

Pembuatan dan Pengembangan Material Biokomposit Poli- ϵ -Kaprolakton (PCL) dengan Penambahan Nanoselulosa Sekam Padi: Evaluasi Uji Tarik

Yossie J Napitupulu^{1*}, Muhammad Yusuf², Eddiyanto².

^{1,2}Program of Chemistry, Postgraduate, Universitas Negeri Medan

Jl. Willem Iskandar, Medan 20221, North Sumatra, Indonesia

*E-mail : yosnap23@gmail.com

Abstrak

Poli- ϵ -Kaprolakton (PCL) adalah polimer biodegradabel yang banyak digunakan dalam aplikasi biomedis dan biokomposit. Namun, sifat mekaniknya relatif rendah, sehingga membutuhkan kekuatan dengan pengisi yang ramah lingkungan. Nanoselulosa yang diperoleh dari sekam padi berpotensi sebagai penguat alami karena memiliki kekuatan tarik yang tinggi, luas permukaan yang besar, dan biodegradabilitas. Studi ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh penambahan nanoselulosa sekam padi terhadap sifat mekanik PCL melalui uji tarik. Nanoselulosa diekstrak dari sekam padi melalui proses delignifikasi, pemutihan, dan hidrolisis, kemudian dicampur ke dalam matriks PCL pada berbagai konsentrasi. Hasil uji tarik menunjukkan bahwa penambahan nanoselulosa dengan rasio 0,95/0,04/0,01 (2%) meningkatkan kekuatan tarik dan modulus elastisitas PCL. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan PCLacac pada komposisi ini dapat meningkatkan interaksi antarmuka. Selain itu, matriks PCL tetap dominan, menghasilkan biokomposit dengan sifat mekanik yang lebih baik.

Kata kunci: Poli- ϵ -Kaprolakton (PCL), Nanoselulosa, Sekam padi, Uji Tarik.

Abstract

Poly- ϵ -Caprolactone (PCL) is a biodegradable polymer widely used in biomedical and biocomposite applications. However, its mechanical properties are relatively low, requiring strength with environmentally friendly fillers. Nanocellulose obtained from rice husk has the potential as a natural reinforcement because it has high tensile strength, large surface area, and biodegradability. This study aims to analyze the effect of adding rice husk nanocellulose on the mechanical properties of PCL through tensile tests. Nanocellulose was extracted from rice husk through delignification, bleaching, and hydrolysis processes, then mixed into the PCL matrix at various concentrations. The tensile test results showed that the addition of nanocellulose at a ratio of 0.95/0.04/0.01 (2%) increased the tensile strength and elastic modulus of PCL. This indicates that the addition of PCLacac to this composition can improve interfacial interactions. In addition, the PCL matrix remained dominant, resulting in a biocomposite with better mechanical properties.

Keywords: Poly- ϵ -Caprolactone (PCL), Nanocellulose, Rice husk, Tensile Testing.

1. PENDAHULUAN

Seiring dengan kemajuan ilmu pengetahuan dan meningkatnya permintaan di sektor industri, diperlukan upaya untuk mengembangkan material komposit berkinerja tinggi, ramah lingkungan, dan mudah terurai secara hayati. Material komposit merupakan kombinasi dari dua fase: matriks dan penguat (serat), yang secara sinergis membentuk material baru dengan sifat-sifat berbeda yang lebih unggul daripada karakteristik masing-masing komponen secara individual (Diana, 2020). Pengembangan material komposit berbasis serat alami, yang dikenal sebagai biokomposit, kini menjadi fokus penelitian yang signifikan (Hemnath, 2020).

