

SINTESIS POLIURETAN MELALUI POLIMERISASI LIGNIN ISOLAT DARI SERBUK KAYU JATI (*Tectona Grandis* L.f.) DENGAN TOLUENA DIISOSIANAT

Supran Hidayat Sihotang¹

¹Dosen Program Studi S-1 Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Tjut Nyak Dhien
Yayasan APIPSU Medan, Jalan Jambi N0.59 Medan 20232 Indonesia
Email: supran_hidayat@yahoo.com

Diterima 7 Januari 2018, disetujui untuk publikasi 15 Februari 2018

Abstrak Telah disintesis poliuretan melalui sistem LI-PEG dengan Toluena Diisosianat (TDI). Lignin Isolat (LI) hasil isolasi serbuk kayu jati dimanfaatkan untuk sintesis poliuretan dengan cara memvariasikan LI-PEG dalam 10 gram. Lignin isolat sebagai polioliol terlebih dahulu ditentukan bilangan hidroksinya. Selanjutnya poliuretan yang terbentuk dikarakterisasi dengan SEM-EDS. Hasil yang diperoleh dalam penelitian ini dikonfirmasi dengan melihat sifat morfologi permukaan poliuretan yang dianalisa dengan Scanning Electron Microscopy (SEM) menunjukkan permukaan poliuretan yang tidak rata akibat adanya butiran lignin isolat yang terdispersi dalam poliuretan.

Kata kunci :
Lignin, Poliuretan,
Toluen Diisosianat
(TDI), Serbuk Kayu
Jati, PEG

Pendahuluan

Poliuretan memiliki banyak manfaat, yaitu sebagai busa tempat tidur, sofa, asesoris mobil, serat, elastomer, dan pelapis (*coating*). Produk Poliuretan mempunyai bentuk yang beragam yaitu dari plastik elastomer linier lembut sampai busa termoset yang keras dan kaku. Sedangkan menurut Rohaeti, E. (2005) poliuretan dapat dijumpai pada berbagai bidang kehidupan. Di bidang otomotif, poliuretan dapat dijumpai sebagai komponen kendaraan yang meliputi bagian eksterior dan interior misalnya bumper, panel-panel *body*, dan tempat duduk. Di bidang kedokteran, poliuretan digunakan sebagai bahan pelindung muka, kantung darah, dan bahan tabung. Selain itu, poliuretan telah digunakan pula untuk furnitur, bangunan dan konstruksi, insulasi *tank* dan pipa, pabrik pelapis, alat-alat olah raga, serta sebagai bahan pembungkus. Poliuretan diturunkan dari dua jenis lignin, yakni lignin kraft, lignosulfonat dan molase (Hatakeyama, H.2005).

Salah satu sumber yang memiliki potensi yang dapat menyamai kualitas bahan perekat sintetik yang banyak digunakan dipasaran adalah perekat yang bahan asalnya dari lignin. Lignin merupakan polimer alam yang mempunyai gugus hidroksil lebih dari satu dimanfaatkan sebagai sumber polioliol yang akhirnya dapat berikatan secara baik dengan poliuretan yang linear (supri, 2004). Lignin mempunyai sifat pertukaran ion karena adanya berbagai macam gugus fungsi yang membuatnya menjadi substansi yang sangat aktif (Rudnitskaya, A. 2012). Carme (2008) telah membandingkan poliuretan berupa polioliol yang berasal dari tumbuhan dengan polioliol hasil sintesis dimana poliuretan yang polioliol dari tumbuhan lebih mudah hancur karena terjadi penurunan berat molekul yang lebih rendah. Sedangkan Gryglewicz (2003) telah melakukan pembuatan neo pentil glikol dan trimetilol propane sebagai polioliol ester yang berasal dari tumbuhan dan lemak hewan

dengan metode alkoholisis dimana dikarakterisasi dengan perbandingan kestabilan kondisi termal oksidasi yang lebih tinggi terhadap trigliserida dimana kestabilan kondisi termal oksidasi yang lebih tinggi bersal dari tumbuhan. Penentuan degradasi termal dari elastomer poliuretan didasarkan pada 4,4'-dipenilmetan diisosiyanat dalam atmosfer nitrogen pada 600°C (Rosu,D.2010). Stabilitas termal antara lignin-hidroksi lebih baik dari pada hanya menggunakan hidroksi saja pada pembuatan poliuretan (Sarkar,S.2001).

