

BIODEGRADASI POLIURETAN HASIL SINTESIS DARI MINYAK KEDELAI, POLIOKSIETILEN GLIKOL, DAN METILEN-4,4'-DIFENILDIISOSIANAT

Oleh
Eli Rohaeti dan Senam
Staf Pengajar FMIPA UNY

Abstract

The objective of research were to synthesize polyurethane from soybean oil, PEG400 and MDI, to determine the cross linking, and to learn the influence of incubation times toward degradability of polyurethane. Polyurethane was synthesized from soybean oil and oxydated soybean oil at room temperature followed by curing for 10 hours at 70 °C, and than at 100 °C for 3 hours. The synthesis was conducted with mass composition SBO/ OSBO : PEG400 : MDI = 1 : 2 : 3. Biodegradation was conducted by using microorganism in an actived sludge of malka medium at 37 °C. The variation of incubation times were 5, 10, 15, 20, 25, and 30 days, respectively with changes of media every 5 days. Characterizations of polyurethane were functional groups, cross linking, mass loss and biodegradability. The oxydated soybean oil has increased intensity of -OH functional group, hydroxyl number, density, melting and boiling point, otherwise the refraction index has decreased. The synthesized polyurethane has characteristic absorption of urethane functional group and cross link. The increasing of incubation time can decrease biodegradability of polyurethane. The mass loss of polyurethane from SBO-PEG400-MDI has the higher. Biodegradation can disappear urethane group and decrease crystallinity of polyurethane.

Key words: biodegradation, mass loss, crystallinity, polyurethane.

PENDAHULUAN

Minyak kedelai dapat diekstraksi dari biji kedelai (*Glycine max L*) dengan metode maserasi. Pelarut yang banyak digunakan dalam proses ekstraksi adalah etanol, heksana, etilen diklorida, aseton, isopropanol, dan metanol. Pelarut yang digunakan dalam penelitian ini adalah *n*-heksana teknis karena kadar minyak dalam biji kedelai kurang dari 25%, sehingga cara terbaik untuk mengekstraksinya adalah menggunakan pelarut yang mudah menguap seperti *n*-heksana. Minyak kedelai dipilih karena mengandung 85% asam lemak tidak jenuh Howard, 2002), terutama asam lemak linoleat yang

mengandung 2 ikatan rangkap C=C dalam strukturnya. Melalui oksidasi alkena menjadi 1,2-diol, satu ikatan rangkap C=C asam lemak linoleat dapat membentuk dua gugus hidroksil.

Proses oksidasi minyak kedelai merupakan proses pemecahan ikatan rangkap C=C pada asam lemak minyak kedelai dengan menggunakan oksidator. Pada penelitian ini oksidator yang digunakan adalah kalium permanganat (KMnO₄), karena ion permanganat (MnO₄⁻) dalam suasana basa dan dingin (25°C) dapat mengoksidasi ikatan-ikatan rangkap C=C menghasilkan glikol (Eli Rohaeti, dkk, 2004), yaitu senyawa yang

mempunyai dua gugus hidroksil terikat pada dua atom karbon berdampingan. Konsentrasi oksidator KMnO_4 dalam penelitian ini adalah 30% (m/v) karena merupakan konsentrasi optimum untuk mengoksidasi asam lemak pada minyak kedelai (Howard, 2002).

Poliuretan merupakan bahan polimer yang mempunyai ciri khas adanya gugus fungsi uretan (-NHCOO-) dalam rantai utama polimer (Hepburn, 1982; Eli Rohaeti, 2003). Gugus fungsi uretan dihasilkan dari reaksi antara senyawa yang mengandung gugus hidroksil (-OH) dengan senyawa yang mengandung gugus isosiinat (-NCO-). Poliuretan merupakan polimer termoset yang terbentuk dari reaksi antara senyawa diisosiinat dengan senyawa polifungsi yang mengandung sejumlah gugus fungsi hidroksil (poliol) (Hartomo, 1993; Hepburn, 1982). Sumber poliol yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak kedelai sebelum dan sesudah dioksidasi (*Soybean Oil*/ SBO dan *Oxydated Soybean Oil*/ OSBO), dan polioksietilen glikol massa molekul 400 (PEG400). Senyawa diisosiinat yang digunakan pada penelitian ini adalah metilen-4,4'-difenildiisosiinat (MDI) karena kereaktifannya yang tinggi. Senyawa diisosiinat komersial lainnya yang dapat digunakan dalam sintesis poliuretan adalah heksametilen-1,6-diisosiinat (HMDI) dan campuran tolilen-

2,4-diisosiinat dengan tolilen-2,6-diisosiinat (TDI) (Hepburn, 1982; Eddy Tano, 1997).

Poliuretan memiliki banyak kegunaan, diantaranya sekitar 70% digunakan sebagai busa, selebihnya sebagai bahan elastomer, lem dan pelapis. Busa poliuretan yang elastis digunakan sebagai isolator, termasuk laminat-laminat tekstil untuk pakaian musim dingin, panel pelindung pada mobil, kain pelapis, tempat tidur, dan karpet dasar spon sintetis, sedangkan busa yang keras digunakan dalam panel-panel konstruksi terisolasi, pengemasan barang-barang lunak dan untuk furnitur ringan (Hartomo, 1993; Hepburn, 1992; Eli Rohaeti, 2003). Selain itu, poliuretan digunakan sebagai bahan perekat logam, kayu, karet, kertas, kain, keramik, plastik polivinilklorida (PVC), penyambung tangki bahan bakar *cryogenic*, pelindung muka, dan kantong darah (Eli Rohaeti, 2003).

