 10mL disimpan untuk pengukuran lignin terlarut asam. Sampel dalam filter funnel IG3 dicuci dengan air panas minimum 50mL dan dikeringkan dalam oven 105°C selama 24 jam. Setelah itu sampel, dikeluarkan dari oven dan didinginkan dalam desikator selama 30 menit, kemudian ditimbang beratnya. Residu yang diperoleh diabukan dan berat abu yang diperoleh (abu tidak larut asam) ditimbang.

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(A - B) - (\text{berat abu tidak larut asam})}{C} \times \frac{100 - \% \text{ Kadar Ekstraktif}}{100}$$

E.6 ASTM D638 Type V





Ingeo™ Biopolymer 4060D Technical Data Sheet

For Heat Seal Layer in Coextruded Oriented Film

Applications

Ingeo 4060D, a product from NatureWorks LLC, can be coextruded with other Ingeo resin to form a sealant layer for biaxially oriented Ingeo film. This resin has excellent heat seal and hot tack performance with a seal initiation temperature of 80°C. This sealant does not adversely affect the unique properties of Ingeo biaxially oriented film such as high gloss and transparency, dead-fold or aroma and grease barrier.

Typical Material & Application Properties

CoeX Film Properties		Ingeo 4060D	ASTM Method
Density		1.24	D1505
Optical Characteristics	Haze	2%	D1003
	Gloss, 20°	90%	D1003
Thermal Characteristics	Glass Transition Temp.	55- 60°C	D3418
	Seal Initiation Temp.	80°C	F88

Characteristics

Ingeo polymer is available in pellet form. The resin is amorphous (clear pellets) and starts to become tacky at 45°C. Drying prior to processing is essential. The polymer is stable in the molten state, provided that the extrusion and drying procedures are followed.

Machine Configuration

Ingeo polymers will process on conventional extruders using general purpose screws with L/D ratios from 24:1 to 30:1 and compression ratio of 2:1 to 3:1. Screw cooling capabilities through the feed section are necessary to prevent the resin from sticking to the screw root. Smooth barrels are recommended. This grade is suitable only as a heat seal layer in a coextrusion process. Processing this resin as a monolayer film is not recommended. Optimization to your specific equipment may require NatureWorks LLC technical support.

Process Details

Startup and Shutdown

Ingeo biopolymer 4060D is not compatible with a wide variety of polyolefin resins, and special purging sequences should be followed:

1. Clean extruder and bring temperatures to steady state with low-viscosity, general-purpose polystyrene or high MFR polypropylene.
2. Vacuum out hopper system to avoid contamination.
3. Introduce Ingeo polymer into the extruder at the operating conditions used in Step 1.
4. Once Ingeo polymer has purged, reduce barrel temperatures to desired set points.
5. At shutdown, purge machine with high-viscosity polystyrene or polypropylene.

Processing Temperature Profile

Melt Temperature	410°F	210°C
Feed Throat	113°F	45°C
Feed Temperature	355°F	180°C
Compression Section	375°F	190°C
Metering Section	390°F	200°C
Adapter	390°F	200°C
Die	375°F	190°C
Screw Speed	20-100 rpm	

Drying

In-line drying is required. A moisture content of less than 0.025% (250 ppm) is recommended to prevent viscosity degradation. Typical drying conditions are 4 hours at 110°F (45°C) or to a dew point of -30°F (-35°C), with an airflow rate greater than 0.5 cfm/lb of resin throughput.

Food Packaging Status

U.S. Status

On February 11, 2005 FCN 000475 submitted by NatureWorks LLC to FDA became effective. This effective notification is part of list currently maintained on FDA's website at

<http://www.fda.gov/food/ingredientspackaginglabeling/packagingfcs/notifications/default.htm>

This grade of Ingeo biopolymer may therefore be used in food packaging materials and, as such, is a permitted component of such materials pursuant to section 201(s) of the Federal, Drug, and Cosmetic Act, and Parts 162, 164, and 186 of the Food Additive Regulations. All additives and adjuncts contained in the referenced Ingeo biopolymer

Ingeo Biopolymer 4060D Technical Data Sheet

formulation meet the applicable sections of the Federal Food, Drug, and Cosmetic Act. The finished polymer is approved for all food types and C-G use conditions. We urge all of our customers to perform GMP (Good Manufacturing Procedures) when constructing a package so that it is suitable for the end use.

