



ANALISIS PENGARUH PERLAKUAN KIMIA TERHADAP MORFOLOGI DAN GUGUS FUNGSIONAL SERAT SISAL

Purwanto*, Arif Rakhman Suharso, Fajar Sari Kurniawan

Politeknik Maritim Negeri Indonesia, Jl. Pawiyatan Luhur I No. 1 Bendan Duwur Gajahmungkur, Kota Semarang, 50233

ARTICLE INFO

Riwayat Artikel:

Draft diterima: 31 Maret 2021

Revisi diterima: 27 April 2021

Diterima: 28 April 2021

Tersedia Online: 29 April 2021

Corresponding author: purwanto@polimarin.ac.id

ABSTRAK

Analisis morfologi dan gugus fungsional telah dilakukan untuk mempelajari penampakan struktur mikro dan molekul yang terkandung dalam serat sisal sebelum dan setelah perlakuan kimia scouring dan bleaching. Proses scouring dan bleaching berlangsung selama 1 jam dengan pengadukan secara kontinu menggunakan magnetic stirrer. Larutan 6% NaOH digunakan saat proses scouring sedangkan larutan 10 g/L NaOH dan 100 ml/L H₂O₂ digunakan saat proses bleaching. Identifikasi penampakan permukaan dan ukuran diameter dari serat sebelum dan sesudah proses scouring dan bleaching menggunakan Scanning Electron Microscopoe (SEM). Sedangkan, identifikasi gugus fungsional dalam serat menggunakan Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy. Gugus fungsional yang teridentifikasi pada proses bleaching sama dengan yang dimiliki selulosa murni atau alpa selulosa, yaitu -CH₂, C-O, C=C, -CH₃, C≡C, -OH, dan C-H. Setelah proses scouring dan bleaching serat sisal mentah dengan diameter 125µm terurai menjadi serat yang lebih kecil dengan diameter mencapai 7µm. Dengan demikian scouring dan bleaching telah menyebabkan perubahan morfologi dan struktur mikro permukaan serat yang signifikan dan juga gugus fungsional yang dimiliki serat sisal setelah proses bleaching sama dengan selulosa murni.

Kata kunci: Sisal, Scouring, Bleaching, FTIR, SEM

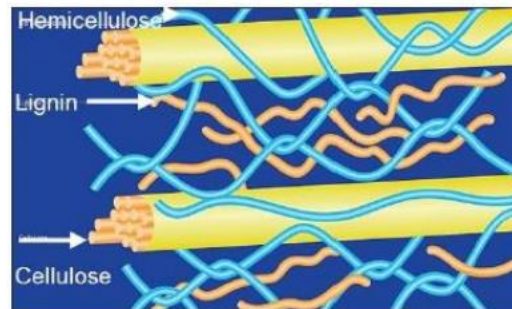
ABSTRACT

Morphological and functional group analysis was carried out to study the appearance of micro and molecular structures contained in sisal fibers before and after chemical scouring and bleaching treatments. The scouring and bleaching process lasted for 1 hour with continuous stirring using a magnetic stirrer. The 6% NaOH solution was used during the scouring process while 10 g /L NaOH and 100 ml/L H₂O₂ solutions were used during the bleaching process. Identify the surface appearance and diameter of the fibers before and after the scouring and bleaching process using Scanning Electron Microscopy (SEM). Meanwhile, identification of functional groups in fibers using Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. The functional groups identified in the bleaching process are the same as those of pure cellulose or alpha cellulose, namely -CH₂, C-O, C = C, -CH₃, C≡C, -OH, and C-H. After the scouring and bleaching process, the raw sisal fiber with a diameter of 125µm breaks down into smaller fibers reaching 7µm in diameter. Thus, scouring and bleaching have caused significant changes in the morphology and microstructure of the surface of the fiber and also the functional groups that the sisal fiber has after the bleaching process is the same as the pure cellulose.