Penggunaan poliuretan akan terus meningkat mengingat keunggulan sifat dan pemakaiannya cukup praktis (Eli Rohaeti, 2003; 2004). Masalah yang timbul kemudian akibat peningkatan penggunaan poliuretan adalah makin bertumpuknya limbah poliuretan. Cara penanggulangan yang dianggap paling bersahabat dengan lingkungan dan tidak menimbulkan masalah baru adalah melalui biodegradasi, yakni perusakan poliuretan dengan cara biologis atau

menggunakan mikroorganisme tertentu sebagai pengurainya (Eli Rohaeti, 2004; 2004; Howard, 2002). Sumber mikroorganisme yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari lumpur aktif Instalasi Pengolahan air Limbah (IPAL) Bantul, Yogyakarta. Proses biodegradasi dilakukan selama 5, 10, 15, 20, 25 dan 30 hari dengan temperatur inkubasi 37°C dalam media malka padat. Selama proses biodegradasi, setiap 5 hari sekali dilakukan penggantian media dengan harapan agar mikroorganisme dalam lumpur aktif akan mendapatkan kembali keadaan yang kaya nutrisi dan dapat meningkatkan kembali aktivitasnya, sehingga diharapkan semakin banyak bagian rantai polimer yang akan terdegradasi. Keberhasilan proses biodegradasi poliuretan hasil sintesis oleh mikroorganisme dalam lumpur aktif dapat diketahui dengan membandingkan karakter poliuretan hasil sintesis sebelum dan sesudah dibiodegradasi meliputi analisis gugus fungsi dengan FTIR dan kristalinitas dengan XRD, kehilangan massa dan laju kehilangan massa (Eli Rohaeti, 2003; 2004).

Pada penelitian ini poliuretan disintesis terlebih dahulu, kemudian poliuretan hasil sintesis dibiodegradasi menggunakan lumpur aktif. Berdasarkan penelitian terdahulu menunjukkan bahwa biodegradasi dengan menggunakan lumpur aktif lebih efektif dari pada dengan *Pseudomonas aeruginosa*, hal

ini karena pada lumpur aktif banyak terkandung mikroorganisme yang dapat mendegradasi poliuretan (Eli Rohaeti, 2004; Howard, 2002).

METODE PENELITIAN

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu: FTIR 800 Shimadzu, refraktometer Atago, XRD merk DIANO, pemanas listrik, inkubator, termometer, corong pisah, *waterbath* EYELA, *rotary evaporator*, piknometer, neraca digital, pencatat waktu, *oven*, cawan petri, penyaring Buchner, autoklaf, kaca masir, *mechanical stirrer*, pompa vakum, laminar flow, dan alat-alat gelas lainnya. Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu: biji kedelai putih (*Glycine max L*), larutan *n*-heksana, metilen-4,4'-difenildiisosiyanat (E-merck), polioksietilen glikol 400 (E-merck), asam asetat anhidrida, etanol, kloroform, piridin, kristal kalium permanganat (KMnO₄), kristal natrium hidroksida (NaOH), kristal natrium sulfat anhidrat, kristal kalium hidoksida (KOH), kristal kalium bromida (KBr), kristal (NH₄)₂SO₄, kristal Na₂HPO₄, kristal NaH₂PO₄, kristal MgSO₄.7H₂O, kristal FeSO₄.7H₂O, lumpur aktif, *bacto* agar, indikator pp, dan akuades.

Percobaan yang dilakukan meliputi isolasi minyak kedelai dari biji kacang kedelai menggunakan *n*-heksana, oksidasi

minyak kedelai dengan larutan KMnO_4 30% (m/v), karakterisasi minyak kedelai sebelum dan sesudah oksidasi meliputi gugus fungsi, bilangan hidroksil, massa jenis, indeks bias, titik leleh dan titik didih minyak. Selanjutnya dilakukan polimerisasi poliuretan dengan prosedur sebagai berikut. Minyak kedelai, polioksietilen glikol massa molekul 400 (PEG 400), dan metilen-4,4'-difenildiisiosianat (MDI) dimasukkan ke dalam gelas kimia dengan massa masing-masing 2, 4, dan 6 gram, campuran diaduk dengan batang pengaduk pada temperatur kamar sehingga diperoleh poliuretan *preure*. Kemudian poliuretan *preure* dicetak di atas cawan petri. Lakukan proses *curing* dalam oven pada temperatur 70°C selama 10 jam, kemudian lanjutkan pada temperatur 100°C selama 3 jam. Langkah polimerisasi yang sama juga dilakukan untuk komposisi minyak kedelai teroksidasi, PEG 400, dan MDI.