Dewasa ini penelitian tentang pemanfaatan lignin sebagai bahan dalam pembuatan perekat alam belum banyak menarik minat peneliti. Penelitian yang pernah dilakukan antara lain Interaksi perekat kayu dan fase morfologinya terhadap pembuatan perekat poliuretan (Ren,D. 2012). Rozman,H.D. (2004) membuat poliuretan menggunakan MDI dan PEG dengan berat molekul 200. Tay, G.S. (2011) membuat poliuretan menggunakan polioliol berbasis gliserol. Lase,E. (2009) mensintesis poliuretan melalui polimerisasi 4,4 difenil metana diisosiyanat dengan polioliol dari minyak jarak pagar.

Berdasarkan dengan uraian diatas, maka dalam penelitian ini dimanfaatkan serbuk gergajian kayu jati, karena di perkirakan serbuk gergajian kayu jati tersebut mengandung lignin yang dapat diisolasi dengan menggunakan metode klason, dimana lignin merupakan polimer alam yang mempunyai lebih dari dua gugus hidroksi permolekulnya digunakan sebagai sumber polioliol untuk sintesis poliuretan. Sehingga peneliti akan mensintesis poliuretan dengan mencampurkan lignin isolate dan Polietilen Glikol 1000 dengan memvariasikan jumlah lignin dan Polietilen Glikol 1000. Setelah terjadi campuran antara Lignin Isolat Polietilen Glikol (LI-PEG), maka akan direaksikan dengan Toluena diisosiyanat (TDI).

Kemudian diharapkan dalam penelitian ini penggunaan lignin isolat dari kayu jati yang ditambahkan Polietilen Glikol 1000 pada sintesis poliuretan dapat memperlihatkan karakteristik yang dihasilkan, sehingga dapat

memberikan informasi dan manfaat dalam bidang industri.

Metode Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk kayu jati diperoleh dari took panglong Citra Jaya Medan-Sumatera Utara, benzene diisosiyanat, benzena, asamsulfat, etanol, NaOH, asam asetat anhidrat, piridin.

Alat-alat yang dipergunakan berupa alat-alat kaca yang biasa dipergunakan di laboratorium, alat-alat gelas, mixer, neracaanalitis, ayakan 80 mesh, seperangkat alat *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS).

Preparasi Lignin Isolat dari Serbuk Kayu Jati

Serbuk kayu jati dikeringkan dan digiling, hasil gilingan dalam bentuk serbuk dengan ukuran 80 mesh. Ekstraksi dan isolasi dilakukan dengan menggunakan metoda Klason. Prosedur metoda Klason adalah :

1. Menimbang $1 \pm 0,1$ gram contoh kayu.
2. Mengekstraksi contoh kayu dengan etanol : benzena dengan perbandingan 1:2 selama 8 jam. Kemudian dicuci dengan etanol dan air panas lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C.
3. Memindahkan contoh kayu kedalam gelas piala 100 ml dan menambahkan asam sulfat 72% sebanyak 15 ml. Penambahan dilakukan secara perlahan-lahan di dalam bak perendaman sambil dilakukan pengadukan dengan batang pengaduk selama 2-3 menit.
4. Setelah terdispersi sempurna, menutup gelas piala dengan kaca arloji dan dibiarkan pada bak perendaman selama 45 menit dan sekali-kali dilakukan pengadukan.
5. Aquadest sebanyak 300-400 ml dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 1000 ml dan contoh dipindahkan dari gelas piala secara kuantitatif. Kemudian larutan diencerkan dengan aquadest samapai volume 575 ml sehingga konsentrasi H_2SO_4 3%.
6. Larutan dipanaskan sampai mendidih dan dibiarkan selama 1 jam dengan

