

SINTESIS POLIOL LIGNIN ISOLAT DARI SERBUK KAYU JATI SEBAGAI BAHAN DASAR PEMBENTUKAN POLIURETAN DAN KARAKTERISASI MENGGUNAKAN FT-IR (*FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROSCOPY*)

Supran Hidayat Sihotang

Program Studi S1 Farmasi STIKes Imelda Medan

Article Info

Keywords:

Lignin
Polyurethane
Teak Wood Powder
Toluene Diisocyanate
Polyethylene Glycol

ABSTRACT

Polyurethane has been synthesized through the LI-PEG system with Toluene Diisocyanate (TDI). Lignin Isolate (LI) isolated from teak wood powder is used for polyurethane synthesis by varying the LI-PEG in 10 grams. The lignin of the isolate as a polyol is determined by its hydroxy number and characterized by FT-IR spectroscopy which shows the wave number in the 3448.72 cm⁻¹ absorption region which is the typical absorption of the OH range. Furthermore, the polyurethane formed was characterized by FT-IR. The results obtained in this study were confirmed by FT-IR spectroscopy, each FT-IR spectrum produced gave the appropriate spectrum, especially in the 3309.85 cm⁻¹ wavelength region which was the peak absorption of the NH group, 2276.00 cm⁻¹ is the peak of C = O from NCO, 1381.03 cm⁻¹ and 1296.16 cm⁻¹ are the peak of CN absorption, 1219.01 cm⁻¹ is the deformation of the CO group. This indicates that the urethane group has been formed from polyurethane.

This is an open access article under the [CC BY-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/) license.



Corresponding Author:

Supran Hidayat Sihotang,
Program Studi S1 Farmasi,
STIKes Imelda Medan,
Jl. Bilal No. 52 Kelurahan Pulo Brayan Darat I Kecamatan Medan Timur, Medan - Sumatera Utara.
Email: supran_hidayat@yahoo.com

1. INTRODUCTION

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 olahraga, 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 neopentil glikol dan trimetilol propana 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 daripada 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 difenilmetana diisosiyanat dengan polioliol dari minyak jarak pagar.

Berdasarkan dengan uraian diatas, maka dalam penelitian ini dimanfaatkan serbuk gergajian kayu jati, karena diperkirakan 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 isolat 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.

Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada peneltian ini adalah Apakah poliuretan dapat disintesis melalui polimerisasi Toluena diisosiyanat (TDI) dengan lignin yang diperoleh dari serbuk kayu jati dan penambahan Polietilen Glikol 1000 (PEG 1000) dan bagaimana perbandingan campuran lignin dari serbuk kayu jati dengan Polietilen Glikol 1000 (PEG 1000) untuk mensintesis poliuretan.

Tujuan Penelitian

Untuk mengetahui sintesis poliuretan melalui polimerisasi Toluena diisosiyanat (TDI) dengan lignin yang diperoleh dari serbuk kayu jati dan penambahan Polietilen Glikol 1000 (PEG 1000) dan untuk mengetahui perbandingan campuran lignin dari serbuk kayu jati dengan Polietilen Glikol 1000 (PEG 1000) untuk mensintesis poliuretan.

Manfaat Penelitian

Melalui hasil penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat:

1. Sebagai salah satu cara meningkatkan pemanfaatan hasil dari serbuk gergajian kayu jati.
2. Sebagai informasi bahwa kayu jati dapat digunakan sebagai sumber lignin dalam sintesis poliuretan yang dapat meningkatkan nilai tambah didalam industri.

2. RESEARCH METHOD

Bahan-bahan

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

Alat-alat

Alat-alat yang dipergunakan berupa alat-alat kaca yang biasa dipergunakan di laboratorium, alat-alat gelas, mixer, neraca analitis, ayakan 80 mesh, seperangkat alat *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR).

Cara Kerja

1. 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:

- Menimbang $1 \pm 0,1$ gram contoh kayu.
- 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 .
- 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.
- Setelah terdispersi sempurna, menutup gelas piala dengan kaca arloji dan dibiarkan pada bak perendaman selama 45 menit dan sekali-kali dilakukan pengadukan.
- 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%.
- Larutan dipanaskan sampai mendidih dan dibiarkan selama 1 jam dengan pemanasan tetap dan dapat digunakan pendingin balik.
- Kemudian membiarkannya sampai endapan lignin mengendap sempurna.
- Larutan didekantasi dan endapan lignin dipindahkan secara kuantitatif ke cawan atau kertas saring yang telah diketahui beratnya.
- Endapan lignin dicuci sampai bebas asam dengan aquadest panas, kemudian diuji dengan kertas pH universal.
- Cawan masir atau kertas saring beserta endapan lignin dikeringkan dalam oven dengan suhu 105°C .
- Untuk cara ini rendemen lignin dihitung dengan persamaan 1 dibawah ini