Poliuretan hasil sintesis siap untuk dibiodegradasi. Pembuatan medium malka padat dan sterilisasi poliuretan dilakukan terlebih dahulu sebelum proses biodegradasi dalam media malka padat. Karakterisasi poliuretan sebelum dan sesudah biodegradasi meliputi analisis gugus fungsi dengan spektrofotometer FTIR, penentuan ikatan silang (*cross link*) melalui uji pengembungan, kehilangan massa, biodegradabilitas, dan kristalinitas.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada proses perendaman serbuk biji kedelai terjadi proses difusi dari dalam sel ke luar sel. Larutan *n*-heksana 60% akan menembus dinding sel dan masuk ke dalam rongga sel yang mengandung minyak kedelai. Minyak kedelai akan larut dan karena adanya perbedaan konsentrasi antara minyak kedelai di dalam sel dengan yang di luar sel, maka minyak kedelai di dalam sel (lebih pekat) akan didesak ke luar sel, sehingga terjadi difusi minyak kedelai dari dalam sel ke luar sel. Peristiwa tersebut berulang sehingga terjadi keseimbangan konsentrasi antara larutan di luar dan di dalam sel. Selanjutnya proses pemurnian minyak kedelai dilakukan dengan penyaringan menggunakan kertas saring untuk memisahkan ampas serbuk biji kedelai yang tersisa dilanjutkan dengan proses evaporasi pada temperatur 60°C . Minyak kedelai yang dihasilkan sebanyak 22,45% dari total serbuk biji kedelai, berupa cairan kental dan berwarna kuning jerami. Selanjutnya minyak kedelai yang dioksidasi dengan larutan KMnO_4 30% (m/v) dalam suasana basa pada temperatur 25°C (OSBO) berupa cairan kental berwarna kuning agak kecoklatan sebanyak 62%.

Untuk membandingkan daerah serapan spektrum SBO dan OSBO maka dibuat tabel korelasi perbandingan bilangan gelombang yang diperlihatkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan bilangan gelombang dari spektrum FTIR SBO dan OSBO

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Jenis Gugus Fungsi
SBO	OSBO	
722,91	722,47	Bengkokan keluar bidang =CH
-	-	Bengkokan keluar bidang =CH
-	-	C-O Ester
-	-	Rentangan P-O-C
1164,59	1164,58	C-O Ester
1237,15	-	Vibrasi rentangan P=O
1372,13	1371,53	Bengkokan Metil (CH ₃)
-	-	Vibrasi Bidang Guntingan =CH
1458,81	1458,95	Metilen (-CH ₂ -)
1653,74	1655,79	Rentangan C=C Alkana
1745,72	1745,19	C=O Ester
2361,08	2360,09	CO ₂
2856,59	2856,96	Rentangan Metilen (-CH ₂ -)
2927,27	2928,18	Rentangan CH ₃ Alkana
3008,70	3008,84	Rentangan =CH Alkena
3473,17	3473,05	O-H Alkohol

Adanya trigliserida dalam minyak kedelai didukung dengan adanya serapan pada 2855,54 cm⁻¹ dan diperkuat oleh serapan pada 1458,81 cm⁻¹ yang merupakan rentangan metilen (-CH₂-). Munculnya serapan metilen pada spektrum FTIR SBO selain membuktikan adanya struktur -CH₂- yang terikat pada atom O trigliserida juga membuktikan adanya metilen dari asam lemak yang terikat pada atom C trigliserida. Adanya serapan C-O ester pada bilangan gelombang 1164,59 cm⁻¹ dan serapan C=O ester dalam trigliserida terjadi pada 1745,72 cm⁻¹. Dengan demikian di dalam SBO terdapat gugus fungsi C-O ester, C=O ester dan -CH₂- yang merupakan penyusun struktur trigliserida.

Keberadaan asam lemak tidak jenuh dalam minyak kedelai dibuktikan dengan adanya serapan atom C berikatan rangkap (C=C) pada 1653,74 cm⁻¹, diperkuat adanya serapan sebelah kiri 3000 cm⁻¹ yaitu pada 3008,7 yang menunjukkan rentangan =CH-alkena. Adanya serapan kuat pada 2927,27 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus metil (CH₃ alkana) yang berada pada bagian ujung dari struktur trigliserida.

Minyak kedelai sebenarnya telah memiliki sedikit gugus fungsi OH yang terdapat dalam fosfolipid. Adanya fosfolipid dalam minyak kedelai hasil maserasi ditunjukkan oleh adanya serapan rentangan P=O pada bilangan gelombang 1237,15 cm⁻¹. Munculnya serapan pada 3473,17 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus hidroksil dan hal

ini menguatkan keberadaan lipositol yang merupakan senyawa fosfolipid yang terdapat dalam minyak kedelai hasil maserasi.

Adanya gugus-gugus fungsi dari minyak kedelai teroksidasi ditunjukkan oleh serapan C-O ester pada $1164,58 \text{ cm}^{-1}$, serapan C=O ester pada $1743,5 \text{ cm}^{-1}$ dan serapan pada $2856,96 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan rentangan -CH₂- (metilen) yang diperkuat dengan serapan pada $1458,95 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan adanya trigliserida yang mengikat asam lemak teroksidasi. Keberhasilan proses oksidasi ditunjukkan oleh absorbansi gugus OH OSBO lebih besar dibandingkan gugus OH SBO dan diperkuat dengan serapan vibrasi guntingan =CH pada $\sim 1415 \text{ cm}^{-1}$ yang

tidak muncul pada spektrum FTIR OSBO. Masih munculnya serapan C=C pada OSBO bahwa menunjukkan proses oksidasi tidak memutuskan semua ikatan rangkap dalam SBO. Hal ini juga diperkuat dengan intensitas serapan rentangan =CH SBO pada $\sim 3000 \text{ cm}^{-1}$ (sebelah kiri) yang lebih lemah.