European Status

This grade of Ingeo biopolymer complies with Plastics Regulation 10/2011 as amended. No SML's for the above referenced grade exist in Plastics Regulation 10/2011 as amended. NatureWorks LLC would like to draw your attention to the fact that the EU- Plastics Regulation 10/2011, which applies to all EU-Member States, includes a limit of 10 mg/kg of the overall migration from finished plastic articles into food. In accordance with Plastics Regulation 10/2011 the migration should be measured on finished articles placed into contact with the foodstuff or appropriate food simulants for a period and at a temperature which are chosen by reference to the contact conditions in actual use, according to the rules laid down in Plastics Regulation 10/2011.

Please note that it is the responsibility of both the manufacturers of finished food contact articles as well as the industrial food packers to make sure that these articles in their actual use are in compliance with the imposed specific and overall migration requirements.

This grade as supplied meets European Parliament and Council Directive 94/62/EC of 20 December 1994 on packaging and packaging waste heavy metal content as described in Article 11.

Should you need further clarification, contact NatureWorks LLC.

Bulk Storage Recommendations

The resin silos recommended and used by NatureWorks LLC are designed to maintain dry air in the silo and to be isolated from the outside air. This design would be in contrast to an open, vented to atmosphere system that we understand to be a typical polystyrene resin silo. Key features that are added to a typical (example: polystyrene) resin silo to achieve this objective include a cyclone and rotary valve loading system and some pressure vessel relief valves. The dry air put to the system is sized to the resin flow rate out of the silo. Not too much dry air would be needed and there may be excess instrument air (-30°F dew point) available in the plant to meet the needs for dry air. Our estimate is 10 scfm for a 20,000 lb/hr rate resin usage. Typically, resin manufacturers specify aluminum or stainless steel silos for their own use and avoid epoxy-lined steel.

Ingeo Biopolymer 4060D Technical Data Sheet

Safety and Handling Considerations

Safety Data Sheets (SDS) for Ingeo biopolymers are available from NatureWorks. SDS's are provided to help customers satisfy their own handling, safety, and disposal needs, and those that may be required by locally applicable health and safety regulations. SDS's are updated regularly; therefore, please request and review the most current SDS's before handling or using any product.

The following comments apply only to Ingeo biopolymers; additives and processing aids used in fabrication and other materials used in finishing steps have their own safe-use profile and must be investigated separately.

Hazards and Handling Precautions

Ingeo biopolymers have a very low degree of toxicity and, under normal conditions of use, should pose no unusual problems from incidental ingestion or eye and skin contact. However, caution is advised when handling, storing, using, or disposing of these resins, and good housekeeping and controlling of dusts are necessary for safe handling of product. Pellets or beads may present a slipping hazard.

No other precautions other than clean, body-covering clothing should be needed for handling Ingeo biopolymers. Use gloves with insulation for thermal protection when exposure to the melt is localized. Workers should be protected from the possibility of contact with molten resin during fabrication.

Handling and fabrication of resins can result in the generation of vapors and dusts that may cause irritation to eyes and the upper respiratory tract. In dusty atmospheres, use an approved dust respirator.

Good general ventilation of the polymer processing area is recommended. At temperatures exceeding the polymer melt temperature (typically 175°C), polymer can release fumes, which may contain fragments of the polymer, creating a potential to irritate eyes and mucous membranes. Good general ventilation should be sufficient for most conditions. Local exhaust ventilation is recommended for melt operations. Use safety glasses (or goggles) to prevent exposure to particles, which could cause mechanical injury to the eye. If vapor exposure causes eye discomfort, improve localized fume exhausting methods or use a full-face respirator.

The primary thermal decomposition product of PLA is acetaldehyde, a material also produced during the thermal degradation of PET. Thermal decomposition products also include carbon monoxide and hexanal, all of which exist as gases at normal room conditions. These species are highly flammable, easily ignited by spark or flame, and can also

auto ignite. For polyesters such as PLA, thermal decomposition producing flammable vapors containing acetaldehyde and carbon monoxide can occur in almost any process equipment maintaining PLA at high temperature over longer residence times than typically experienced in extruders, fiber spinning lines, injection molding machines, accumulators, pipe lines and adapters. As a rough guideline based upon some practical experience, significant decomposition of PLA will occur if polymer residues are held at temperatures above the melting point for prolonged periods, e.g., in excess of 24 hours at 175°C, although this will vary significantly with temperature.