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

2. 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 H_2SO_4 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 2 dibawah ini ;

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

3. 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:

- Botol tahan tekanan dan panas disiapkan seperlunya untuk penentuan blanko dan sampel.
- Dipipet 20 ml *reagent* asetilasi yang dibuat dengan mencampurkan 127 ml asam asetat anhidrat dengan 1000 ml piridin.
- Dua buah botol disiapkan untuk penentuan blanko dan kedalam botol lain dimasukkan sejumlah sampel sebanyak 1 gram.
- Botol-botol tersebut ditutup dan dikocok hingga sampel tersebut larut.
- 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).
- Botol – botol tersebut dikeluarkan dari *bath* dan dibiarkan hingga botol-botol itu dingin pada temperatur kamar.
- Bilas dengan hati-hati larutan pada penutup botol, dibilas pada dinding *flask*, sekitar 10-15ml aquadest.
- Pada masing-masing botol ditambahkan potongan es yang bersih hingga sekitar setengahnya.
- 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*.
- Mencatat volume NaOH yang digunakan pada titrasi.

Untuk menghitung jumlah OH dari suatu resin polioliol dalam sampel mengikuti persamaan 3 dibawah ini:

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

4. Pembuatan Poliuretan Dengan Menggunakan Lignin Isolat Dari Serbuk Kayu Jati (*Tectona Grandis L.f.*)

Sebanyak 10 gram Lignin Isolat dari serbuk kayu jati dimasukkan kedalam gelas beaker 250 mL lalu ditambahkan Toluena diisiosianat 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.

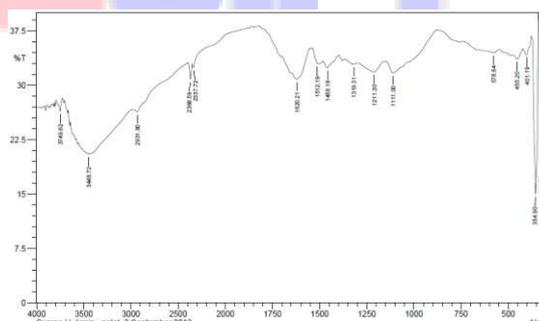
5. Karakterisasi Poliuretan

Hasil yang diperoleh kemudian dikarakterisasi untuk menentukan sifat-sifat termal dari poliuretan yaitu dengan Analisa gugus fungsi dengan uji *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR), Analisa sifat morfologi permukaan dengan uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM), Analisa sifat termal dengan uji *Differential Scanning Calorimeter* (DSC).

3. RESULTS AND ANALYSIS

Analisa Gugus Fungsi dengan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*

1. Analisa FT-IR Lignin Isolat Dari Serbuk Kayu Jati



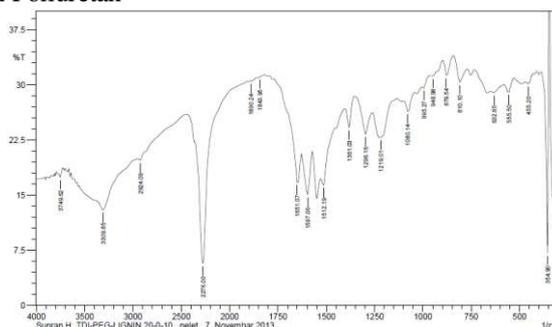
Gambar 1. Spektrum FTIR Lignin Isolat dari Serbuk Kayu Jati

Analisa dengan spektrum infra merah ini dilakukan dengan cara mengamati frekuensi-frekuensi yang khas dari gugus fungsi spektra FTIR pada sampel lignin isolat. Hasil spektra FTIR yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 1. Bilangan gelombang FTIR lignin isolat dapat dilihat pada tabel 1.