Analisis kuantitatif dari spektrum FTIR dilakukan melalui penentuan absorbansi gugus OH dengan menggunakan metode *base line*. Tujuannya untuk mengoreksi kesalahan yang timbul akibat adanya overlap puncak absorbansi. Data absorbansi gugus OH ditunjukkan oleh Tabel 2, sedangkan data sifat fisika dan kimia lainnya ditunjukkan oleh Tabel 3.

Tabel 2. Absorbansi gugus OH spektrum FTIR SBO dan OSBO

No	Jenis Minyak	Bilangan Gelombang Gugus OH (cm^{-1})	Absorbansi
1	SBO	3473,17	0,0066
2	OSBO	3473,05	0,0167

Terjadi peningkatan absorbansi gugus OH dari 0,0066 pada SBO menjadi 0,0167 pada OSBO mengindikasikan keberhasilan proses oksidasi terhadap minyak kedelai. Keberhasilan proses oksidasi diperkuat oleh

adanya peningkatan bilangan hidroksil, massa jenis, titik leleh dan titik didih serta terjadinya penurunan indeks bias minyak kedelai.

Tabel 3. Sifat fisika – kimia SBO dan OSBO

Jenis Minyak	Bilangan Hidroksil (mg/g)	Massa Jenis (ρ), g.mL^{-1}	Indeks Bias (D)	Titik Leleh ($^{\circ}\text{C}$)	Titik Didih ($^{\circ}\text{C}$)
SBO	120,393	0,907	1,476	-15 – (-5)	105,7
OSBO	298,185	0,929	1,474	-14 – (-2)	134,7

Sifat fisik poliuretan hasil sintesis dari SBO/OSBO-MDI-PEG400 ditunjukkan pada Tabel 4. Analisis gugus fungsi masing-masing poliuretan hasil sintesis dari SBO-

PEG400-MDI dan poliuretan hasil sintesis dari OSBO-PEG400-MDI dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 4. Sifat fisik poliuretan hasil sintesis dari SBO/OSBO-MDI-PEG400

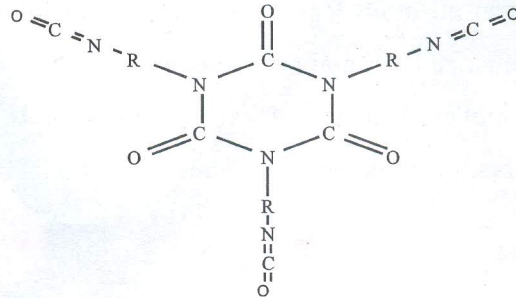
No	Pengamatan	Poliuretan	Sifat Fisik
1	Warna	PU A	Kuning muda
		PU B	Kuning kecoklatan
2	Sifat Padatan	PU A	Keras, sedikit elastic
		PU B	Keras, elastic
3	Permukaan	PU A	Kasar, sedikit mengkilap
		PU B	Halus, mengkilap

Keterangan: Poliuretan A (PU A) = SBO-PEG400-MDI, Poliuretan B (PU B) = OSBO-PEG400-MDI

Keberhasilan proses polimerisasi pembentukan poliuretan A ditunjukkan oleh serapan karakteristik adanya gugus C=O uretan pada 1742,15 cm^{-1} . Serapan 1000-1100 cm^{-1} ; dan 1100-1200 cm^{-1} yang merupakan serapan C-O uretan. Adanya serapan amida sekunder ditunjukkan pada daerah 1310,38 cm^{-1} , sedangkan serapan amina sekunder terjadi pada 3443,82 cm^{-1} .

Keberhasilan proses polimerisasi poliuretan B ditunjukkan dengan adanya serapan-serapan karakteristik gugus C=O uretan pada 1742,95 cm^{-1} dan serapan C-O uretan pada 1000-1100 cm^{-1} ; dan 1100-1200 cm^{-1} . serapan pada 1310,70 cm^{-1} yang merupakan serapan amida sekunder, sedangkan amina sekunder terjadi pada 3451,58 cm^{-1} . Adanya serapan pada 1459,80 cm^{-1} me-

nunjukkan keberadaan gugus allofanat pada poliuretan A. Serapan pada 1460,55 cm^{-1} menunjukkan keberadaan gugus allofanat pada poliuretan B. Poliuretan A dan poliuretan B memiliki ikatan silang allofanat. Keberadaan isosianurat pada poliuretan A dan B hasil sintesis dibuktikan dengan adanya serapan C=N dalam trimer karboimida (OC=NRN-CO) pada daerah 1231,13 cm^{-1} dan 1232,90 cm^{-1} . Dengan demikian poliuretan A dan poliuretan B hasil sintesis memiliki gugus isosianurat. Gugus isosianurat ini dapat terbentuk dari reaksi trimerisasi tiga gugus isosianat bebas dengan adanya pemanasan [2]. Proses pemanasan dapat terjadi pada saat proses *curing* pada waktu sintesis poliuretan. Rumus struktur isosianurat ditunjukkan oleh Gambar 1.



