

ANALISIS *BRUNNAEUR EMMET TELLER (BET)* TOPOGRAFI PERMUKAAN SERAT RAMI (*Boehmeria nivea*) UNTUK MEDIA PENGUATAN PADA BAHAN KOMPOSIT

Eko Marsyahyo

Peneliti Jurusan Teknik Mesin-Institut Teknologi Nasional Malang

E-mail: marsyahyo@yahoo.co.uk

Abstrak

Serat rami (Boehmeria nivea) merupakan salah satu jenis serat alam yang memiliki kekuatan sangat tinggi dan telah dimanfaatkan untuk aplikasi non-struktural khususnya untuk bahan baku kertas dan industri tekstil. Penelitian ini akan mengungkap dan membahas serat rami yang berpeluang sebagai bahan penguatan pada komposit dan diharapkan akan mampu bersaing dengan serat buatan/sintetis. Serat rami diteliti dengan melibatkan aspek-aspek dasar yakni porositas, luas permukaan dan volume pori-pori menggunakan metode BET (Brunnaeur-Emmet-Teller) Hasil yang diperoleh adalah serat rami memiliki ukuran pori-pori permukaan rata-rata berkisar antara 20 – 500 Angstrom yang dikelompokkan dalam material mesopores. Ukuran pori-pori yang dimiliki serat rami tersebut mendukung kompatibilitas antara serat-matrik disamping kompleksitas struktur ikatan kimia permukaan serat, yakni terjadinya ikatan mekanis interlocking atau mechanical bonding antara permukaan serat dengan matrik di daerah interface.

Abstract

Ramie (Boehmeria nivea), as natural fiber, is one of the strongest cellulose fiber available today, has been exploited for non-structural application especially in paper and textile industry. This paper will examine and reveal the ramie fiber as a candidate material for composite reinforcement and hopefully can compete with synthetic fibers. Examination of ramie fiber covered some fundamental aspects such as porosity, surface area and volume of porosity using Brunnaeur-Emmet-Teller (BET) method. From the result, it showed that ramie fiber has porosity range in 20-500 Angstrom and categorised into mesopores fibers in average. Beside the complexity of chemical interactions, this pores lead to better compatibility to polymer as a matrix and build a mechanical interlocking or mechanical bonding between fiber surface and the matrix in their interfacial region.

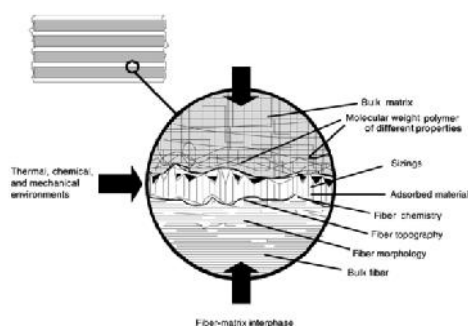
Keywords: *ramie fiber, surface topografi, BE*

1. PENDAHULUAN

Perkembangan material teknik dewasa ini mengarah pada penemuan dan eksploitasi bahan-bahan alam atau biomaterial berbasis selulosa yang memiliki aspek menguntungkan baik

dari segi teknologi, ekonomi maupun lingkungan [1]. Untuk mencapai keuntungan tersebut, penelitian yang berkelanjutan diperlukan agar informasi tentang bahan-bahan berbasis natural

dapat terdefinisi dan dimanfaatkan seluas-luasnya terutama untuk aplikasi struktural. Rami (*Boehmeria nivea*) yang merupakan bahan penghasil serat selulosa diyakini memiliki sifat mekanis paling tinggi dan sangat berpeluang untuk dimanfaatkan sebagai media penguatan pada bahan komposit [2]. Pemahaman komposit rami tidak hanya melibatkan sifat mekanis saja tetapi juga sifat kimia dan interaksinya dengan bahan matrik sebagai media pengikat [3]. Penelitian mendasar adalah mengungkap topografi permukaan serat yang juga memiliki interaksi langsung dengan matrik. Topografi permukaan serat merupakan salah satu faktor yang diyakini mampu meningkatkan unjuk kerja komposit terutama berkaitan dengan kompatibilitas daerah permukaan kontak antara serat dan matrik atau disebut *interfacial region* [4].