Combustibility

Ingeo biopolymers will burn. Clear to white smoke is produced when product burns. Toxic fumes are released under conditions of incomplete combustion. Do not permit dust to accumulate. Dust layers can be ignited by spontaneous combustion or other ignition sources. When suspended in air, dust can pose an explosion hazard. Firefighters should wear positive-pressure, self-contained breathing apparatuses and full protective equipment. Water or water fog is the preferred extinguishing medium. Foam, alcohol-resistant foam, carbon dioxide or dry chemicals may also be used. Soak thoroughly with water to cool and prevent re-ignition.

Disposal

DO NOT DUMP INTO ANY SEWERS, ON THE GROUND, OR INTO ANY BODY OF WATER. For unused or uncontaminated material, the preferred option is to recycle into the process otherwise, send to an incinerator or other thermal destruction device. For used or contaminated material, the disposal options remain the same, although additional evaluation is required. Disposal must be in compliance with Federal, State/Provincial, and local laws and regulations.

Environmental Concerns

Generally speaking, lost pellets, while undesirable, are benign in terms of their physical environmental impact, but if ingested by wildlife, they may mechanically cause adverse effects. Spills should be minimized, and they should be cleaned up when they happen. Plastics should not be discarded into the environment.

Product Stewardship

NatureWorks has a fundamental duty to all those that use our products, and for the environment in which we live. This duty is the basis for our Product Stewardship philosophy, by which we assess the health and environmental information on our products and their intended use, and then take

Ingeo Biopolymer 4060D Technical Data Sheet

appropriate steps to protect the environment and the health of our employees and the public.

Customer Notice

NatureWorks encourages its customers and potential users of its products to review their applications from the

standpoint of human health and environmental quality. To help ensure our products are not used in ways for which they were not intended or tested, our personnel will assist customers in dealing with ecological and product safety considerations. Your sales representative can arrange the proper contacts. NatureWorks literature should be consulted prior to the use of the company's products.

NOTICE:

No freedom from infringement of any patent owned by NatureWorks LLC or others is to be inferred. No information in this publication can be considered a suggestion to infringe patents.

The technical information, recommendations and other statements contained in this document are based upon tests or experience that NatureWorks believes are reliable, but the accuracy or completeness of such information is not guaranteed. Many factors beyond NatureWorks control can affect the use and performance of a NatureWorks product in a particular application, including the conditions under which the product is used and the time and environmental conditions in which the product is expected to perform. Since these factors are uniquely within the user's knowledge or control, it is essential that the user evaluate the NatureWorks product to determine whether it is fit for a particular purpose and suitable for the user's method of application. In addition, because use conditions are outside of NatureWorks control and applicable laws may differ from one location to another and may change with time, Customer is solely responsible for determining whether products and the information in this document are appropriate for Customer's use and for ensuring that Customer's workplace, use and disposal practices are in compliance with applicable laws and regulations. NatureWorks LLC assumes no obligation or liability for the information in this document.

NATUREWORKS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, REGARDING THE INFORMATION CONTAINED HEREIN OR ITS PRODUCTS, INCLUDING BUT NOT LIMITED TO ANY WARRANTY AS TO ACCURACY OR COMPLETENESS OF INFORMATION, OR ANY IMPLIED WARRANTY OF MERCHANTABILITY OR FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE.

NOTICE REGARDING PROHIBITED USE RESTRICTIONS: Unless specifically agreed to in writing by NatureWorks, NatureWorks LLC will not knowingly sell or sample any product into any of the following commercial or developmental applications (i) components of or packaging for tobacco products, (ii) components of products intended for human or animal consumption, (iii) any application that is intended for any internal contact with human body fluids or body tissues, (iv) as a critical component in any medical device that supports or sustains human life, (v) in any product that is designed specifically for ingestion or internal use by pregnant women, (vi) in any application designed specifically to promote or interfere with human reproduction, (vii) in microbeads, including those used in personal care/cosmetic applications, or (viii) to manufacture bottles or bottle pre-forms in North America.