Tabel 5. Data bilangan gelombang spektrum FTIR poliuretan hasil sintesis

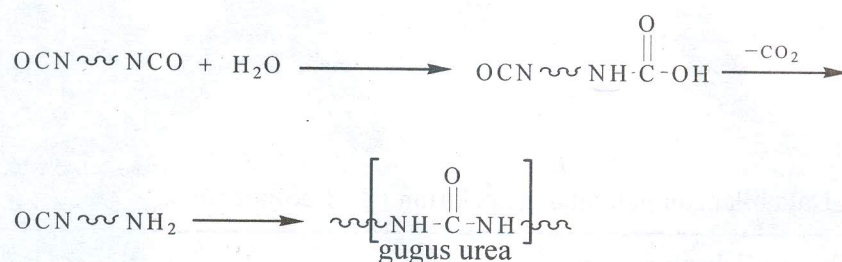
Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Jenis Gugus Fungsi
PU A (SBO – PEG400 – MDI)	PU B (OSBO – PEG400 – MDI)	
724,37	675,93	Bengkokan Keluar Bidang =CH
1000-1100	1000-1100	C-O Uretan
1100-1200	1100-1200	C-O Uretan
1231,13	1232,90	C=N dalam trimer karboimida
1310,38	1310,70	Amida Sekunder
1459,80	1460,55	C=O dalam Allofanat
1515,14	1512,85	C=C aromatis
1742,15	1742,95	C=O dalam Uretan
2250-2300	2250-2300	-NCO
2360,87	2360,65	CO ₂
2855,54	2855,71	Metilen (-CH ₂ -) Simetris
2925,90	2925,99	CH ₃ Alkana
3443,82	3451,58	Ulur N-H Sekunder

Keberadaan gugus isosiyanat bebas pada poliuretan A dan poliuretan B ditunjukkan oleh munculnya serapan dengan intensitas lemah pada daerah 2250 – 2300 cm⁻¹. Hal ini menandakan kemungkinan adanya gugus ujung isosiyanat (-NCO) pada struktur poliuretan hasil sintesis. Keberadaan gugus ujung isosiyanat dalam poliuretan hasil

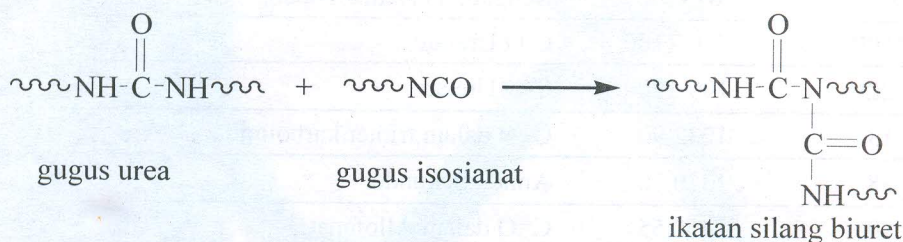
sintesis dapat bereaksi dengan air di atmosfer menghasilkan perpanjangan rantai melalui ikatan urea dengan melepaskan gas CO₂ (Gambar 2), gas CO₂ yang dihasilkan dalam reaksi tersebut dapat terjebak dalam poliuretan hasil sintesis. Hal ini dibuktikan dengan munculnya CO₂ pada daerah 2360,87 cm⁻¹ dan 2360,65 cm⁻¹. Gugus-gugus

isosianat dapat bereaksi dengan air atmosfer untuk memberikan perpanjangan rantai melalui ikatan urea dengan melepaskan gas CO₂ (Hepburn, 1982). Pembentukan ikatan

silang lebih lanjut dapat terjadi melalui reaksi antara gugus-gugus urea dengan isosianat sisa yang tidak bereaksi membentuk ikatan silang *Biuret* (Gambar 3).



Gambar 2. Reaksi antara ujung isosianat dengan air atmosferik



Gambar 3. Reaksi pembentukan ikatan silang *biuret*

Untuk memperkuat bahwa poliuretan berhasil disintesis dari SBO/OSBO-PEG400-MDI dapat dilakukan dengan cara membandingkan spektrum FTIR poliuretan hasil sintesis dengan spektrum FTIR poliuretan standar du Pont. Serapan FTIR PU A dan PU B menunjukkan adanya kemiripan serapan dengan serapan FTIR poliuretan standar Du Pont, terutama serapan pada daerah bilangan gelombang karakteristik poliuretan yaitu serapan ulur N-H sekunder, isosianat, cincin aromatis, allofanat, C=O uretan dan C=N dalam trimer karboimida. Sedikit perbedaan puncak-puncak serapan karakteristik antara

poliuretan hasil sintesis dengan poliuretan standar Du Pont dimungkinkan karena perbedaan jenis monomer yang digunakan dalam mensintesis poliuretan. Pada penelitian ini digunakan monomer berupa SBO, OSBO, PEG400 dan Senyawa diisosianat (MDI).

