



## PRELIMINARY STUDIES OF SYNTHESIS POLYURETHANE MEMBRANE OF NYAMPLUNG SEED OIL (*Calophyllum inophyllum*) WITH HEXAMETHYLENE-1,6- DIISOCYANATE (HMDI)\*

Mutia Farida, Mustanir, Marlina\*

Program Studi Magister Kimia Pascasarjana Universitas Syiah Kuala  
Jalan Tgk. Chiek Pante Kulu No. 5 Darussalam Banda Aceh  
\*E-mail: marlina\_rachman@yahoo.com

**Abstract.** Nyamplung oil originated from Ujong Pancu, Aceh Besar is one of the vegetable oil sources which is not fully utilized yet. The extraction of nyamplung oil is done using soxhletation with n-hexane solvent; during this process, the oils produced is at the 55.55% levels. The product is in the form of yellowish green liquid with the density of 0.88gr/ml. The nyamplung oil extract has the iodine number of iod 83.53 mg iod/g and hydroxyl number of 64.292 mg KOH/gram which can be utilized as the raw material in making polyurethane membrane. Polyurethane membrane is synthesized by reacting fatty acids from nyamplung seed oil with hexamethylene-1,6-diisocyanate (HMDI). The ration of the oil towards HMDI is variated as, 5:1;5:3;5:5;5:7;5:9  $\frac{v}{w}$ . The membrane has a composition of 5:7  $\frac{v}{w}$  with 90-100 °C polymerization temperatures and 160°C curing temperature for 8 hours is hard, homogenous and quite elastic with a transparent brown colour.

**Keywords:** Minyak biji nyamplung, ekstraksi, bilangan hidroksil, heksametilen-1,6-diisiosianat (HMDI), membran poliuretan

### I. PENDAHULUAN

Teknologi membran telah menjadi topik hangat dalam beberapa tahun terakhir ini. Sehingga proses pembuatan membran terus dilakukan pengembangan baik itu dari bahan dasar sintetis ataupun dari bahan alam. Salah satu membran yang disintesis dari bahan alam adalah membran poliuretan. Poliuretan dapat disintesis dari berbagai bahan baku yang mengandung gugus hidroksil (-OH) baik mono maupun poli [1]. Poliuretan merupakan polimer termoset yang terbentuk dari reaksi antara senyawa diisiosianat dengan senyawa polifungsi yang mengandung sejumlah gugus fungsi hidroksil (poliol) [2]. Senyawa diisiosianat yang dapat digunakan dalam sintesis poliuretan adalah metilen-4,4-difenildiisiosianat (MDI), heksametilen-1,6-diisiosianat (HMDI) dan campuran toluen-2,4-diisiosianat dengan toluen-2,6-diisiosianat (TDI) [3,4]. Saat ini, industri poliuretan sangat tergantung pada minyak bumi karena bahan baku poliol dan isiosianat sebagian besar berasal dari petroleum. Namun, sumber daya fosil yang terbatas akan berkurang dalam beberapa generasi,

sehingga timbulah inisiatif untuk menggantikan sumber daya fosil dengan bahan-bahan terbarukan. Minyak nabati sumber daya terbarukan yang dapat digunakan sebagai bahan awal yang dapat diandalkan untuk mengakses produk-produk baru dengan beragam variasi struktural dan fungsional [5]. Pada tahun 2007, Marlina *et al*, mengembangkan membran poliuretan dari asam lemak bebas dan asam lemak teroksidasi yang berasal dari minyak jarak dengan 2,4-toluen diisiosianat (TDI). Selain minyak jarak, pembuatan membran poliuretan dapat dilakukan dengan menggunakan sumber-sumber yang mengandung gugus hidroksi dari bahan alam seperti minyak-minyak nabati lainnya. Salah satu tanaman yang berpotensi untuk dijadikan sumber minyak nabati pada sintesis poliuretan dan dalam pemanfaatannya tidak berkompetisi dengan kepentingan pangan adalah tanaman nyamplung (*Calophyllum inophyllum*). Bagian tumbuhan ini yang umum digunakan adalah kayunya untuk kebutuhan konstruksi, furniture, kapal, dan lain-lain. Getah dari

kulit kayunya bisa dijadikan obat, sedangkan biji buah nyamplung sering dianggap tidak berguna dan belum dimanfaatkan dengan baik, ternyata bijinya berpotensi menghasilkan minyak nabati, terutama biji yang sudah tua. Kernel *C. inophyllum* memiliki kandungan minyak yang sangat tinggi (75%) dan sebagian besar (71%) adalah asam lemak tak jenuh yaitu oleat dan linoleat [6]. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan digunakan minyak biji nyamplung untuk pembuatan membran poliuretan yang direaksikan dengan heksametilen-1,6-diisiosianat (HMDI) sebagai sumber -NCO. Heksametilen-1,6-diisiosianat (HMDI) yang merupakan senyawa isosianat rantai lurus yang biasa digunakan untuk pembuatan polimer poliuretan. Sebelumnya Marlina [3] telah melakukan sintesis membran poliuretan dengan TDI dan membran yang dihasilkan bersifat keras dan kaku. Penggunaan HMDI yang memiliki rantai lurus diharapkan dapat menghasilkan membran yang tidak terlalu keras dan kaku.