Gambar 1. Kompleksitas daerah *interfacial* antara serat, matrik dan media sizing

(Sumber: Drzal, 1999)

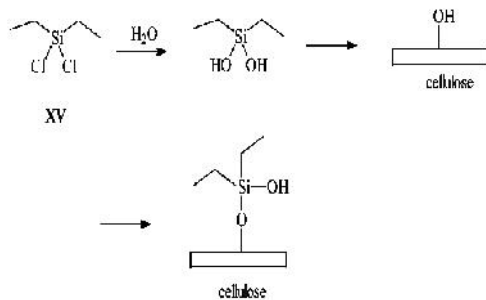
2. TINJAUAN PUSTAKA

Menurut Kolpachevskaya dkk [5], melakukan investigasi tentang modifikasi serat dan hubungannya dengan matrik sebagai media pengikat yakni memiliki cara interaksi a). mekanisme *sorption* yakni hubungan antar molekul serat, matrik dan media perlakuan yang saling menyerap atau mengikat secara fisika, b). mekanisme kimiawi yakni reaksi kimia antar gugus fungsi yang dimiliki serat, matrik dan media perlakuan sehingga terjadi modifikasi kimia di daerah *interface*, dan c). mekanisme fisika yakni terjadinya mampu-basah (*wettability*) antar permukaan serat, matrik dan media perlakuan. Ketiga interaksi saling berperan atau dapat disebut interaksi *physicochemical mechanism*.

Untuk mengamati interaksi daerah *interface* serat-matrik maka perlu diketahui apakah serat rami memiliki topografi permukaan sehingga mampu memberikan interaksi optimal dengan matrik. Salah satu cara untuk mengetahui topografi bahan-bahan padat adalah dengan menerapkan teori desorpsi-adsorpsi yakni perilaku kemampuan permukaan padat dalam menyerap media *adsorbate* (media yang diserap) jika permukaan padat tersebut memiliki pori-pori. Pori-pori yang dimiliki serat akan menunjang interaksi *physicochemical* dengan matrik sehingga menghasilkan *adhesive bonding* yang optimal [6]. Belgacem dan Gandini [3] menjelaskan model interaksi kimia antara permukaan serat dan matrik yang telah mengalami perlakuan

silane

(*methyltrimethoxysilane*) seperti ditunjukkan pada gambar 2 berikut.



Gambar 2. Interaksi kimia antara permukaan serat dengan media perlakuan *silane*.

Permukaan serat selulosa menghasilkan perubahan gugus fungsi yang terbentuk yakni OH dan Si bercabang diharapkan mampu mengikat molekul matrik di daerah *interface*. Selain ikatan kimia, permukaan serat berbasis selulosa juga ditengarai oleh [7] memiliki ikatan mekanis yakni *mechanical interlocking* karena struktur pori-pori serat.

Hasil perhitungan Packham (tabel 1) menunjukkan hubungan antara ukuran radius pori-pori suatu permukaan *micropores* dengan jarak kemampuan penetrasi matrik *polystyrene* menghasilkan korelasi semakin besar ukuran pori-pori semakin dalam kemampuan penetrasi matrik sehingga terbentuk ikatan mekanis *interlock*.