Poliuretan hasil sintesis ditentukan ikatan silangnya melalui uji derajat pengembangan. Hasil uji derajat pengembangan poliuretan hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 6. Semua poliuretan hasil sintesis mengembang ketika direndam dalam larutan kanji yang dibuktikan dengan derajat pengembangan bernilai positif. Hal ini

menunjukkan bahwa poliuretan A dan B memiliki ikatan silang. PU A memiliki derajat pengembangan lebih besar daripada PU B, hal ini menunjukkan bahwa PU A memiliki ikatan silang lebih sedikit daripada PU B. Banyaknya ikatan silang pada PU B juga

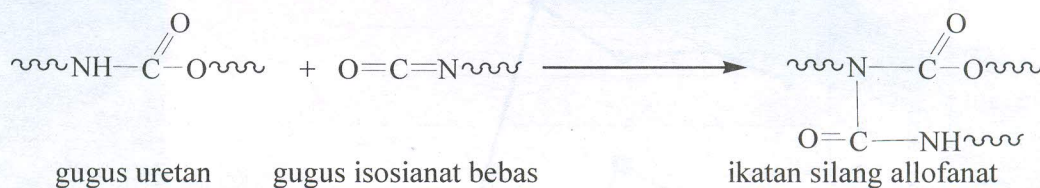
menunjukkan bahwa struktur polimer tersebut semakin kompleks, hal ini disebabkan PU B berasal dari sumber polioliol dengan gugus hidroksil lebih banyak yang dihasilkan dari oksidasi SBO sebelumnya.

Tabel 6. Derajat pengembangan poliuretan hasil sintesis

No	Poliuretan	Derajat Pengembangan (%)
1	PU A (SBO-PEG400-MDI)	2,083
2	PU B (OSBO-PEG400-MDI)	0,794

Ikatan uretan dapat berupa ikatan silang atau uretan yang berikatan silang atau ikatan silang antara uretan dengan isosiyanat bebas menghasilkan allofanat. Gugus uretan yang terbentuk dalam poliuretan dapat berikatan silang dengan isosiyanat bebas membentuk jaringan allofanat. Jaringan allofanat terbentuk melalui reaksi lebih lanjut antara gugus uretan dengan gugus isosiyanat

berlebih (-NCO sisa yang belum berikatan dengan OH membentuk uretan) melalui suatu reaksi adisi yang melibatkan nitrogen dari gugus uretan (Howard, 2002). Pembentukan allofanat dapat terjadi dengan bantuan panas, terutama panas pada saat proses *curing*. Reaksi pembentukan gugus allofanat dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Reaksi pembentukan gugus allofanat

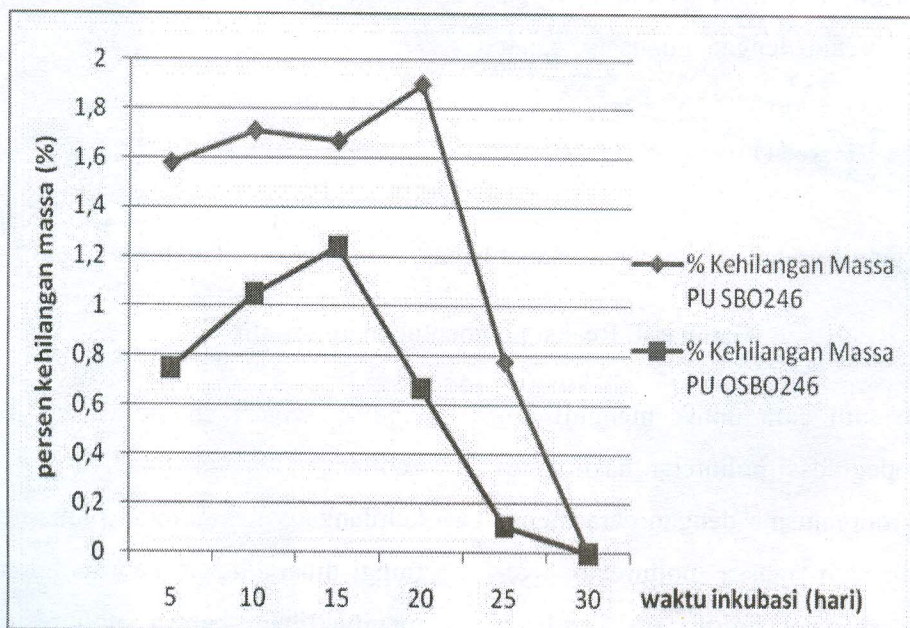
Salah satu cara untuk menguji kemudahan biodegradasi poliuretan hasil sintesis oleh mikroorganisme dengan cara menghitung kehilangan massa poliuretan. Kehilangan massa total poliuretan A adalah

7,64%, sedangkan poliuretan B memiliki kehilangan massa totalnya 3,82%. Persen kehilangan massa total poliuretan A lebih tinggi dibandingkan pada poliuretan B yang membuktikan bahwa poliuretan A lebih

mudah terbiodegradasi. Hal ini, disebabkan karena pada poliuretan A memiliki jumlah ikatan silang lebih sedikit dibandingkan pada poliuretan B, sehingga mikroba lebih mudah untuk mendegradasi struktur utama poliuretan A, yang dibuktikan juga menghilang dan melemahnya intensitas serapan beberapa gugus fungsi spektrum FTIR poliuretan A. Selain itu, karena poliuretan A memiliki derajat kristalinitas lebih rendah daripada poliuretan B, sehingga mikroba lebih mudah mendegradasi poliuretan A.