Biokomposit berbasis serat alami biasanya menggunakan selulosa sebagai material penguat (Mardiyati, 2015). Penggunaan selulosa sebagai material penguat disebabkan oleh kemampuannya untuk secara signifikan meningkatkan sifat mekanik, stabilitas termal, dan stabilitas material (Saeed, 2020). Beberapa sumber selulosa telah digunakan, termasuk tandan kelapa sawit kosong, serat kelapa, jerami, dan serat kelapa sawit (Agustina, 2018). Sementara itu, material yang digunakan sebagai matriks biasanya berupa matriks polimer seperti polipropilen (PP), polikaprolakton (PCL), polietilen (PE), dan polistiren (PS) (Akampumuza dkk., 2017). Salah satu material polimer yang sering digunakan adalah Poli- ϵ -Kaprolakton (PCL) (Yusuf dkk., 2020).

PCL adalah poliester alifatik semikristalin dengan permeabilitas tinggi, toksisitas rendah, degradasi terkontrol, dan biokompatibilitas. Karena sifat-sifat ini, PCL banyak digunakan dalam berbagai aplikasi seperti kemasan makanan dan minuman, benang bedah, rekayasa jaringan, perban luka, implan, dan sistem pengiriman obat. Meskipun mudah terdegradasi, PCL memiliki kelemahan seperti kerapuhan dan kekakuan, yang membuatnya rentan terhadap patahan (Salim, 2021).

Untuk meningkatkan interaksi antara poli- ϵ -kaprolakton (PCL) dan selulosa, penelitian ini menerapkan sintesis PCL rantai pendek menggunakan katalis kompleks bis(asetilasetonato)zirkonium [$\text{bis}(\text{acac})_2\text{Zr}$]. PCL yang disintesis (PCLacac) diharapkan dapat berinteraksi lebih efektif dengan gugus hidroksil pada permukaan selulosa, sehingga memperkuat ikatan antarmuka dalam struktur biokomposit dan meningkatkan sifat mekaniknya. Lebih lanjut, PCLacac dikombinasikan dengan PCL komersial untuk mendapatkan matriks polimer dengan kompatibilitas yang lebih baik. Nanoselulosa yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari sekam padi, limbah pertanian yang melimpah di Indonesia dengan potensi besar sebagai bahan penguat alami (Wulandari, 2021). Pemanfaatan serat sekam padi tidak hanya menambah nilai pada limbah organik tetapi juga mendukung prinsip-prinsip ekonomi dan pengelolaan limbah berkelanjutan.

Dalam penelitian ini, uji tarik dilakukan untuk mengevaluasi peningkatan sifat mekanik. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan informasi mengenai kekuatan, regangan, dan elastisitas material. Biokomposit yang diuji terdiri dari campuran poli(ϵ -kaprolakton) (PCL) komersial dan PCL(acac), serta menggunakan nanoselulosa yang diperoleh dari sekam padi sebagai pengisi alami. Kombinasi ini diharapkan dapat menghasilkan biokomposit yang tidak hanya memiliki kekuatan mekanik yang baik tetapi juga ramah lingkungan.

2. METODE PENELITIAN

Bahan-bahan

Peralatan yang dibutuhkan untuk penelitian ini meliputi pompa vakum, kompor listrik (Thermo Scientific Cimarec SP88857105), penangas minyak, timbangan analitik (Fujitsu), penggiling, oven, kondensor, labu dua leher, saringan 200 mesh (Retch), sentrifugasi, gelas kimia Pyrex, silinder ukur Pyrex, indikator universal (Supelco), cetakan ASTM D638, dan alat uji tarik (Instron 2710-004).

Peralatan

Matriks dan kompatibilizer yang digunakan dalam penelitian ini adalah PCL rantai panjang (CAPA 6800) dan PCLacac rantai pendek. Selanjutnya, bahan-bahan yang digunakan untuk isolasi selulosa adalah sebagai berikut: asam nitrat (HNO_3) (Merck), natrium nitrit (NaNO_2) (Merck), natrium klorit (NaClO_2) (Sigma Aldrich), natrium sulfat (Na_2SO_3) (Merck), natrium hidroksida (NaOH) (Merck), dan asam sulfat pekat (H_2SO_4) (Merck).