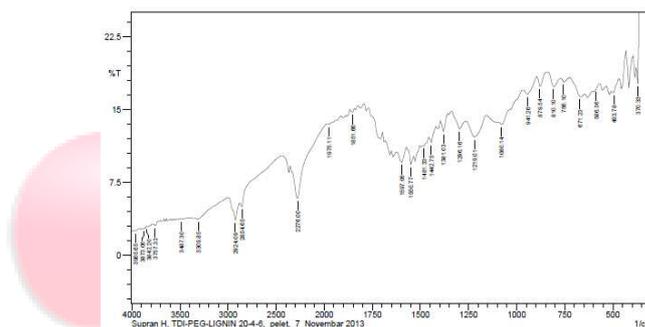
Tabel 1. Pita Serapan FTIR Lignin Isolat dari Kayu Serbuk Kayu Jati

Sampel	Kedudukan (cm ⁻¹)	Pita Serapan Asal
Lignin Isolat dari Serbuk Kayu Jati	3450-3400	Rentangan OH
	2940-2820	Rentangan metil dan metilen
	1715-1710	Rentangan C=O tak terkonjugasi
	1675-1660	Rentangan C=O terkonjugasi
	1605-1600	Vibrasi cincin aromatik
	1515-1505	Vibrasi cincin aromatik
	1470-1460	Deformasi C-H (asimetri)
	1430-1425	Vibrasi cincin aromatik
	1330-1325	Vibrasi cincin siringil
	1270-1275	Vibrasi cincin quaiasil
	1085-1030	Deformasi C-H ₂ C-O

2. Analisa FTIR Pembuatan Poliuretan



Gambar 2. Spektrum FTIR Poliuretan Pada Perbandingan TDI : PEG 1000 : LIGNIN = 20:0:10



Gambar 3. Spektrum FTIR Poliuretan Pada Perbandingan TDI : PEG 1000 : LIGNIN = 20:4,0:6,0

Hasil spektra FTIR yang dihasilkan pada pembuatan poliuretan pada gambar 2 dan dan gambar 3 dapat dilihat bilangan gelombang FTIR pada tabel 2.

Tabel 2. Pita Serapan FTIR Poliuretan

Sampel	Kedudukan (cm ⁻¹)	Pita Serapan Asal
Poliuretan	3295-3280	Gugus N-H terikat
	2940-2820	Rentangan metil dan metilen
	1715-1710	Rentangan C=O tak terkonjugasi
	1675-1660	Rentangan C=O terkonjugasi
	1605-1600	Vibrasi cincin aromatik
	1515-1505	Gugus amida CO-NR
	1470-1460	Deformasi C-H (asimetri)
	1430-1425	Vibrasi cincin aromatik
	1330-1325	Vibrasi cincin siringil
	1270-1275	Vibrasi cincin quaiasil
	1085-1030	Deformasi C-H ₂ C-O

Hasil karakterisasi terhadap poliuretan hasil sintesis dari reaksi polimerisasi TDI : PEG 1000 : LIGNIN pada semua perbandingan menunjukkan pita serapan pada daerah yang hampir sama terutama pada daerah pita serapan karakteristik. Spektrum polimerisasi poliuretan pada perbandingan TDI : PEG 1000 : LIGNIN = 20 : 0 : 10 (gambar 2) menunjukkan spektrum yang paling optimum. Sedangkan Spektrum polimerisasi poliuretan pada perbandingan TDI : PEG 1000 : LIGNIN = 20 : 4,0 : 6,0 (gambar 3) menunjukkan spektrum yang paling minimum dibanding spektrum yang lainnya.

4. CONCLUSION

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan mengenai pembuatan poliuretan alam melalui polimerisasi Toluena diisositanat (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.

Spektrum polimerisasi poliuretan pada perbandingan TDI : PEG 1000 : LIGNIN = 20 : 0 : 10 menunjukkan spektrum yang paling optimum, sedangkan Spektrum polimerisasi poliuretan pada

perbandingan TDI : PEG 1000 : LIGNIN = 20 : 4,0 : 6,0 menunjukkan spektrum yang paling minimum dibanding spektrum yang lainnya.

SARAN

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, dan dapat dilakukannya karakterisasi lanjutan untuk hasil yang lebih jelas.

REFERENCES

- Carme, M. (2008). Characterisation Of Polyurethane Networks Based On Vegetable Derived Polyol. *Polymer*, 49, 3279-3287.
- Gryglewicz, S. (2003). Preparation Of Polyol Esters Based On Vegetable And Animal Fats. *Bioresource Technology*, 87, 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, 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, 55-61.
- Rohaeti, E. (2005). *Kajian Tentang Sintesis Poliuretan dan Karakterisasinya*. Yogyakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta.
- Rosu, D. (2010). Investigations On The Thermal Stability Of a MDI Based Polyurethane Elastomer. *Journal Of Analytical and Applied Pyrolysis*, 89, 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, 559-565.
- Rudnitskaya, A. (2012). Electrochemical Impedance Study Of The Lignin-Derived Conducting Polymer. *Electrochimica Acta*, 76, 69-76.
- Sarkar, S. (2001). Thermal Stability Of Lignin-Hydroxy-Terminated Polybutadiene Copolyurethanes. *Polymer Degradation and Stability*, 73, 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, 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, 190-196.