Tabel 1. Hasil perhitungan Packham [8]

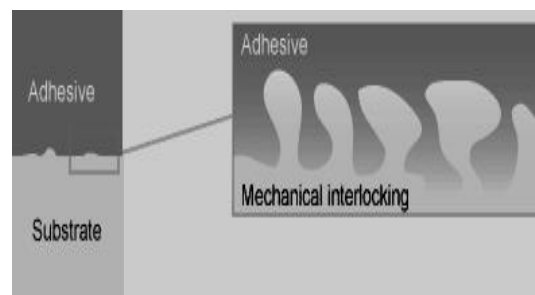
Radius porositas (mikrometer)	Jarak penetrasi kedalaman serat (mikrometer)
1000	220
10	22
1	7
0,1	2,2
0,001	0,7

(Sumber: www.umaine.edu)

Ukuran pori-pori dikelompokkan dalam tiga kategori yakni

- Micro pores, pori-pori dengan ukuran kurang dari 20 Angstrom,
- Mesopores: 20 – 500 Angstrom dan
- Macropores : lebih dari 500 Angstrom [9].

Model pori pori yang dimiliki oleh permukaan padat secara ideal diilustrasikan sebagai berikut [9].

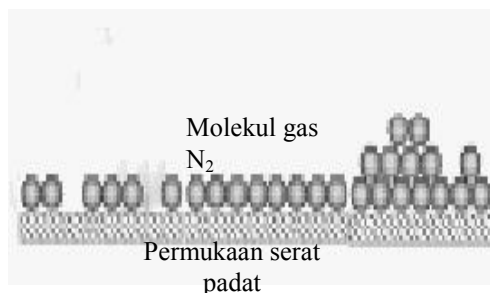


Gambar 3. Model ideal pori-pori terjadinya *mechanical interlocking* serat-matrik (Sumber: www.roymech.co.uk).

Ikatan *interlocking* terjadi antara matrik dan permukaan serat yang memiliki topologi tidak teratur (*irregular*). Ketidakteraturan permukaan serat akan menghasilkan kemampuan rekat serat-matrik yang disebut perilaku *lock and key*.

3. LANDASAN TEORI

Pengujian luas permukaan serat spesifik dan volume porositas serat dilakukan menggunakan uji *Brunauer-Emmet-Teller (BET) surface area* [10]; [11]. Cara kerja BET adalah penyerapan gas Nitrogen oleh permukaan serat pada kondisi *isothermal* dan vakum. Cara kerja diilustrasikan seperti gambar berikut [12].



Gambar 4. Penyerapan molekul gas Nitrogen oleh permukaan serat padat (Sumber: Mihranyan, 2005, hal. 15)

Sedangkan analogi daripada kerja mesin BET dalam menentukan luasan permukaan serat penampang dan volume porositas adalah sebagai berikut [10]:

$$A_s = \frac{N_A W_m \cdot a_{N_2}}{M_{mol}} \quad (1)$$

$$V_{liq} = \frac{P \cdot V_{ads} \cdot V_{mol}}{R \cdot T} \quad (2)$$

dengan:

A_s : luas permukaan serat, m^2

V_{liq} : volume pori-pori yang terisi gas terkondensasi, m^3

N_A : bilangan Avogadro $6,023 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$

A_{N_2} : luas penampang molekul nitrogen = $16,2 \text{ \AA}$

V_{ads} : volume gas yang terserap serat, m^3

W_m : berat media *adsorbate*, g

P, R dan T : standar tekanan dan temperatur ruang vakum

Berat *adsorbate* W_m dihitung dari persamaan linier *BET-plot* yakni grafik hasil uji BET yang diperoleh dari penyerapan media *adsorbate* (nitrogen, N_2) pada tekanan relatif P/P_0 yang memiliki rentang antara $0,05 - 0,3$. Harga W_m akan menentukan luas permukaan, volume dan ukuran pori-pori serat.

$$W_m = \frac{1}{a + b} \quad (3)$$

dengan a adalah *slope* dan b *intercept* linier *BET-plot*.

Sedangkan harga konstanta a dan b diperoleh dari grafik linier *BET-plot* hasil uji BET absorpsi gas Nitrogen.

Menurut Rochery dkk [13] melalui uji BET permukaan berpori yang memiliki diameter porositas dan luas permukaan spesifik yang lebih besar menunjukan sejauh mana penetrasi resin sebagai

media perekat mampu meningkatkan *interlocks* dan kehandalan rekat pada permukaan yang kasar dan tidak teratur (*surface irregularity*).