Isolasi Nanoselulosa dari Sekam Padi

Sebelum proses isolasi nanoselulosa, sekam padi yang telah dipotong-potong menjadi potongan kecil agar lebih mudah dibersihkan. Kemudian, dikeringkan di bawah sinar matahari. Setelah kering, sekam padi digiling hingga berbentuk bubuk dan diayak menggunakan saringan berukuran 200 mesh. Proses awal isolasi nanoselulosa adalah penghilangan lignin melalui tiga tahap. Pada tahap pertama, dimasukkan 75 gram sekam padi ke dalam gelas beaker. Selanjutnya, ditambahkan campuran larutan HNO_3 3,5% dan 10 mg NaNO_2 sambil dipanaskan pada suhu 90°C selama 2 jam. Hasilnya berupa larutan campuran, kemudian disaring dan dicuci hingga filtrat mencapai pH netral. Tahap kedua ditambahkan larutan NaOH 2% dan Na_2SO_3 2%, kemudian dipanaskan pada suhu 50°C selama 1 jam. Setelah itu, disaring kembali dan dicuci hingga filtrat mencapai pH netral. Tahap ketiga dilanjutkan dengan menambahkan larutan NaOCl 1,75% dan dipanaskan pada suhu 70°C selama 30 menit. Kemudian, disaring dan dicuci hingga filtrat mencapai pH netral. Produk dari tahap ini menghasilkan selulosa. Selanjutnya, selulosa dimurnikan dengan menambahkan larutan NaOH 17,5% yang dipanaskan pada suhu 80°C selama setengah jam, kemudian disaring kembali dan dicuci hingga filtrat mencapai pH netral. Proses ini menghasilkan α -selulosa basah, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C . Kemudian α -selulosa dihidrolisis menggunakan larutan asam sulfat 64% pada suhu 45°C selama 45 menit. Kemudian, air suling dingin dimasukkan untuk reaksi akhir. Terakhir, dilakukan sentrifugasi dengan kecepatan 1100 rpm selama 10 menit untuk hidrolisis sedimen terpisah. Sedimen dikeringkan dalam oven dan diperoleh nanoselulosa (Gea et al., 2018; Lani et al., 2014).

Pembuatan Biokomposit

Metode yang digunakan dalam pembuatan film biokomposit PCL/PCLacac dengan pengisi nanoselulosa adalah pencetakan pelarut. PCL dilarutkan dengan kloroform pada suhu 60°C . Setelah itu, ditambahkan PCLacac hingga homogen. Kemudian, pengisi nanoselulosa ditambahkan hingga larut. Selanjutnya, campuran direfluks selama satu jam pada suhu 60°C sambil diaduk dengan

kecepatan 300 rpm. Campuran kemudian dituangkan ke dalam cetakan ASTM D638 hingga terbentuk film biokomposit (Soeswanto et al., 2013). Variasi penambahan PCLacac ke matriks PCL

Tabel 1. Perbandingan Campuran PCL/PCLacac/Nanoselulosa Komersial

PCL Commercial (g)	PCLacac (g)	Nanocellulose (g)
0,99	0	0,01
0,98	0,01	0,01
0,95	0,04	0,01

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi Nanoselulosa

Selulosa diproduksi melalui proses pembuatan pulp, yang melibatkan pemanasan dengan asam menggunakan 3,5% HNO₃ dan 10 mg NaNO₂ pada suhu 90°C selama 2 jam, menghasilkan pulp berwarna kuning kecoklatan. Selanjutnya, dilakukan proses delignifikasi untuk menghilangkan lignin yang terikat pada selulosa. Proses ini menghasilkan larutan kuning pudar. Warna kuning pudar pada larutan pulp menunjukkan bahwa ikatan lignin dengan selulosa telah putus. Setelah proses ini, dilakukan proses pemutihan lain untuk menghasilkan selulosa putih. Untuk mendapatkan α -selulosa dari selulosa, ditambahkan 17,5% NaOH untuk memisahkan α , β , dan γ selulosa yang masih terikat pada selulosa. Dengan penambahan 17,5% NaOH, β dan γ selulosa larut, sedangkan α -selulosa tetap tidak larut, sehingga mudah dipisahkan dengan filtrasi.