For additional information please contact NatureWorks via our website on the tab called [FAQ's](#) or by clicking [here](#).

 **NatureWorks**
15305 Minnetonka Blvd., Minnetonka, MN 55345

LAMPIRAN F. Data Perhitungan

F.1 Delignifikasi

m= 50 gram

NaOH= 1L

Konsentrasi NaOH= 10%

m delignifikasi pulp= 30 gram kering

kadar kering= 8%

mencari kadar kering hasil delignifikasi

Massa= 2 gram

Berat cawan oven kosong I = 37,2908 gram

Berat cawan oven kosong II = 42,2832 gram

Berat cawan oven kosong III = 40,8949 gram

Berat akhir cawan dan sampel I = 39,0931 gram

Berat akhir cawan dan sampel II = 44,1255 gram

Berat akhir cawan dan sampel III = 42,7412 gram

$$\text{Kadar air sampel I (\%)} = 2 \text{ gram} - \frac{(39,0931 \text{ gram} - 37,2908 \text{ gram})}{2 \text{ gram}}$$

$$\text{Kadar air sampel I (\%)} = 9,885\%$$

$$\text{Kadar air sampel II (\%)} = 2 \text{ gram} - \frac{(44,1255 \text{ gram} - 42,2822 \text{ gram})}{2 \text{ gram}}$$

$$\text{Kadar air sampel II (\%)} = 7,885\%$$

$$\text{Kadar air sampel III (\%)} = 2 \text{ gram} - \frac{(42,7412 \text{ gram} - 40,8949 \text{ gram})}{2 \text{ gram}}$$

$$\text{Kadar air sampel III (\%)} = 7,685\%$$

Kadari air sampel	Persen (%)
I	9,885
II	7,885
III	7,685
Rata-rata	8,485

F.2 Bleaching

m= 50 gram

Konsentrasi hidrogen peroksida= 30%

Sorgum: *bleaching* H₂O₂= 1:15

Sorgum: *bleaching* sodium peroksida= 2:1

Membuat konsentrasi H₂O₂ 30%

Diketahui:

N1=0,50

N2=0,30

V2= 100mL

Ditanya: V1?

V1 N1= V2 N2

V1 x 0,50= 1000mL x 0,3

$$V1 = \frac{1000\text{mL} \times 0,3}{0,50}$$

V1= 600mL ditambahkan ke labu ukur 1000mL

Membuat sodium peroksida

Konsentrasi NaOH= 10%

Konsentrasi H₂O₂= 30%

massa NaOH= 100mL

massa H₂O₂= 200mL

Hasil *bleaching*

m *bleaching pulp*= 250 gram (b/b)

kadar kering= 68%

Massa 1= 2,0026 gram

Massa 2= 2,0067 gram

Massa 3= 2,0061 gram

Kadar air di oven 3jam			
Berat cawan kosong	berat cawan + isi sebelum	berat cawan + isi sesudah	%
13,1724	15,175	13,8106	68,13%
12,5999	14,6066	13,2621	67,00%
13,6156	15,6328	14,2504	68,53%

Pengulangan 1 jam pertama			
Berat cawan kosong	berat cawan + isi sebelum	berat cawan + isi sesudah	%
13,1724	15,175	13,8024	68,54%
12,5999	14,6066	13,2619	67,01%
13,6156	15,6328	14,2502	68,54%

Pengulangan 1 jam kedua			
Berat cawan kosong	berat cawan + isi sebelum	berat cawan + isi sesudah	%
13,1724	15,175	13,8022	68,55%
12,5999	14,6066	13,2618	67,02%
13,6156	15,6328	14,2501	68,55%
Rata-rata			68,04%

Karena selisih rata-rata hanya berbeda 0,002mg maka diasumsikan stabil.