## II. METODOLOGI

Bahan-bahan yang digunakan adalah n-heksan sebagai pelarut, minyak biji nyamplung (*Callophylum inophyllum*), 1,6-heksametilen diisiosianat (HMDI) sebagai pereaksi, kloroform sebagai pelarut, aquadest, asam asetat, piridin sebagai pereaksi, fenoftalein (pp) sebagai indikator, KOH 0,1 N sebagai pereaksi, KI 15 %,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N, indikator amilum 1%.

### Ekstraksi minyak biji nyamplung

Buah nyamplung yang digunakan berasal dari ujung pancu kabupaten Aceh Besar, provinsi Aceh. Biji nyamplung dikeluarkan dari tempurung bijinya dan kemudian dikeringkan 5-7 hari sampai warnanya berubah menjadi merah kecoklatan. 1 kg buah nyamplung kering menghasilkan 600 gram biji nyamplung, setelah pengeringan berat biji nyamplung menjadi 400 gram. Selanjutnya biji nyamplung tersebut digiling sampai halus dalam bentuk serbuk, dan diekstraksi secara sinambung dengan Soxhlet menggunakan n-heksana sebagai pelarut pada suhu 80°C. Pemilihan n-heksana sebagai pelarut karena sifat n-heksana yang sangat non-polar sehingga cocok untuk mengekstrak minyak atau asam lemak dari bijinya [7]. Ekstrak kasar yang berisi minyak biji nyamplung dipisahkan dengan pelarut menggunakan rotary evaporatory, Rendemen minyak biji nyamplung yang diperoleh, ditentukan dengan persentase [8,9,10].

### Karakterisasi minyak biji nyamplung

**Bilangan iod :** Sampel ditimbang 0,03 gram, kemudian dimasukkan kedalam labu Erlenmeyer. Ditambahkan 10 mL kloroform dan 30 mL larutan

Hanus. Sampel disimpan selama 30 menit di tempat gelap. Setelah itu ditambahkan 10 mL larutan KI 15 % dan 100 mL aquadest. Dititrasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N sampai terjadi perubahan warna menjadi kekuning-kuningan. Ditambahkan 1-2 mL larutan amilum dan dititrasi kembali dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N sampai larutan berubah menjadi jernih. Cara yang sama dilakukan untuk blanko.

**Bilangan hidroksil (-OH):** Sampel minyak biji nyamplung sebanyak 2 gram ditambahkan 4 mL reagen asetilasi, kemudian dipanaskan sampai suhu 98°C selama 2 jam, didinginkan pada temperature kamar. Aquades ditambahkan sebanyak 6 mL, dibilas tutup dan dinding botol, kemudian dibiarkan selama 24 jam. Indikator pp 1% sebanyak 3-4 tetes ditambahkan dan dititrasi dengan larutan KOH 0,5 N.

### Pembuatan membran poliuretan

Larutan *dope* poliuretan dihasilkan dengan mereaksikan minyak biji nyamplung hasil ekstraksi dengan HMDI. Komposisi minyak biji nyamplung sebanyak 5 ml sebagai sumber -OH dan komposisi HMDI sebagai sumber gugus -NCO bervariasi 1,3,5,7,9 gram, waktu polimerisasi 60 menit serta temperatur polimerisasi 100°C. Untuk menghasilkan membran maka larutan *dope* dicetak (*casting*) di dalam cawan *petri disc* dan diberi tanda untuk batas ketebalan membran, kemudian *dicuring* dalam oven pada suhu 160°C selama 8 jam. Setelah lembaran membran terbentuk, maka dilepas dalam air yang mengalir [3].

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil sokletasi selama 4 jam diperoleh persen kadar minyak dari biji nyamplung sebesar 55,55 %. Minyak yang dihasilkan berwarna hijau kekuningan dan berbentuk cair dengan densitas 0,88 g/ml.

**Bilangan Iod.** Bilangan iod digunakan untuk mengukur ketidakjenuhan minyak. Semakin besar bilangan iod maka minyak tersebut semakin tidak jenuh. Minyak yang diperoleh dari ekstraksi biji nyamplung memiliki bilangan iod sebesar 83,53 mg iod/g minyak. Penentuan bilangan iod dilakukan dalam 3x pengulangan. Bilangan iod yang diperoleh cukup besar sehingga dapat disimpulkan asam lemak yang terkandung dalam minyak biji nyamplung sebagian besar asam lemak tak jenuh.