- pemanasan tetap dan dapat digunakan pendingin balik.
7. Kemudian membiarkannya sampai endapan lignin mengendap sempurna.
 8. Larutan didekantasi dan endapan lignin dipindahkan secara kuantitatif ke cawan atau kertas saring yang telah diketahui beratnya.
 9. Endapan lignin dicuci sampai bebas asam dengan aquadest panas, kemudian diuji dengan kertas pH universal.
 10. Cawan masir atau kertas saring beserta endapan lignin dikeringkan dalam oven dengan suhu 105°C.
 11. Untuk cara ini rendemen lignin dihitung dengan persamaan dibawah ini,

$$\text{Rendemen Lignin} = \frac{\text{Berat Lignin}}{\text{Berat kayu kering}} \times 100\%$$

Kadar Kemurnian Lignin (Metoda Klason)

Ke dalam gelas piala ukuran 100 ml dimasukkan sebanyak 0,5 gram lignin yang telah dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 4 jam. Kemudian dilarutkan dengan 15 ml H₂SO₄ 72% dengan perlahan-lahan dan sambil diaduk dengan batang pengaduk selama 2-3 menit. Menutup dengan kaca arloji dan biarkan selama 2 jam. Hasil reaksi dipindahkan dalam labu erlenmeyer ukuran 500 ml. Diencerkan dengan aquadest sampai 400 ml, lalu direfluks selama 4 jam. Endapan lignin yang terbentuk disaring dengan kaca masir yang terlebih dahulu ditentukan beratnya dan dicuci dengan aquadest sampai bebas asam. Sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C dan ditimbang sampai berat konstan, kadar kemurnian lignin dapat dihitung dengan persamaan dibawah ini ;

$$\text{Kadar Lignin} = \frac{\text{Berat Sampel}}{\text{Berat kering lignin}} \times 100\%$$

Penentuan Bilangan Hidrosi Pada Lignin

Analisis ini dilakukan terhadap isolat lignin yang diisolasi dari kayu jati. Adapun cara kerja penentuan bilangan hidroksi adalah sebagai berikut.

1. Botol tahan tekanan dan panas disiapkan seperlunya untuk penentuan blanko dan sampel.
2. Dipipet 20 ml *reagent* asetilasi yang dibuat dengan mencampurkan 127 ml asam asetat anhidrat dengan 1000 ml piridin.
3. Dua buah botol disiapkan untuk penentuan blanko dan kedalam botol lain dimasukkan sejumlah sampel sebanyak 1 gram.
4. Botol-botol tersebut ditutup dan dikocok hingga sampel tersebut larut.
5. Masing-masing botol diletakkan pada posisi yang sesuai dalam penangas minyak pada suhu 98°C selama 1 jam (diusahakan minyak yang ditambahkan dalam *bath* sesuai dengan tinggi permukaan larutan dalam botol).
6. Botol – botol tersebut dikeluarkan dari *bath* dan dibiarkan hingga botol-botol itu dingin pada temperatur kamar.
7. Bilas dengan hati-hati larutan pada penutup botol, dibilas pada dinding *flask*, sekita 10-15ml aquadest.
8. Pada masing-masing botol ditambahkan potongan es yang bersih hingga sekitar setengahnya.
9. Setelah selesai didinginkan, tambahkan 2-3 tetes larutan indikator PP dan dititrasi segera dengan larutan NaOH yang terlebih dahulu distandarisasi hingga titik akhir titrasi yang ditandai oleh larutan berwarna *pink*.
10. Mencatat volume NaOH yang digunakan pada titrasi.

Untuk menghitung jumlah OH dari suatu resin poliol dalam sampel mengikuti persamaan di bawah ini;

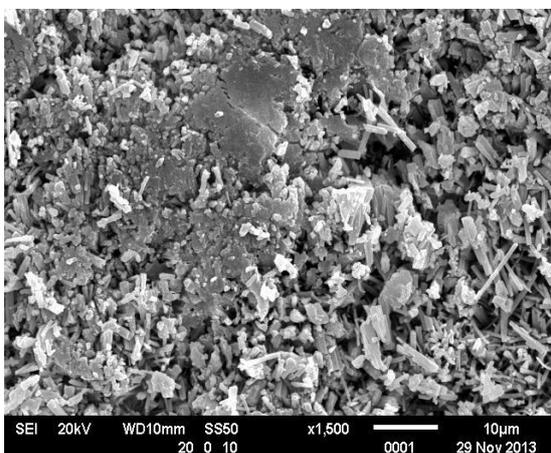
$$\text{Kandungan OH} = \frac{(B - A) N}{W} \times 40$$