F.3 Ekstraktif

Hidrogen peroksida

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = \frac{(C - A) - (E - D)}{B} \times 100\%$$

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = \frac{(105,5462 \text{ gram} - 105,3655 \text{ gram})}{3,0110 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = 6,0013\%$$

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = \frac{(C - A) - (E - D)}{B} \times 100\%$$

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = \frac{(105,8237 \text{ gram} - 105,6408 \text{ gram})}{3,0455 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = 6,0219\%$$

Sodium peroksida

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = \frac{(C - A) - (E - D)}{B} \times 100\%$$

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = \frac{(105,4363 \text{ gram} - 105,3069 \text{ gram})}{3,0601 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = 4,2286\%$$

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = \frac{(C - A) - (E - D)}{B} \times 100\%$$

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = \frac{(105,9659 \text{ gram} - 105,8233 \text{ gram})}{3,0414 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar ekstraktif (\%)} = 4,6886\%$$

Sampel Ekstraktif	Hidrogen Peroksida (%)	Sodium Peroksida (%)
1	6,0013	4,2286
2	6,0219	4,6886
Rata-rata	6,0116	4,4586

F.4 Holoselulosa

Hidrogen peroksida

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = \frac{A - B}{C} \times 100 - \frac{\% \text{ Kadar Ekstraktif}}{100}$$

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = \frac{(31,5246 \text{ gram} - 30,6521 \text{ gram})}{1,0320 \text{ gram}} \times 100 - \frac{6,0013\%}{100}$$

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = 78,5432\%$$

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = \frac{A - B}{C} \times 100 - \frac{\% \text{ Kadar Ekstraktif}}{100}$$

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = \frac{(31,6571 \text{ gram} - 30,7951 \text{ gram})}{1,0311 \text{ gram}} \times 100 - \frac{6,0219\%}{100}$$

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = 77,5781\%$$

Sodium peroksida

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = \frac{A - B}{C} \times 100 - \frac{\% \text{ Kadar Ekstraktif}}{100}$$

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = \frac{(31,9660 \text{ gram} - 31,0260 \text{ gram})}{1,03 \text{ gram}} \times 100 - \frac{4,2286\%}{100}$$

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = 87,0335\%$$

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = \frac{A - B}{C} \times 100 - \frac{\% \text{ Kadar Ekstraktif}}{100}$$

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = \frac{(33,083 \text{ gram} - 32,112 \text{ gram})}{1,049 \text{ gram}} \times 100 - \frac{4,6886\%}{100}$$

$$\text{Kadar Holoselulosa (\%)} = 87,8757\%$$

Sampel Holoselulosa	Hidrogen Peroksida (%)	Sodium Peroksida (%)
1	78,5432	87,0335
2	77,5781	87,8757
Rata-rata	78,0607	87,4546

F.5 Lignin

Hidrogen Peroksida

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(A - B) - (\text{berat abu tidak larut asam})}{C} \times \frac{100 - \% \text{ Kadar Ekstraktif}}{100}$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(31,3010 - 31,0324) - (0,2011)}{1,011} \times \frac{100 - 6,0013\%}{100}$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(31,3010 - 31,0324) - (0,2011)}{1,011} \times 93,9987$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = 9,0279$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(A - B) - (\text{berat abu tidak larut asam})}{C} \times \frac{100 - \% \text{ Kadar Ekstraktif}}{100}$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(31,3002 - 31,0335) - (0,2004)}{1,007} \times \frac{100 - 6,0219\%}{100}$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(31,3015 - 31,0042) - (0,2004)}{1,007} \times 93,9781$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = 9,0432$$

Sodium Peroksida

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(A - B) - (\text{berat abu tidak larut asam})}{C} \times \frac{100 - \% \text{ Kadar Ekstraktif}}{100}$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(31,3013 - 31,0394) - (0,1487)}{1,009} \times \frac{100 - 4,2286\%}{100}$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(31,3013 - 31,0287) - (0,2406)}{1,009} \times 95,7714$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = 3,0373$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(A - B) - (\text{berat abu tidak larut asam})}{C} \times \frac{100 - \% \text{ Kadar Ekstraktif}}{100}$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(31,3005 - 31,0247) - (0,2437)}{1,004} \times \frac{100 - 4,6886\%}{100}$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = \frac{(31,3005 - 31,0247) - (0,2437)}{1,004} \times 95,3114$$

$$\text{Kadar Lignin (\%)} = 3,0473$$

Sampel Lignin	Hidrogen Peroksida (%)	Sodium Peroksida (%)
1	9,0279	3,0373
2	9,0432	3,0473
Rata-rata	9,0355	3,0423