Keywords: Sisal, Scouring, Bleaching, FTIR, SEM

1. PENDAHULUAN

Penelitian serat alam sebagai bahan penguat polimer dan nanokomposit telah dilaporkan sebelumnya [1]. Beberapa Negara telah memanfaatkan serat pada dunia industri, seperti serat abaka di Philipina, serat kelapa di Brazil dan serat sisal Afrika Selatan. Kekuatan serat sangat dipengaruhi oleh ukuran diameter serat [2], [3]. Sisal merupakan serat alam yang komponen utama penyusunnya adalah selulosa kristalin yang dibungkus oleh komponen non selulosa yang berupa lignin dan hemiselulosa [4], seperti yang ditunjukkan oleh gambar 1.



Gambar 1. Skema serat alam, menunjukkan komponen selulosa terbungkus oleh komponen non selulosa [5]

Berat kering serat sisal terdiri dari 1% peptin, 1-7% abu, 7-14% lignin, 12-17% hemiselulosa, dan 54-66% selulosa. Serat sisal berbentuk bundel memanjang dengan diameter 100-300 μm dan panjang 1-1,5 m. Sisal termasuk serat yang keras, kasar, sangat kuat dan berwarna putih kekuningan. Kekuatan tarik serat 510-635 N/mm^2 , Kerapatan serat 1,3-1,5 g/cm^3 , dan modulus tarik 9,4-22,0 Gpa [6]. Morfologi dan struktur mikro selulosa yang tersusun rapi dalam rantai molekul mulai dikembangkan dan sekarang dikenal sebagai *microfibrilated cellulose* [7]. Banyak perlakuan yang diberikan untuk mendapatkan *microfibrilated cellulose* baik yang menggunakan perlakuan mekanik (*mechanical treatment*) atau perlakuan kimia (*chemical treatment*) [8], [9].

Salah satu perlakuan kimia yang dilakukan adalah proses alkalisasi atau *scouring*, yakni perendaman serat dalam berbagai macam konsentrasi NaOH, baik dengan teknik perendaman tanpa proses pemanasan, maupun perendaman disertai proses pemanasan. Perlakuan serat menggunakan larutan NaOH dapat menghilangkan kadar air serat disamping meningkatkan kekuatannya, serta dapat membersihkan kotoran yang berdampingan dengan serat. Kemudian untuk memperbaiki sifat-sifat serat dilanjutkan dengan proses pemutihan (*bleaching*) menggunakan larutan ($\text{H}_2\text{O}_2 + \text{NaOH}$) [10], [11].

Hasil pengujian SEM menunjukkan bahwa proses *scouring* dan *bleaching* efektif menghilangkan komponen non selulosa tanpa merusak komponen selulosa yang dibuktikan oleh hasil FTIR dengan munculnya serapan -OH dan C-H. Pencucian serat menggunakan larutan asam setelah proses perendaman dalam larutan NaOH juga dilakukan untuk menetralkan pengaruh NaOH. Proses *bleaching* terhadap serat juga telah dilakukan dengan variasi konsentrasi H_2O_2 sebesar 4%, 6%, 8%, dan 10% pada suhu 75 $^\circ\text{C}$ dan 85 $^\circ\text{C}$ selama 2 dan 3 jam, hasilnya serat menjadi putih dan pengujian SEM terhadap serat tersebut menunjukkan hilangnya komponen pektin pada serat [12].

2. METODE PENELITIAN

Alat dan bahan yang digunakan selama proses perlakuan serat adalah serat sisal, natrium hidroksida (NaOH), asam asetat (CH_3COOH), hidrogen peroksida (H_2O_2), aquades, cawan petri, timbangan digital, gelas ukur, labu takar, gelas beker, *hot plate stirrer*, termometer, pH meter dan spatula. Serat yang akan diberi perlakuan dipotong-potong sepanjang 2,5-3,0 cm kemudian ditimbang dengan massa 5 gram. Setelah itu dilanjutkan dengan persiapan larutan yang akan digunakan untuk masing-masing perlakuan dengan komposisi sebagai berikut :

a. *Scouring* : 6% NaOH dalam aquades (g/l), yaitu dengan menimbang 60 gram NaOH berbentuk kristal padat dengan menggunakan timbangan digital kemudian dilarutkan menggunakan aquades dalam labu takar hingga volume keseluruhan 1 liter.

b. *Bleaching* : 1% NaOH + 10% H_2O_2 dalam aquades, yaitu dengan komposisi 10 ml NaOH + 100 ml H_2O_2 + dalam 890 ml aquades. Proses *scouring* dimulai dengan menyiapkan larutan 6% NaOH dan 5 gram serat sisal mentah.