Sebanyak 10 gram Lignin Isolat dari serbuk kayu jati dimasukkan kedalam gelas beaker 250 mL lalu ditambahkan Toluena diisosianat sebanyak 20 mL, campuran diaduk selama 15 menit pada suhu 40°C. Campuran tersebut kemudian dimasukkan kedalam cetakan, dan ditempatkan kedalam *Hot Compressor* pada suhu 40°C selama 20 menit. Hasil cetakan didinginkan pada suhu kamar, kemudian dari cetakan tersebut dikeluarkan untuk di uji. Perlakuan yang sama juga dilakukan pada pencampuran TDI : PEG 1000 : Lignin dengan variasi perbandingan (b/b/b) : 20:10:0 ; 20:8,0:2,0 ; 20:6,0:4,0 ; 20:4,0:6,0 ; 20:2,0:8,0 ; 20:0:10.

Hasil yang diperoleh kemudian dikarakterisasi untuk menentukan sifat-sifat termal dari poliuretan yaitu dengan Analisa sifat morfologi permukaan dengan uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

Hasil Penelitian dan Pembahasan

Analisa Sifat Morfologi dengan Uji *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS)



Gambar 1 Hasil Foto SEM-EDS dari Poliuretan Optimum dengan Perbesaran 1500 kali

Gambar 1 adalah Hasil Foto SEM-EDS Dari Poliuretan Optimum hasil reaksi Toluena Diisosianat (TDI), Polietilen Glikol, dan lignin isolat sebagai sumber polioliol (Perbandingan 20:0:10) dengan perbesaran 1500 kali menunjukkan bahwa permukaan dari

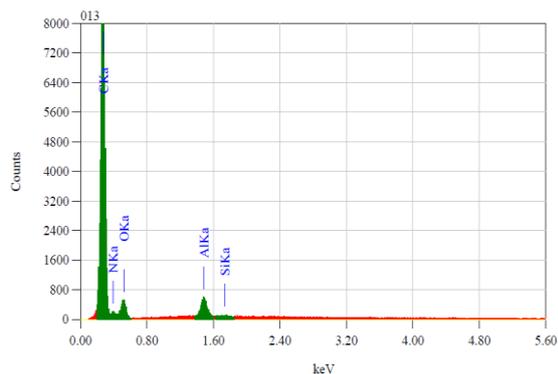
poliuretan tersebut yang tidak rata akibat adanya butiran lignin isolat serbuk kayu jati yang terdispersi dalam poliuretan hasil reaksi antara TDI, PEG, dengan Lignin. Butiran lignin tidak mengalami destrukturisasi selama reaksi polimerisasi. Selain itu, terjadi pengikatan antara permukaan butiran lignin dengan poliuretan hasil reaksi antara TDI, PEG, Lignin. Hal ini menjadi bukti terjadi pencangkakan lignin dengan poliuretan yang belum tercampur secara merata akibat terlalu cepat mengeras karena bereaksi dengan oksigen.

Dari foto SEM-EDS dapat dianalisa mikrostruktur dan analisa kuantitatif permukaan spesimen. Mikrostruktur poliuretan bersama komposisi kimia permukaan diperoleh dengan serentak, selanjutnya dibaca dalam bentuk grafik. Terdapat dua elemen yang mendominasi dalam komposisi poliuretan hal ini terlihat pada gambar 2 dimana banyak mengandung elemen C, dan N. Elemen-elemen ini adalah elemen utama dan berkonsentrasi tinggi selain elemen O, Al, dan Si, yang turut hadir. Elemen-elemen tersebut dapat dilihat dengan lengkap pada tabel 1.

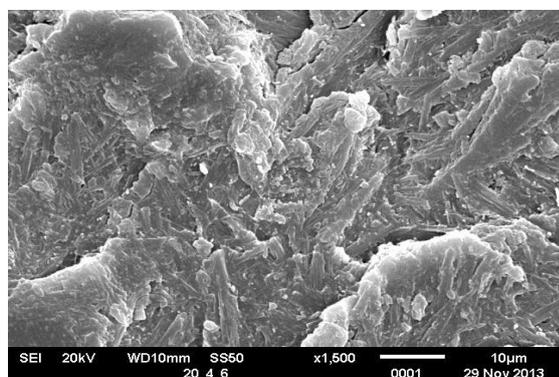
Dari tabel 1 dan gambar 2, kandungan utama poliuretan adalah C sebanyak 50,02%, N sebanyak 38,88%, O sebanyak 10,50%, Al sebanyak 0,57%, dan Si sebanyak 0,03%.