F.6 Berat Konten Selulosa dengan TSE

0 *pass*= 9,8 gram (b/b)

1 *pass*= 10,59 gram (b/b) 9,4%

3 *pass*=11,34 gram (b/b) 17,15%

5 *pass*=13,51 gram (b/b) 40%

F.7 Komposit PLA

Massa PLA= 54 gram

Massa Selulosa= 6 gram (b/k)

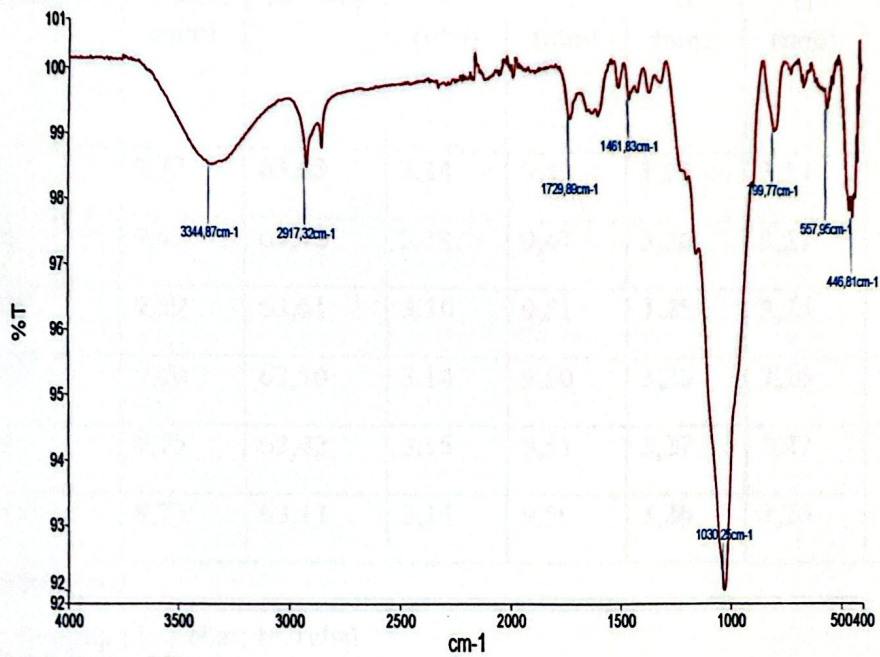
Volume= 600mL

Aseton=300mL

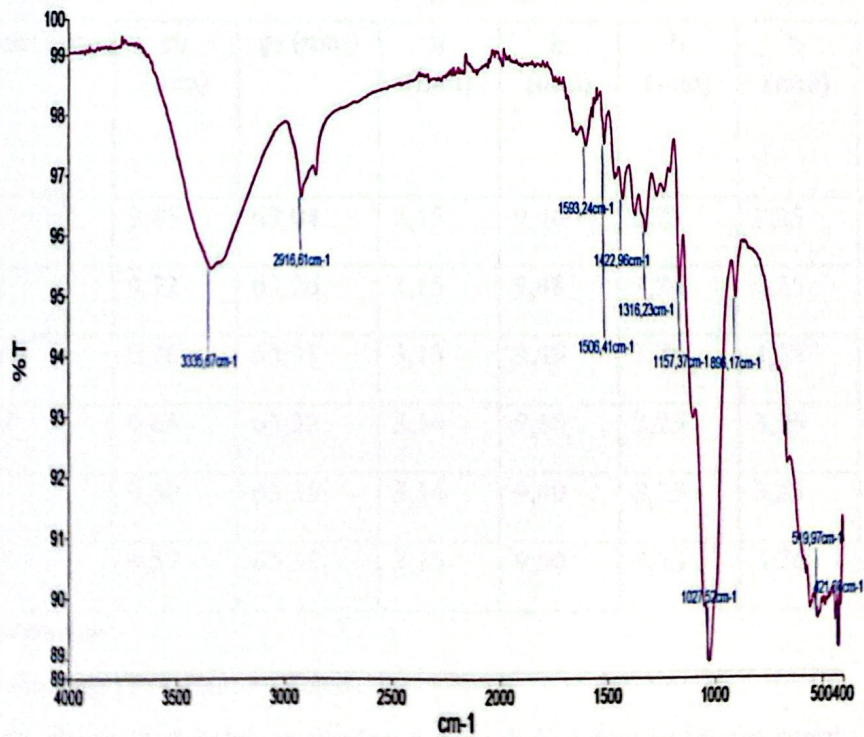
Etanol= 300mL

LAMPIRAN G. Data Pengujian

1. Uji FTIR a. FTIR Serat Sorgum



b. FTIR Delignifikasi



2. Uji UTM

a. Spesimen PLA diukur dengan jangka sorong sebelum diuji UTM.

Spesimen	p ₁ (mm)	p ₂ (mm)	l ₁ (mm)	l ₂ (mm)	t ₁ (mm)	t ₂ (mm)	Gauge length (mm)
I	9,72	63,65	3,14	9,43	3,25	3,27	26,04
II	9,63	63,42	3,13	9,47	3,26	3,27	27,01
III	9,59	63,61	3,16	9,51	3,25	3,26	27,04
IV	9,60	63,50	3,14	9,50	3,26	3,26	26,85
V	9,75	63,42	3,15	9,51	3,27	3,27	26,47
VI	9,73	63,13	3,14	9,50	3,26	3,26	26,10

Keterangan:

p= Panjang ; l= Lebar; t= Tebal

b. Spesimen PLA/Selulosa diukur dengan jangka sorong sebelum diuji UTM.

Spesimen	p ₁ (mm)	p ₂ (mm)	l ₁ (mm)	l ₂ (mm)	t ₁ (mm)	t ₂ (mm)	Gauge length (mm)
I	9,45	63,04	3,15	9,46	3,25	3,25	26,40
II	9,72	63,26	3,15	9,48	3,24	3,25	26,74