Berdasarkan data perubahan massa poliuretan sesudah biodegradasi dapat dibuat grafik hubungan antara kehilangan massa poliuretan dengan lama biodegradasi, seperti terlihat pada Gambar 5. Poliuretan dari SBO-PEG400-MDI (PU A) memiliki persen kehilangan massa paling tinggi pada hari ke-20,

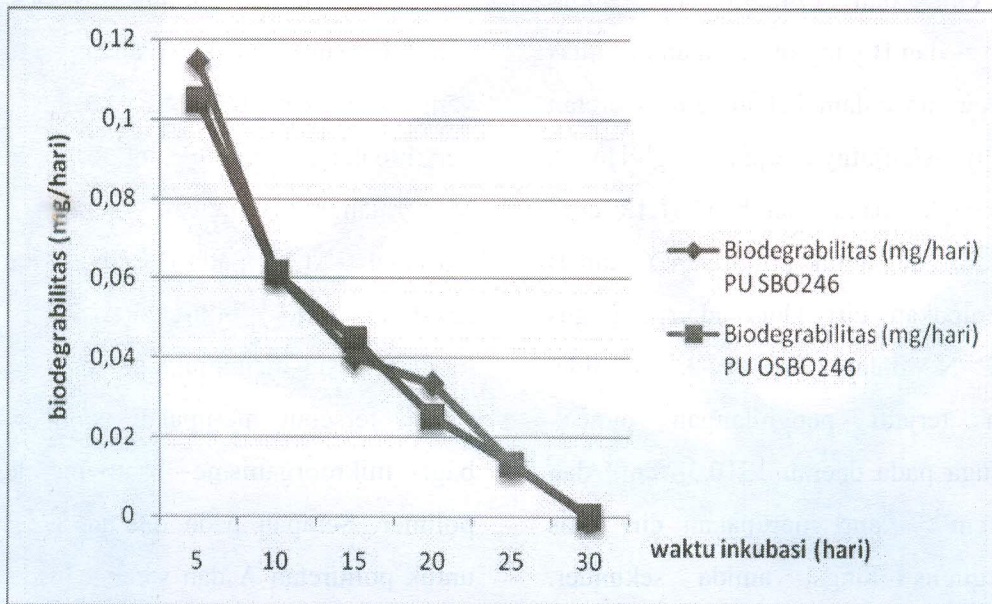
sedangkan poliuretan dari OSBO-PEG400-MDI (PU B) memiliki persen kehilangan massa paling tinggi pada hari ke-15. Hal tersebut dimungkinkan karena jenis dan aktivitas bakteri dalam lumpur aktif sangat bervariasi seiring waktu inkubasi, selain itu juga bisa disebabkan adanya perbedaan struktur dari kedua jenis poliuretan, poliuretan B memiliki jumlah ikatan silang lebih banyak, juga derajat kristalinitasnya lebih tinggi, sehingga mikroba dalam lumpur aktif membutuhkan waktu lebih lama untuk mendegradasi poliuretan B dibandingkan dengan poliuretan A yang memiliki jumlah ikatan silang lebih sedikit. Banyaknya jumlah ikatan silang dan tingginya kristalinitas poliuretan B menyebabkan mikroba lebih sulit untuk mendegradasi struktur utama poliuretan tersebut.



Gambar 5. Grafik hubungan antara kehilangan massa poliuretan dengan lama biodegradasi

Grafik hubungan antara laju kehilangan massa poliuretan hasil sintesis dengan lama biodegradasi dapat dilihat pada Gambar 6. Berdasarkan grafik hubungan antara biodegradabilitas poliuretan hasil sintesis dengan lama biodegradasi, dapat diketahui bahwa poliuretan dari SBO-PEG400-MDI (PU A) dan poliuretan dari OSBO-PEG400-MDI (PU B) memiliki biodegradabilitas paling tinggi pada hari ke-5 biodegradasi, selanjutnya kurva mengalami penurunan

demikian seterusnya. Biodegradabilitas (laju kehilangan massa) semakin rendah seiring dengan bertambahnya waktu inkubasi, ini menjadi petunjuk bahwa semakin lama waktu inkubasi aktivitas mikroorganisme dalam proses biodegradasi semakin rendah. Hal ini terlihat pada proses biodegradasi hari ke-30 untuk kedua poliuretan tersebut yang memiliki nilai biodegradabilitasnya nol, berarti tidak terjadi aktivitas mikroorganisme dalam mendegradasi poliuretan.



Gambar 6. Grafik hubungan antara biodegradabilitas (laju kehilangan massa) poliuretan hasil sintesis dengan lama biodegradasi

Analisis gugus fungsi masing-masing poliuretan tersebut sesudah dibiodegradasi ditunjukkan dengan tabel korelasi bilangan

gelombang pada Tabel 7. Derajat kristalinitas kedua jenis poliuretan sebelum dan sesudah dibiodegradasi seperti terlihat pada Tabel 8.

Tabel 7. Bilangan gelombang spektrum FTIR poliuretan sesudah dibiodegradasi

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Jenis Gugus Fungsi
PU A	PU B	
590,73	592,11	Bengkokan keluar bidang =CH
875,19	874,98	C=O Ester dalam Allofanat
1433,38	1433,77	C=O dalam Allofanat
1639,68	1639,69	C=C Aromatis
-	2358,48	CO ₂
3460,70	3461,60	Ulur N-H Sekunder

Sesudah biodegradasi terjadi penghilangan puncak serapan pada daerah 1742,15 cm⁻¹ dan 1742,95 cm⁻¹ untuk poliuretan A dan B yang merupakan ciri khas suatu poliuretan dalam hal ini gugus uretan (-NHCOO). Selanjutnya terjadi penghilangan puncak serapan pada daerah 1231,13 cm⁻¹ dan 1232,90 cm⁻¹ untuk poliuretan A dan B yang merupakan ciri khas adanya gugus fungsi C=N dalam trimer karboimida, kemudian terjadi penghilangan puncak serapan juga pada daerah 1310,38 cm⁻¹ dan 1310,70 cm⁻¹ yang merupakan ciri khas adanya gugus fungsi amida sekunder. Hilangnya puncak gugus uretan, C=N dalam trimer karboimida dan amida sekunder pada poliuretan A dan B menjadi petunjuk bahwa gugus fungsi tersebut telah dihidrolisis dan menjadi sumber nutrisi bagi mikroorganisme.