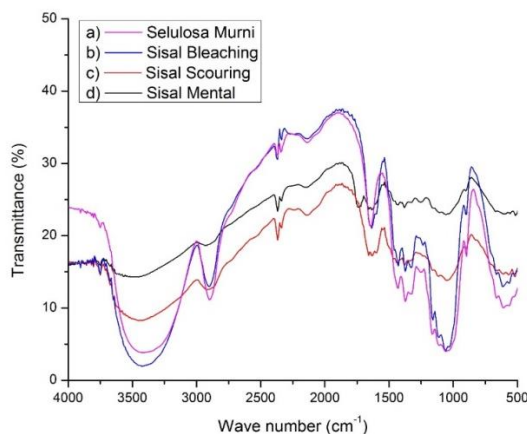
Setelah itu larutan 6% NaOH dipanaskan pada suhu 100 $^\circ\text{C}$, kemudian serat sisal mentah dimasukkan ke dalam larutan dengan pengadukan kontinyu menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Waktu *scouring* dihitung ketika suhu larutan sudah konstan. Perbandingan massa serat dengan volume larutan adalah 5 gram : 300 ml. Proses *scouring* dilakukan sebanyak tiga kali. Setelah proses *scouring* pertama dan kedua serat dicuci sebanyak 3 kali menggunakan aquades. Pada proses *scouring* ketiga serat dicuci menggunakan larutan asam asetat (CH_3COOH) 1% yang berfungsi menetralkan serat dari pengaruh NaOH. Setelah itu pada pencucian terakhir digunakan aquades sampai menunjukkan pH netral dan kemudian dikeringkan pada suhu ruang selama ~ 1 jam. Pada proses *scouring* ini menyebabkan massa serat sisal mengalami penurunan.

Selanjutnya dilakukan proses *bleaching* dengan menyiapkan larutan NaOH 10 gr/l dan H₂O₂ 100 ml/l dan serat sisal hasil proses *scouring* sebanyak 3 gram. Selama proses *bleaching* larutan dipanaskan dan dijaga konstan pada suhu 70° C dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Proses *bleaching* juga dilakukan sebanyak 3 kali yang bertujuan untuk menghilangkan hemiselulosa yang membungkus selulosa. Setiap akhir proses *bleaching* serat dicuci menggunakan aquades hingga menunjukkan pH larutan netral dan kemudian dikeringkan pada suhu ruang selama ~ 1 jam.

Untuk mengetahui morfologi dan struktur mikro permukaan serat sisal maka digunakan alat SEM (*Scanning Electron Microscope*). SEM digunakan untuk menganalisis morfologi dan struktur mikro permukaan serat baik sebelum diberi perlakuan kimia (serat mentah) maupun setelah di beri perlakuan *scouring* dan *bleaching*. Sedangkan untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang muncul pada serat seblum dan sesudah perlakuan *scouring* dan *bleaching* dilakukan menggunakan alat FTIR (*Fourier Transform Infra Red Spectroscopy*).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Rumus kimia untuk molekul selulosa adalah (C₆H₁₀O₅)_n, sehingga unsur yang terkandung pada selulosa terdiri atas C, O, dan H [4]. Penyusun selulosa memiliki beberapa ikatan kimia, yaitu ikatan -OH pada panjang gelombang 3441 cm⁻¹; ikatan C-H pada panjang gelombang 2924 cm⁻¹; ikatan C-O pada panjang gelombang 1327 cm⁻¹, 1242 cm⁻¹, dan 1065 cm⁻¹; dan ikatan -CH₂ pada panjang gelombang 903 cm⁻¹. Gambar 2 menunjukkan puncak serapan hasil FTIR dari serat sisal mentah, serat sisal hasil proses *scouring*, serat sisal hasil proses *bleaching* dan selulosa murni.