Tabel 1 Analisa Kuantitatif Poliureta Optimum dengan Uji SEM-EDS Perbesaran 1500 kali

Element	(keV)	Mass %	Erro r %	Atom %	K
C K	0.277	45.18	0.07	50.02	52.06 69
N K	0.392	40.96	1.63	38.88	41.49 80
O K	0.525	12.64	1.31	10.50	4.817 4
Al K	1.486	1.16	0.18	0.57	1.535 5
Si K	1.739	0.05	0.18	0.03	0.082 3



Gambar 2 Grafik Analisa Kuantitati Kandungan Utama Poliuretan Optimum Terhadap Range Energi dengan Uji SEM-EDS Perbesaran 1500 kali



Gambar 3 Hasil Foto SEM-EDS Dari Poliuretan Minimum Dengan Perbesaran 1500 kali

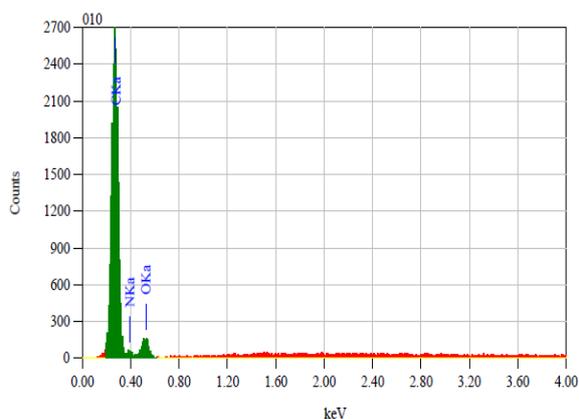
Gambar 3 adalah Hasil Foto SEM-EDS Dari Poliuretan Minimum hasil reaksi Toluena Diisosiyanat (TDI), Polietilen Glikol, dan lignin isolat sebagai sumber polioliol (Perbandingan 20:4:6) dengan perbesaran 1500 kali menunjukkan bahwa permukaan dari poliuretan tersebut yang kurang merata akibat masih adanya butiran lignin isolat serbuk kayu jati yang terdispersi dalam poliuretan hasil reaksi antara TDI, PEG, dengan Lignin. Butiran lignin tidak mengalami destrukurisasi selama reaksi polimerisasi. Selain itu, terjadi pengikatan antara permukaan butiran lignin dengan poliuretan hasil reaksi antara TDI, PEG, Lignin. Hal ini menjadi bukti terjadi pencangkokan lignin dengan poliuretan yang belum tercampur secara merata akibat terlalu cepat mengeras dan karena bereaksi dengan oksigen.

Dari foto SEM-EDS dapat dianalisa mikrostruktur dan analisa kuantitatif permukaan spesimen. Mikrostruktur poliuretan bersama komposisi kimia permukaan diperoleh dengan serentak, selanjutnya dibaca dalam bentuk grafik. Terdapat dua elemen yang mendominasi dalam komposisi poliuretan hal ini terlihat pada gambar 4 dimana banyak mengandung elemen C, dan N. Elemen-elemen ini adalah elemen utama dan berkonsentrasi tinggi selain elemen O, Al, dan Si, yang turut hadir. Elemen-elemen tersebut dapat dilihat dengan lengkap pada tabel 2.

Dari tabel 2 dan gambar 4, kandungan utama poliuretan adalah C sebanyak 48,43%, N sebanyak 39,20%, dan O sebanyak 12,37%.