III	9,76	63,31	3,13	9,49	3,26	3,32	26,77
IV	9,65	63,32	3,14	9,50	3,25	3,25	27,31
V	9,50	63,35	3,14	9,49	3,25	3,25	26,98
VI	9,57	63,33	3,15	9,50	3,25	3,26	25,61

Keterangan:

p= Panjang ; l= Lebar; t= Tebal

c. Spesimen PLA/Selulosa fibrilasi 5 pass diukur dengan jangka sorong sebelum diuji UTM.

Spesimen	p ₁ (mm)	p ₂ (mm)	l ₁ (mm)	l ₂ (mm)	t ₁ (mm)	t ₂ (mm)	Gauge length (mm)
I	9,74	63,74	3,18	9,48	3,27	3,26	26,04
II	9,56	63,60	3,15	9,50	3,25	3,27	27,01
III	9,53	63,66	3,14	9,50	3,25	3,26	27,04
IV	9,73	63,50	3,15	9,50	3,26	3,27	26,85
V	9,64	63,36	3,14	9,50	3,26	3,26	26,47
VI	9,58	63,55	3,15	9,51	3,26	3,26	26,10

Keterangan:

p= Panjang ; l= Lebar; t= Tebal

d. Data berat *dogbone*

Spesimen	PLA/Selulosa (gram)	PLA/5 pass (gram)
1	1,729	1,876
2	1,866	1,883
3	1,874	1,904
4	1,868	1,871
5	1,874	1,884
6	1,872	1,877

e. Data PLA yang telah diuji UTM

Spesimen	Modulus (GPa)	Max_Stress (MPa)	Max_Strain (%)
1	1,90028	47,1707	3,05144
2	2,00489	49,5234	3,03235
3	1,89462	45,7610	2,89101
4	1,98929	47,5528	2,75777
5	2,10601	49,4661	2,67978
6	2,16484	50,9748	2,82049
Rata-rata	2,00999	48,4081	2,87214
Standar Deviasi	0,1086	1,9089	0,1489