Gambar 2. Hasil uji FTIR a. serat selulosa murni, b. serat sisal setelah proses *scouring*, c. serat sisal setelah proses *bleaching*, d. serat murni

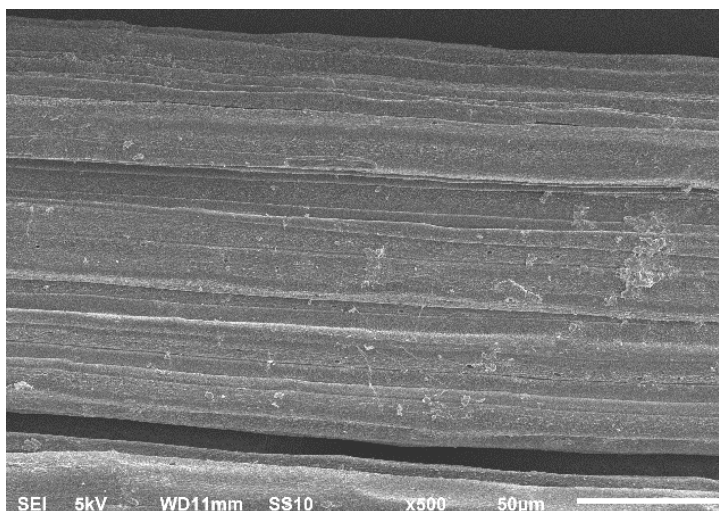
Hasil uji FTIR pada gambar 2 menunjukkan adanya puncak serapan yang muncul dan berasal dari ikatan lain yaitu: C=O (1736 cm⁻¹), C=C (1635 cm⁻¹), -CH₃ (1427 cm⁻¹), dan C≡C (2153 cm⁻¹) pada serat mentah; C=C (1597 cm⁻¹), -CH₃ (1427 cm⁻¹), dan C≡C (2137 cm⁻¹) pada serat hasil proses *scouring*; C=C (1597 cm⁻¹), -CH₃ (1427 cm⁻¹), dan C≡C (2137 cm⁻¹) pada serat hasil proses *bleaching* ; C=C (1643 cm⁻¹), -CH₃ (1427 cm⁻¹), dan C≡C (2137 cm⁻¹) pada selulosa murni. Ikatan lain yang muncul pada puncak serapan tersebut merupakan ikatan kimia dari komponen non selulosa.

Tabel 1. Interval serapan dan ikatan kimia sisal mentah (*raw*), sisal-*scouring*, sisal-*bleaching*, dan selulosa murni

| Ikatan Kimia | Interval Serapan (cm ⁻¹) | Sisal Mentah (cm ⁻¹) | Sisal Scouring (cm ⁻¹) | Sisal Bleaching (cm ⁻¹) | Selulosa Murni (cm ⁻¹) |
|------------------|--------------------------------------|----------------------------------|------------------------------------|-------------------------------------|------------------------------------|
| -CH ₂ | 1000 - 650 | 903 | 903 | 895 | 895 |
| C-O | 1300 - 1000 | 1057 1250 | 1049 | 1034 1057 | 1057- |
| -CH ₃ | 1450 - 1375 | 1427 | 1427 | 1427 | 1427 |
| C=C | 1600 - 1475 1680 - 1600 | -1635 | 1597 - | 1597 - | -1643 |
| C=O | 1820 - 1600 | 1736 | - | - | - |
| C≡C | 2250 - 2100 | 2153 | 2137 | 2137 | 2137 |
| C-H | 3000 - 2850 | 2932 | 2924 | 2901 | 2901 |
| -OH | 3650 - 3200 | 3418 | 3449 | 3426 | 3418 |