4. CARA PENELITIAN

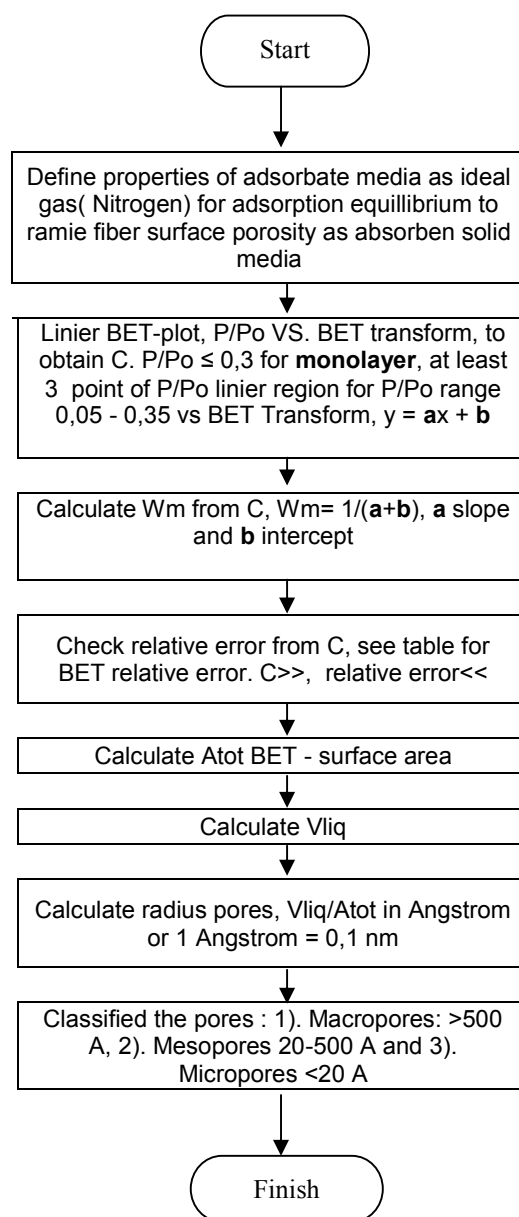
4.1 Bahan

Serat rami yang diperoleh dari hasil panen dan dekortikasi dari daerah Garut. Bahan serat dikenai perlakuan awal yakni pencucian dengan larutan alkali NaOH 5%. Serat dikeringkan di dalam oven listrik yang kemudian dihitung *moisture content* dan densitas. Selanjutnya serat dikenai perlakuan lanjut menggunakan media pelarut *ethanol*, *acetone* dan *silane (trimethoxymethyl)* dengan cara dicelup selama 1, 2 dan 3 jam. Serat hasil perlakuan disimpan di dalam *antimoisture-box* dengan kelembaban relatif dikontrol kurang dari 50%. Topografi permukaan serat diuji dengan prosedur *Brunnaeur Emmet Teller (BET)*.

4.2 Prosedur uji BET

Pengujian dilakukan di laboraturium Analisis dengan Instrumen (ADIN) di jurusan Teknik Kimia-UGM. Mesin yang digunakan dilengkapi software penganalisa yakni *High speed gas sorption analyser* versi 7.11 *Quantachrome instruments*. Serat yang akan diuji harus bebas dari air yakni dengan cara di vakum selama kurang lebih 10 jam. Hasil uji BET berupa grafik hubungan antara P/Po dan transformasi BET. Dari grafik tersebut hasil-hasilnya berupa luasan permukaan, ukuran-pori

dan volume total pori-pori dapat langsung diperoleh. Jika hasil grafik transformasi BET tidak menunjukkan respon linier maka harus dihitung minimal tiga titik hubungan P/Po dengan transformasi BET yang menunjukkan respon linier. Cara perhitungan adalah sebagai berikut.