Tabel 2 Analisa Kuantitatif Poliuretan Minimum dengan Uji SEM-EDS Perbesaran 1500 kali

Element	(keV)	Mass %	Erro r %	Atom %	K
C K	0.277	43.78	0.07	48.43	51.742
N K	0.392	41.32	1.53	39.20	42.674
O K	0.525	14.90	1.28	12.37	5.5835



Gambar 4 Grafik Analisa Kuantitatif Kandungan Utama Poliuretan Minimum Terhadap Range Energi dengan Uji SEM-EDS Perbesaran 1500 kali

Simpulan dan Saran

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan mengenai pembuatan poliuretan alam melalui polimerisasi Toluena diisosianat (TDI) dengan Lignin Isolat dari serbuk kayu jati (*Tectona Grandis L.f.*) dan Polietilen glikol, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :Lignin isolat hasil isolasi dari serbuk kayu jati (*Tectona Grandis L.f.*) memiliki rendemen 23,84%, kemurnian lignin sebesar 86% dan memiliki bilangan hidroksi 560 mmol/gr.

Dari foto SEM-EDS hasil reaksi Toluena Diisosianat (TDI), Polietilen Glikol, dan lignin isolat sebagai sumber polioliol (Perbandingan 20:4:6) dengan perbesaran 1500 kali menunjukkan bahwa permukaan dari poliuretan tersebut yang kurang merata akibat masih adanya butiran lignin isolat serbuk kayu jati yang terdispersi dalam poliuretan hasil reaksi antara TDI, PEG, dengan Lignin. Butiran lignin tidak mengalami destrukturisasi selama reaksi polimerisasi.

Diharapkan untuk penelitian selanjutnya pada pembuatan poliuretan menggunakan polioliol alam dari serbuk kayu jati menggunakan katalisator serta surfaktan untuk mempercepat reaksi pembentukan poliuretannya sehingga menghasilkan sifat-sifat yang baik.

Daftar Pustaka

- Carme, M. 2008. Characterisation Of Polyurethane Networks Based On Vegetable Derived Polyol. *Polymer*. 49 (2008) : 3279-3287.
- Gryglewicz, S. 2003. Preparation Of Polyol Esters Based On Vegetable And Animal Fats. *Bioresource Technology*. 87 (2003) : 35-39.
- Hatakeyama, H. 2005. Thermal And Mechanical Properties Of Polyurethane-Based Geocomposites Derived From Lignin And Molasses. *Composites Part A : Applied Science And Manufacturing*. 36 (2005) : 698-704.
- Lase, E. 2009. Sintesis Poliuretan Melalui Polimerisasi 4,4-Difenilmetana Diisosianat Dengan Senyawa Polioliol Yang Diturunkan Dari Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas Linn.*). [Tesis]. Medan : Universitas Sumatera Utara.
- Ren, D. 2012. Wood/Adhesive Interactions And The Phase Morphology Of Moisture-Cure Polyurethane Wood Adhesives. *International Journal Of Adhesion & Adhesives*. 34 (2012) : 55-61.
- Rohaeti, E. 2005. Kajian Tentang Sintesis Poliuretan dan Karakterisasinya. Yogyakarta : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta.
- Rudnitskaya, A. 2012. Electrochemical Impedance Study Of The Lignin-Derived Conducting Polymer. *Electrochimica Acta*. 76 (2012) : 69-76.
- Rosu, D. 2010. Investigations On The Thermal Stability Of a MDI Based Polyurethane Elastomer. *Journal Of Analytical and Applied Pyrolysis*. 89 (2010) : 152-158.
- Rozman, H. D. 2004. Polyurethane (PU)-Oil Palm Empty Fruit Bunch (EFB) Composites: The Effect Of EFBG Reinforcement In Mat Form And Isocyanate Treatment On The Mechanical Properties. *Polymer Testing*. 23 (2004) : 559-565.
- Sarkar, S. 2001. Thermal Stability Of Lignin-Hydroxy-Terminated Polybutadiene Copolyurethanes. *Polymer Degradation and Stability*. 73 (2001) : 169-175.
- Supri. 2004. Kolerasi Daerah Hard dan Soft Segment dan Indeks Ikatan Hidrogen (HBI) Pada Struktur Poliuretan (PU) Dari Segmen Campuran Lignin Isolat-Polietilena Glikol. *Jurnal Sains Kimia* Vol 8, No. 2, 2004: 48-49.
- Tay, G. S. 2011. Polyurethane Composites Derived From Glyserol And Molasses Polyols Filled With Oil Palm Empty Fruit Bunches Studies By TG And DMA. *Thermochimica Acta*. 525 (2011) : 190-196.