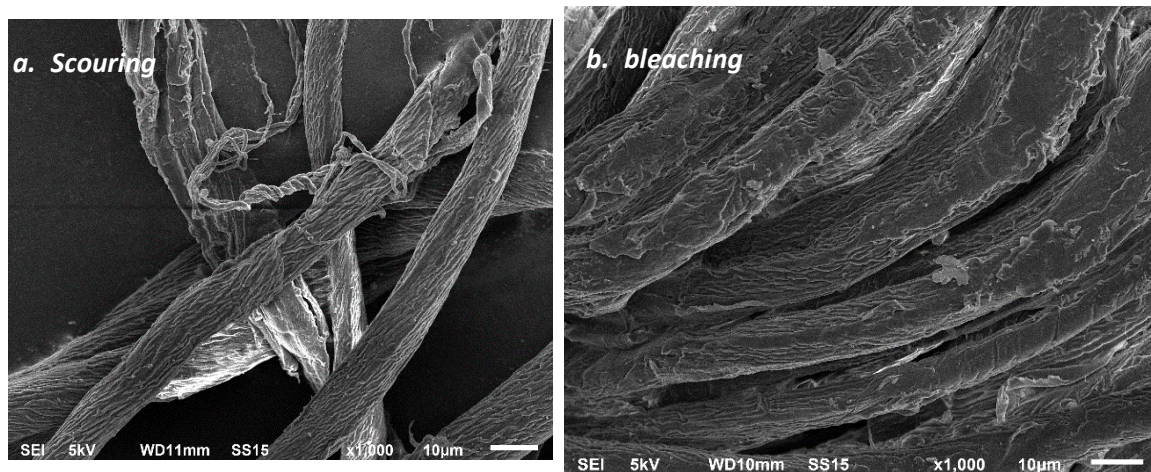
Tabel 1. menunjukkan puncak serapan dan ikatan kimia serat sisal mentah, sisal-scouring, sisal-bleaching dan selulosa murni. Puncak serapan 1736 cm^{-1} pada serat sisal mentah menunjukkan ikatan C=O dari grup ketone dan karbonil dari hemiselulosa dan grup aromatik dari lignin [9]. Puncak ini hanya terlihat pada serat mentah, hilangnya ikatan C=O yang sebelumnya muncul pada puncak 1736 cm^{-1} membuktikan adanya komponen lignin dan hemiselulosa yang tereduksi selama proses kimia [13]. Kemunculan puncak non selulosa pada puncak serapan 1597 cm^{-1} pada proses *Scouring* dan juga *Bleaching* mengindikasikan bahwa *lignin* tidak semuanya menghilang setelah diberi perlakuan NaOH dan NaOH+H₂O₂ [9].

Hasil uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dari serat sisal mentah atau *raw sisal* (gambar 3) yang diambil bagian tengahnya menunjukkan bahwa morfologi dan struktur mikro permukaan serat sisal terlihat lebih halus dengan komponen non-selulosa yang menutupi bagian selulosa dari serat sisal. Serat sisal mentah memiliki diameter terukur berkisar 100-150 μm .



Gambar 3. Hasil uji SEM serat sisal mentah

Penampakan morfologi serat sisal hasil proses *scouring* terlihat lebih kasar jika dibandingkan dengan serat mentah. Komponen-komponen non selulosa juga nampak terkelupas, hal ini dikuatkan oleh hasil FTIR sebelumnya. Larutan NaOH menjadi penyebab menghilangnya komponen-komponen non selulosa sekaligus menyebabkan meningkatnya kekasaran permukaan serat. Reaksi kimia yang timbul ketika ikatan OH pada serat bereaksi dengan NaOH maka akan menghasilkan serat-ONa dan H₂O.



Gambar 4. Hasil uji SEM serat sisal setelah proses; a. *scouring*, b. *bleaching*.

Gambar 4a. foto SEM dengan perbesaran 1000x kali menunjukkan ukuran diameter serat lebih kecil dengan rata-rata mencapai $\sim 12\mu\text{m}$. Jika dibandingkan dengan serat mentah yang memiliki diameter $\sim 130\mu\text{m}$, maka proses *scouring* mampu menghasilkan serat dengan diameter ~ 10 kali lebih kecil. Hal ini dikarenakan komponen-komponen non selulosa mengalami penurunan meskipun masih ada yang menyelimuti serat sisal. Gambar 4b menunjukkan perubahan morfologi dan struktur mikro setelah serat diberi perlakuan *bleaching*. Diameter terukur berhasil diperoleh dengan ukuran terkecil mencapai $\sim 7\mu\text{m}$. Larutan H₂O₂ menjadi

faktor yang menyebabkan perubahan morfologi dan struktur serat yang mampu memperkecil ukuran diameter serat dan menghilangkan komponen non selulosa.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan maka diperoleh simpulan sebagai berikut:

- a. Telah berhasil didapatkan serat sisal dalam ukuran mikro melalui perlakuan kimia dengan diameter terukur sebesar $\sim 7 \mu\text{m}$.
- b. Perlakuan *scouring* dan *bleaching* pada serat sisal sangat efektif untuk menghilangkan komponen non selulosa, terutama komponen lignin yang mempunyai ikatan C=O.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Kami ucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada unit PPPM (Pusat Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat) Politeknik Maritim Negeri Indonesia yang sudah memberi dukungan dan juga rekan-rekan penelitian atas kerjasamanya dalam melaksanakan penelitian dan penyusunan naskah penelitian ini.

6. REFERENSI

- [1] A. Khalil, H. P. S. B. A.H. and A. Ireana Yusra, "Green composites from sustainable cellulose nanofibrils: A review.," *Carbohydrate Polymers*, vol. 87, pp. 963-979, 2012.
- [2] T. Zimmermann, E. Pohler and T. Geiger, "Cellulose Fibrils for Polymer Reinforcement," *Advanced Engineering Science*, vol. 6(9), pp. 754-761, 2004.
- [3] I. Indriani and D. Widiawati, "Eksplorasi Struktur Serat Tanaman Kenaf (*Hibiscus Cannabinus L.*) Pada Teknik Tenun ATBM Sebagai Bahan Baku Tekstil," *Jurnal Tingkat Sarjana Seni Rupa Dan Desain*, vol. 1, 2012.
- [4] G. Siqueira, J. Bras and A. Dufresne, "Cellulosic Bionanocomposites: A Review of Preparation, Properties and Applications," *Journal of Polymers*, vol. 2, p. 728-765, 2010.
- [5] H. Sosiati, Harsojo, Soekrisno, Supatmi and K. Triyana, "Characterization of Natural Cellulose from Kenaf Fiber," *ICOPIA*, 2012.
- [6] K. R. Dahal, B. Utomo and M. Brink, "Agave sisalana Perrine," *Fibre Plants*, 2003.
- [7] A. F. Turbak, F. W. Snyder and K. Sandberg, "Microfibrillated Cellulose, A New Cellulose Product: Properties, Uses and Chemical Potential," *Journal of Applied Polymer Symposium*, vol. 37, pp. 815-827, 1983.
- [8] Subyakto, E. Hermiati, D. Yanto, Fitria, I. Budiman, Ismandi, N. Masruchin and B. Subiyanto, "Proses Pembuatan Serat Selulosa Berukuran Nano dari Sisal (*Agave sisalana*) dan Bambu Betung (*Dendrocalamus asper*)," *Berita Selulosa*, vol. 44, no. 2, pp. 57-65, 2009.
- [9] L. H. Zaini, J. M., P. M. Tahir and S. Karimi, "Isolation and Characterization of Cellulose Whiskers from Kenaf (*Hibiscus cannabinus L.*) Bast Fibers, Scientific Research," *Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology*, vol. 4, pp. 37-44, 2013.
- [10] M. U. U., A. B. A. and N. I. I., "The Effect of Mercerization Media on the Physical Properties of Local Plant Bast Fibers," *International Journal of Physical Sciences*, vol. 4, pp. 698-704, 2009.
- [11] S. J., S. S. Q., H. M. Barnes and J. Pittman C. U., "A Chemical Process for Preparing Cellulosic Fibers Hierarcically from Kenaf Bast Fibers," *BioResources*, vol. 6, pp. 879-890, 2011.
- [12] T. Zhang, "Improvement of Kenaf Yarn for Apparel Application," *Thesis, Graduate Faculty of The Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College*, 2003.
- [13] M. Jonoobi, J. Harun, A. Shakeri, M. Misra and K. Oksman, "Chemical composition, crystallinity, and thermal degradation of bleached and unbleached kenafbast (*Hibiscus cannabinus*) pulp and nanofibers," *BioResources*, vol. 4, no. 2, p. 626-639, 2009.