Gambar 5. Diagram perhitungan ukuran pori-pori serat

Hasil perhitungan dikonfirmasi dengan harga konstanta BET-C yang menunjukkan kesalahan relatif dari respon P/P_0 dan transformasi BET. Harga konstanta BET-C ditabelkan berikut. Semakin tinggi harga C mengindikasikan semakin valid hasil pengukuran tersebut.

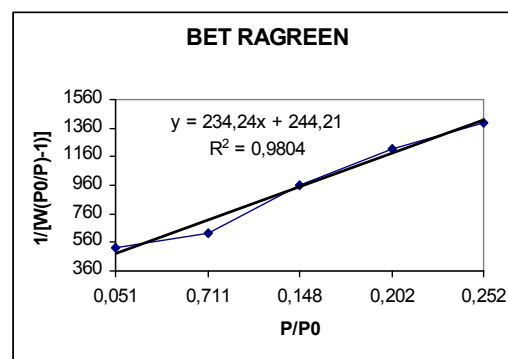
Tabel 2. Harga konstanta C-BET

Konstanta C	Kesalahan relatif (%)
1	70
10	19
50	4
100	2
1000	0,2
Tak terhingga	0

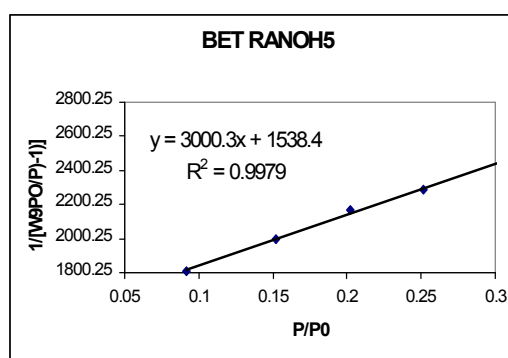
(Sumber: Quantachrome instrumens, HSGA ver. 7.11, hal. 67)

5. Hasil dan Pembahasan

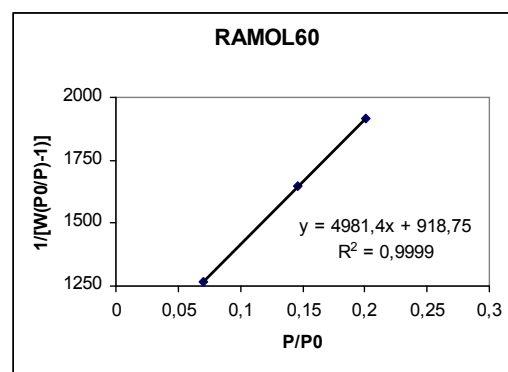
Hasil uji berupa linier *BET-plot* pengaruh lama perlakuan dan penggunaan media pelarut *ethanol*, *acetone* dan *silane* terhadap ukuran pori-pori, luas permukaan dan volume pori-pori spesifik menghasilkan grafik linier *BET-plot* tipikal serapan Nitrogen hingga kondisi saturasi pada tekanan relatif P/P_0 antara 0,05 – 0,35 Pa.



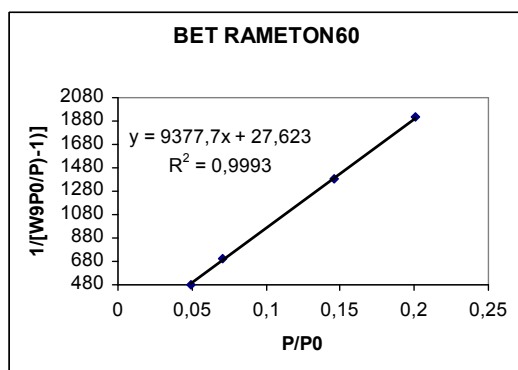
6(a) serat RAGREEN



6(b) Serat RANO5



6(c) Serat RAMOL60



6(d) Serat RAMETON60

Gambar 6. Linier *BET*- *plot* serat rami
untuk menentukan *slope* dan
intercept

Hasil perhitungan slope dan intercept diperoleh harga berat media adsorban W_m sekaligus dihitung luas permukaan spesifik dan volume spesifik pori-pori menggunakan persamaan (1) dan (2). Hasil perhitungan ditabelkan berikut ini.