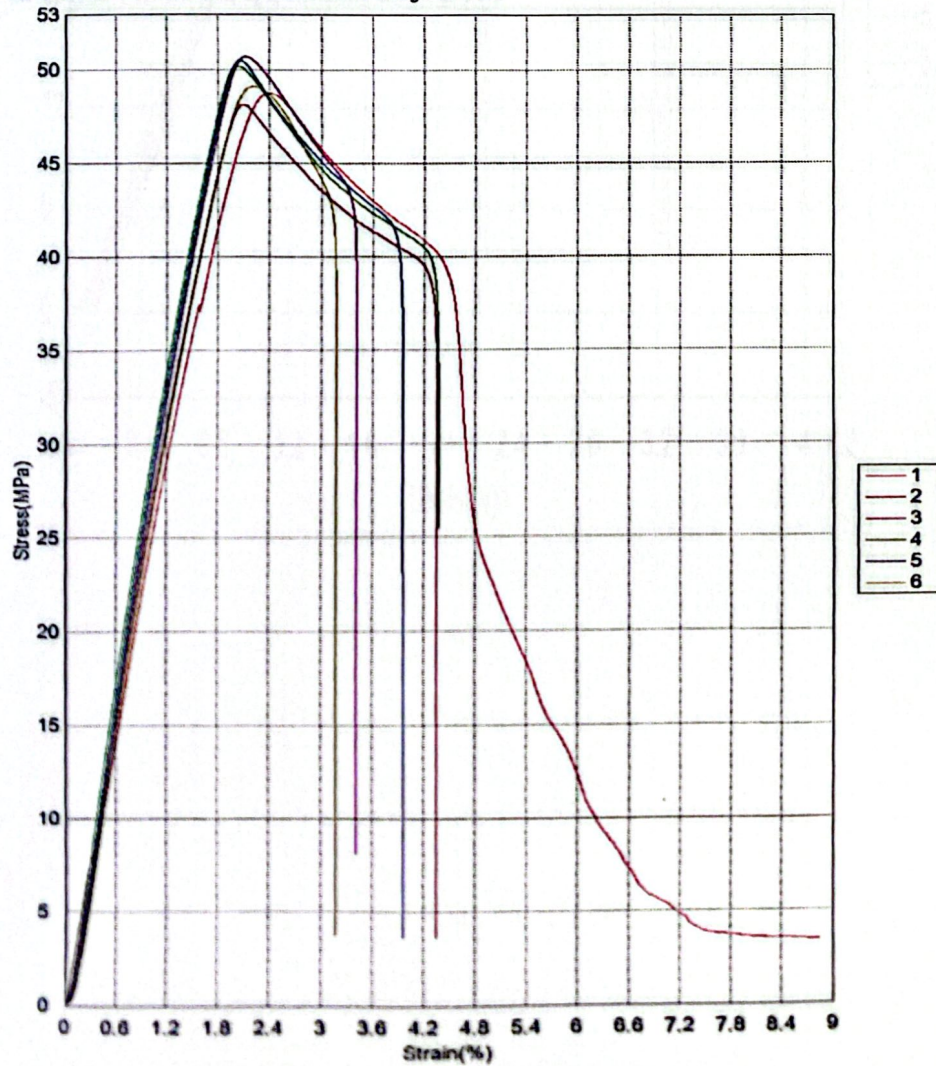
f. Data PLA/Selulosa yang telah diuji UTM

Spesimen	Modulus (GPa)	Max_Stress (MPa)	Max_Strain (%)
1	2,62155	48,8137	2,39482
2	2,81740	48,1802	2,09262
3	3,00578	50,7614	2,11767
4	3,02804	50,2350	2,03808
5	2,69995	50,5536	2,05745
6	2,51133	49,1595	2,21697
Rata-rata	2,78068	49,6172	2,15294
Standar Deviasi	0,20861	1,0476	0,1340

g. Data PLA/Selulosa fibrilasi 5 pass setelah diuji UTM

Spesimen	Modulus (GPa)	Max_Stress (MPa)	Max_Strain (%)
1	2,98351	50,0217	2,06759
2	3,07655	52,6046	2,17919
3	2,50350	51,9282	2,17973
4	3,01378	49,5927	2,09410
5	2,41920	51,4470	2,20715
6	2,93105	48,0319	2,13180
Rata-rata	2,82127	50,6044	2,14326
Standar Deviasi	0.28399	1.69965	0.05473

h. Grafik PLA/Selulosa setelah diuji UTM



i. Grafik PLA/Selulosa fibrilasi 5 pass setelah diuji UTM