Langkah terakhir isolasi adalah hidrolisis asam, di mana α -selulosa direaksikan dengan larutan H₂SO₄ 64% pada suhu 45 °C selama 45 menit. Reaksi ini memecah rantai selulosa menjadi fibril berukuran nano melalui hidrolisis bagian amorf selulosa, sementara daerah kristalin tetap ada. Setelah reaksi dihentikan dengan menambahkan air suling dingin, campuran tersebut disentrifugasi pada 1100 rpm selama 10 menit untuk memisahkan endapan nanoselulosa. Endapan hasil sentrifugasi kemudian dikeringkan dalam oven, menghasilkan bubuk nanoselulosa berwarna putih cerah.



Gambar 1. Nanoselulosa Sekam Padi

Biokomposit PCL/PCLacac/Nanoselulosa

Proses pembuatan biokomposit berbasis PCL/PCLacac dengan penambahan nanoselulosa dilakukan melalui tahap pencampuran yang diikuti dengan metode pencetakan pelarut. Dalam sistem ini, PCL dan PCLacac berfungsi sebagai matriks polimer, sedangkan nanoselulosa yang diekstrak dari sekam padi bertindak sebagai bahan penguat (pengisi). Poli- ϵ -kaprolakton (PCL) memiliki struktur rantai

panjang dengan sifat semi-kristalin, elastis, dan mudah terurai secara hayati, tetapi biokompatibilitasnya masih perlu ditingkatkan. Di sisi lain, PCLacac, dengan rantai molekulnya yang lebih pendek, berkontribusi untuk meningkatkan polaritas dan biokompatibilitas sistem polimer, sehingga memperkuat interaksi antarmuka antara matriks dan nanoselulosa. Kombinasi ini meningkatkan keseimbangan interaksi antara fase matriks hidrofobik dan pengisi hidrofilik, menghasilkan dispersi nanoselulosa yang lebih merata dan stabil di dalam struktur biokomposit PCL. Nanoselulosa dan biokomposit PCL/nanoselulosa ditunjukkan pada Gambar 2.



(a)

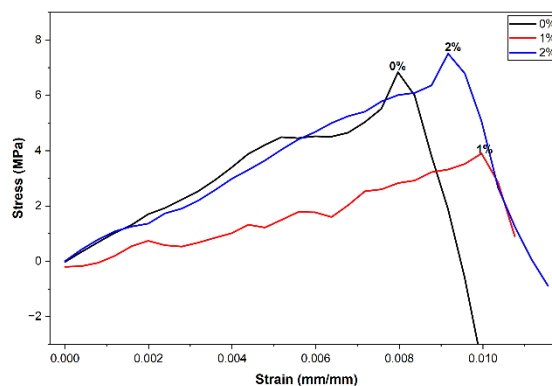


(b)

Gambar 2. (a) PCL/Nanoselulosa (b) PCL/Nanoselulosa setelah pencetakan (ASTM D638)

Analisis Uji Tarik Biokomposit

Analisis kekuatan tarik, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3, dilakukan untuk menentukan sifat mekanik biokomposit. Hasil uji akan menghasilkan data berupa kekuatan tarik, perpanjangan, regangan, dan modulus elastisitas.



Gambar 3. Uji Tarik Biokomposit 0-2%

Gambar 3 menunjukkan kekuatan tarik dan regangan maksimum biokomposit dengan penambahan PCLacac mulai dari 0% hingga 2%. Penambahan pengisi nanoselulosa sekam padi adalah 0,01 gram. Penambahan PCLacac diindikasikan memengaruhi perubahan sifat biokomposit, seperti yang ditunjukkan oleh peningkatan atau penurunan sifat mekaniknya.