Tabel 3. Hasil uji BET

JENIS SERAT	BET-C	HITUNG BET PORI2		Pore volume spk,	Surface area spk,
		Radius, Angstrom	Diameter, Angstrom	E-3 cc/g	m ² /g
RAGREEN	1,959	4,023	8,047	0,134	0,740
RANOH5	1,093	7,681	15,363	1,796	0,767
RAMEK60	2,810	22,698	45,397	3,720	3,928
RAMEK120	7,534	50,181	100,362	3,154	1,303
RAMEK180	19,385	34,526	69,052	0,638	0,383
RAMOL60	6,422	58,834	117,668	3,118	0,591
RAMOL120	1,985	25,375	50,750	2,439	1,052
RAMOL180	10,220	17,958	35,915	1,573	0,957
RAMETON60	340,489	65,723	131,447	2,228	0,370
RAMETON120	11,975	66,712	133,425	1,800	0,487
RAMETON180	13,841	28,017	56,035	1,325	0,980
RASILA60	15,940	9,786	19,571	1,800	3,019
RASILA120	1332,610	20,239	40,478	0,800	2,524
RASILA180	13,001	59,499	118,998	2,200	22,400

Tabel 3. Hasil uji BET menunjukkan harga konstanta BET yang memiliki kesalahan relatif kurang dari 2% adalah RAMETON60 dan RASILA120. RAMEK180, RAMOL180, RAMETON120, RAMETON180, RASILA60 dan RASILA180 memiliki kesalahan relatif pengukuran kurang dari 20%. Sedangkan serat RAGREEN, RANOH, RAMEK60, RAMEK120, RAMOL60 dan RAMOL180 mengindikasikan kesalahan relatif diatas 20%.

Ukuran diameter pori-pori dikelompokkan sebagai berikut:

1. mikroporous: RAGREEN, RANOH5 dan RASILA60
2. mesoporous: RAMEK60, RAMEK120, RAMEK180, RAMOL60, RAMOL120, RAMOL180, RAMETON60, RAMETON120, RAMETON180, RASILA120 dan RASILA180

3. makroporous: tidak ada.

Ukuran diameter relatif terbesar adalah RAMOL60, RAMETON60, RAMETON120 dan RASILA180. Menurut perhitungan Packham ukuran pori-pori serat diatas 100 Angstrom atau rata-rata 0,01 mikron dapat ditembus oleh matrik cair sampai kedalaman lebih dari 0,7 mikron (catatan: 1 nm = 10 Angstrom = 0,001 mikron). Struktur serat tunggal rami rata-rata memiliki ukuran diameter panampang melintang sebesar 28 mikron yang memungkinkan sekitar 2,5% kedalaman pori-pori dari ukuran diameter tersebut terisi matrik cair. Kemungkinan ini menghasilkan ikatan mekanis *interlock* antara serat dan matrik cair.

Prosedur BET ini mengasumsikan bahwa serat memiliki lapisan tunggal (*monolayer*) dan bentuk pori-pori adalah silinder sehingga kemungkinan jika serat memiliki susunan *multilayer* dan bentuk pori-pori tidak silinder maka berimbas pada hasil konstanta C yang rendah. Dengan prosedur yang sama, Bismarck dkk [9] mengasumsikan bahwa serat *flax*, *jute* dan *hemp* adalah *monolayer* dan *non-porous solid* dan hasilnya tidak

berbeda dengan rami tetapi dengan perlakuan alkali 10% menunjukkan peningkatan harga konstanta C dibandingkan dengan alkali 5%. Perbedaan harga konstanta C (antara 8 – 72) ditengarai juga akibat dekortikasi dan reaksi kimiawi yang terjadi di permukaan serat.