**Bilangan hidroksil (OH):** Penentuan bilangan OH juga dilakukan dalam 3x pengulangan dan diperoleh rata-rata bilangan OH 64,292 mg KOH/gram. Tingginya bilangan OH pada minyak biji nyamplung ini nantinya akan dimanfaatkan untuk mensintesis membran poliuretan.

Hasil polimerisasi minyak biji nyamplung dengan heksametilen-1,6-diisocianat (HMDI) diperoleh larutan dope poliuretan berwarna kuning dan sedikit kental. Tabel 1. menunjukkan bahwa komposisi HMDI mempengaruhi pembuatan membran poliuretan selama proses *curing*. Komposisi HMDI 1 gram menunjukkan membran yang dihasilkan masih berwujud cair, hal ini disebabkan karena masih banyak gugus -OH yang belum bereaksi dengan -NCO, sehingga untuk mendapatkan membran yang keras, sedikit elastis dan kering diperlukan komposisi HMDI yang lebih banyak karena bilangan OH pada minyak biji nyamplung cukup tinggi. Membran dengan komposisi 5:7 <sup>v</sup>/<sub>w</sub> menunjukkan hasil yang lebih bagus. Membran yang dihasilkan bersifat homogen, keras, sedikit elastis dan berwarna coklat transparan.

Tabel 1. Variasi komposisi HMDI pada pembuatan membran poliuretan

HMDI (gram)	Minyak (ml)	Suhu (°C)	Wkt (jam)	Keterangan visual membran
1	5	160	8	Homogen, cair, kuning kecoklatan
3	5	160	8	Homogen, tidak kering, mudah putus, kuning kecoklatan
5	5	160	8	Homogen, tidak kering, sedikit elastis, kuning kecoklatan
7	5	160	8	Homogen, sedikit keras, sedikit elastis, kering, coklat transparan
9	5	160	8	Tidak Homogen, keras, sedikit elastis, kering, coklat transparan

## KESIMPULAN

Minyak biji nyamplung yang berasal dari ujung pancu, Aceh Besar memiliki kandungan minyak sebesar 55,55 % berwarna hijau kekuningan dengan wujud cair, densitas 0,88 gr/ml, bilangan hidroksil

64,292 mg KOH/gram, dan bilangan iod sebesar 84.6 mg iod/gr minyak. Tingginya kadar bilangan OH dari minyak biji nyamplung dapat dimanfaatkan untuk mensintesis membran poliuretan. Membran dengan komposisi 5:7 <sup>v</sup>/<sub>w</sub> menunjukkan hasil yang lebih bagus. Membran yang dihasilkan bersifat homogen, keras, sedikit elastis dan berwarna coklat transparan.

## REFERENSI

- Ramanathan, L. S., Sivaran, S., Munmaya, K. M. (1999) Polyurethanes, *polymer data handbook*, Oxford University Press Inc., USA, 870 – 877.
- Nicholson, John W. (1997), *The Chemistry of Polymer*, Chambridge, UK.
- Marlina, 2007,. Pemanfaatan Asam Lemak Bebas Teroksidasi dari Minyak Jarak untuk Sintesis Membran Poliuretan, *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan* Vol. 6, No. 2, hal. 67-70, 2007 ISSN 1412-5064.
- Marlina, N. M. S., Radiman, C. L., Achmad, S. A, 2004, *Sintesis membran poliuretan dari asam lemak bebas teroksidasi dan tolulen diisocianat (TDI)*, Prosiding Seminar MIPA IV, Institut Teknologi Bandung, Bandung
- More, A. S., 2013. Novel fatty acid based diisocyanates towards the synthesis of thermoplastic polyurethanes, *European Polymer Journal* 49 (2013) 823–833
- Sanjid, A., Masjuki, H.H., Kalam, M.A., AshrafurRahman, S.M., Abedin, M.J., Palash, S.M., 2013, Impact of palm, mustard, waste cooking oil and *Calophyllum inophyllum* biofuels on performance and emission of CI engine , *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 27, 664–682.
- Faizal, M., 2009, Pengaruh Jenis Pelarut, Massa Biji, Ukuran Partikel Dan Jumlah Siklus Terhadap Yield Ekstraksi Minyak Biji Ketapang, *Jurnal Teknik Kimia*, No. 2, Vol. 16, Universitas Sriwijaya.
- Ong, H. C., Masjuki, H.H., Mahlia, T.M.I., Silitonga, A.S., Chong, W.T., Leong, K.Y., 2014, Optimization of biodiesel production and engine performance from high free fatty acid *Calophyllum inophyllum* oil in CI diesel engine, *Energy Conversion and Management* 81, 30–40.
- Atabani, A.E., César, A.S., 2014, *Calophyllum inophyllum* L. A prospectiven on edible biodiesel feed stock. Study of biodiesel production, properties, fatty acid composition, blending and engine performance, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 37, 644–655.
- Juwita, R. S dan Septiana. R., 2009. Pengambilan Minyak Biji Nyamplung melalui Proses Ekstraksi sebagai Bahan Bakar Alternatif. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.