Biokomposit dengan kandungan PCLacac 1% mencatat regangan maksimum tertinggi (0,012 mm) dibandingkan dengan 0%, meskipun kekuatannya relatif rendah (3,5 MPa). Ini menunjukkan

bahwa pada konsentrasi PCLacac ini, biokomposit mempertahankan sifat elastisnya yang lebih baik karena fleksibilitas matriks PCL yang masih dominan, sementara interaksi antarmuka antara matriks dan pengisi tidak optimal, sehingga menghasilkan kapasitas kekuatan tarik yang terbatas.

Di sisi lain, biokomposit dengan kandungan PCLacac 2% memiliki kekuatan tarik dan regangan maksimum yang lebih tinggi daripada biokomposit tanpa PCLacac. Kekuatan tarik yang diperoleh adalah 7,5 MPa dengan regangan maksimum 0,014 mm. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan PCLacac pada komposisi ini dapat meningkatkan interaksi antarmuka. Lebih lanjut, fleksibilitas matriks PCL tetap dominan, menghasilkan biokomposit dengan sifat mekanik yang lebih baik.

4. SIMPULAN

Data yang diperoleh dari poliblend PCL/PCLacac2/Nanocellulose memiliki pengaruh terhadap kekuatan tarik spesimen uji dari data yang diperoleh setelah penambahan nanocellulose, yaitu kekuatan tarik dan elongasi terbaik dari poliblend diperoleh dengan rasio 0,95/0,04/0,01 (2%). Nilai kekuatan tarik adalah 7,5 MPa dan nilai elongasi adalah 0,014 mm. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan PCLacac2 memainkan peran penting dalam meningkatkan sifat mekanik kekuatan tarik poliblend.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, S. (2018). Biokomposit Serat Kelapa Sawit Sebagai Bahan Otomotif. Prosiding Seminar Nasional 1 Hasil Litbangyasa Industri
- Akampunguza, O., Wambua, PM, Ahmed, A., Li, W., & Qin, XH (2017). Review Penerapan Biokomposit Dalam Industri Otomotif. *Komposit Polimer*, 38(11),
- Diana, L., Ghani Safitra, A., & Nabiel Ariansyah, M. (2020). Analisis Kekuatan Tarik pada Material Komposit dengan Serat Penguat Polimer. *Jurnal Engine: Energi, Manufaktur, Dan Material*, 4(2), 59–67.
- Hemnath, A., Anbuhezhiyan, G., Nanthakumar, P., & Senthilkumar, N. (2020). Perilaku tarik dan lentur komposit poliester yang diperkuat sekam padi dan ampas tebu. *Materi Hari Ini: Prosiding*, 46, 3451–3454. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.11.786>
- Mardiyati, Steven, Raden Reza Rizkiansyah, dan Arif Basuki. (2015). Sifat Mekanis Biokomposit yang berbahan Dasar Mikrokristalin Selulosa Serat Kapuk/Pati. *Majalah Polimer Indonesia*, 18 (2)
- Saeed, U. (2020). Serat selulosa kayu diperkuat komposit asam polilaktat: sifat mekanik, termomekanis dan orientasi serat. *Ilmu Material AIMS*, 7(1).
- Wulandari, D., J., dkk., (2021), Pembuatan Asam Oksalat Dari Campuran Sekam Padi Dan Sabut Kelapa Dengan Metode Hidrolisis Alkali, *JIMTEK*, 2 (1)
- Yusuf, M., Dari, N., & Utama, E. (2020, Februari). Metode Semi Empiris Pm3 Pada Polimerisasi Pembukaan Cincin E-Kaprolakton Menggunakan Katalis Bis (Benzoiltrifluoroaseton) Zirkonium (Iv) Klorida. Dalam *Jurnal Fisika: Seri Konferensi*, 1462(1)