6. KESIMPULAN

Hasil uji BET untuk mengetahui dan membuktikan topografi permukaan serat rami disimpulkan bahwa rami memiliki tekstur permukaan yang beragam. Ukuran diameter pori-pori rami rata-rata dikategorikan dalam kelompok *mesoporous* yakni berkisar antara 20 – 500 Angstrom. Penetrasi matrik cair diprediksi mampu menembus pori-pori hingga kedalaman 0,7 mikron untuk menghasilkan ikatan mekanis *interlocking* di daerah *interfacial* serat-matrik. Meskipun beberapa hasil uji BET menunjukkan kesalahan relatif yang tinggi, hal ini disebabkan oleh kompleksitas permukaan serat yang belum diketahui apakah *monolayer* atau *multilayer* yang berkaitan dengan penetrasi media adsorbat sesuai prosedur BET yakni gas nitrogen yang harus mengalami kondensasi pada *monolayer* dengan tekanan relatif P/Po antara 0,05 - 0,3 pada kondisi vakum.

DAFTAR ACUAN

1. Y.Chen, L. Chiparus, I. Sun, D.V. Negulescu, T.A. Calamari. Natural Fibers for Automotive Nonwoven

- Composites, J.Industrial Textiles, vol. 35 no.. 47 (2005), Sage Publ
2. D.H. Muller, A. Krobjilowski. *New Discovery in the Properties of Composite Reinforced with Natural Fibers*, Journal of Industrial Textiles, vol.33, no.2 (2003) pp.111-130 Sage Publ.
3. M.N.Belgacem, A. Gandini. *The Surface Modification of Cellulose fibers for Use as Reinforcing in Composite materials*, Composite interfaces, vol.12 (2005) pp, 41-75, VSP publ.
4. Drzal, L.T. *Chemical, Physical and Mechanical Methods of Fiber-Matrix Adhesion and Interphase Characterization in Composite*, Electron Beam Curing Workshop (1999), Oak Ridge.
5. N.V Kolpachevskaya., V.M.Gorchakova,B.A. Izmailov, V.A. Batalenkova. *Development of Technology for High Strength Nonwoven Materials*, Fibre Chemistry, vol. 38, no.2 (2006). Springer Science
6. G.J Price, M.L.Pastor, A.N. Towo, M.P. Ansell, D. Packham. *Shear Strength at Sisal Fiber-Polyester Resin Interfaces: Use of Inverse Gas Chromatography to Study Pretreatment effects*, Composites interfaces, vol. 14, no. 14 (2007) VSP
7. Vick, C.B., *Adhesive Bonding of Wood Materials*, Wood Handbooks-Wood as Engineering Materials, Forest Products Laboratory, Madison, 1999,ch.9., pp.1-23.
8. [Gardner lecture notes, <http://www.umaine.edu/adhesion/gardner/>: tanggal akses 12 Januari 2004
9. [Adhesive Bonding <http://www.roymech.co.uk>, tanggal akses 8 Februari 2005.
10. Anon., Quantachrome Instruments, *High speed gas sorption analyzer, User manual book ver. 7.11*, pp.64-72, 2001.
11. A. Bismarck, I.A. Askargota, J. Springer, T. Lampke, B.Wielege, A. Stamboulis,, I. Shenderovich, H.Limbach, *Surface Characterization of flax, hemp and Cellulosic; Surface properties and the Water uptake Behavior*, Polymer Composites, vol. 23., no.5 (2002) ,pp. 872-894.
12. Mihranyan, A., *Engineering of Native Cellulose Structure for Pharmaceutical Application*, laporan disertasi, Uppsala Univ., ISBN 91-554-6130-1, Swedia. 2005
13. M. Rochery, I. Vroman, C. Campagne. *Coating of Polyester with Poly(dimethylsiloxane)-and Poly(tetramethylene oxide) based Polyurethane*, J.of Industrial Textiles, vol. 35, no.3 (2006) ,Sage Publ.