Pada daerah 2358,48 cm⁻¹ muncul serapan dengan intensitas yang lebih lemah daripada poliuretan B sebelum dibiodegradasi. Hal ini disebabkan hilangnya

sebagian gugus CO₂ yang terperangkap dalam poliuretan B sesudah dibiodegradasi, sedangkan untuk poliuretan A terjadi penghilangan puncak serapan gugus CO₂ yang mungkin terbebas seiring dengan bertambahnya waktu inkubasi polimer. Menghilangnya puncak serapan gugus isosianat (-NCO) pada daerah sekitar 2250-2300 cm⁻¹ untuk poliuretan A dan B setelah biodegradasi menunjukkan bahwa gugus fungsi tersebut merupakan sumber nutrisi bagi mikroorganisme saat mendegradasi polimer. Serapan pada daerah 875,19 cm⁻¹ untuk poliuretan A dan serapan pada daerah 874,98 cm⁻¹ untuk poliuretan B menunjukkan masih adanya gugus C=O ester dalam allofanat pada kedua jenis poliuretan setelah dibiodegradasi. Begitu juga dengan adanya serapan pada daerah 1639,68 cm⁻¹ dan 1639,69 cm⁻¹, masing-masing untuk poliuretan A dan B menunjukkan masih adanya gugus fungsi C=C aromatis (berasal dari MDI) dalam kedua jenis poliuretan

setelah dibiodegradasi. Adanya intensitas serapan gugus fungsi C=O ester dalam allofanat dan peningkatan absorbansi C=C aromatis pada kedua poliuretan sesudah dibiodegradasi mengindikasikan bahwa telah terjadi pemutusan rantai utama pada kedua poliuretan tersebut. Hal ini didukung pula oleh melebar dan bertambahnya intensitas serapan ulur N-H sekunder pada daerah $3460,70\text{ cm}^{-1}$ dan $3461,60\text{ cm}^{-1}$ bagi kedua jenis poliuretan tersebut setelah dibiodegradasi. Meningkat dan melebarnya serapan ulur N-H sekunder menunjukkan bahwa terjadi pemutusan di daerah gugus fungsi uretan menjadi gugus amina.

Berdasarkan difraktogram XRD poliuretan A dan B sebelum dan sesudah dibiodegradasi dapat diketahui pengaruh

biodegradasi terhadap perubahan intensitas daerah kristalin dan amorf poliuretan hasil sintesis, meskipun kesemua difraktogram menunjukkan bentuk yang sama, akan tetapi difraktogram kedua jenis poliuretan setelah dibiodegradasi menunjukkan penurunan intensitas yang signifikan pada daerah kristalin dan amorf. Poliuretan B memiliki nilai derajat kristalinitas lebih tinggi daripada poliuretan A, ini menunjukkan bahwa molekul poliuretan B memiliki bagian kristalin yang teratur lebih banyak dibandingkan dengan molekul poliuretan A. Semakin tinggi tingkat keteraturan poliuretan maka semakin sulit polimer tersebut untuk terbiodegradasi oleh mikroorganisme yang ada dalam lumpur aktif.

Tabel 8. Kristalinitas poliuretan hasil sintesis sebelum dan sesudah biodegradasi

No	Poliuretan	Rata-rata kristalinitas (%)	
		Sebelum biodegradasi	Sesudah biodegradasi
1	PU A (SBO-PEG400-MDI)	33,73	27,68
2	PU B (OSBO-PEG400-MDI)	35,13	28,09

Berdasarkan Tabel 8, biodegradasi dapat menurunkan kristalinitas kedua jenis poliuretan. Apabila diamati dan dilakukan perhitungan kehilangan intensitas baik daerah kristalin maupun daerah amorf menunjukkan bahwa setelah proses biodegradasi mengalami penurunan intensitas yang signi-

fikan. Bagian kristalin mengalami penurunan intensitas lebih tinggi daripada bagian amorf. Hal ini menjadi bukti bahwa bagian kristalin dan amorf diserang oleh mikroorganisme dan penyerangan mikroorganisme lebih banyak terhadap bagian kristalin. Hal ini dapat disebabkan pada bagian kristalin lebih

banyak terdapat gugus yang mudah diserang oleh mikroorganisme. Terjadinya penurunan intensitas pada daerah kristalin dan amorf untuk kedua jenis poliuretan setelah dibiodegradasi, keadaan ini dapat menjadi petunjuk bahwa beberapa gugus fungsi, seperti -NCO, -NHCOO, dan C=N dalam trimer karboimida berada pada daerah kristalin dan amorf (Hatakeyama, 1995). Dengan demikian mikroorganisme akan menyerang polimer poliuretan yang mengandung gugus uretan, isosianat, dan gugus lainnya, walaupun gugus-gugus tersebut menempati bagian kristalin akibatnya kristalinitas poliuretan menurun.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian menunjukkan bahwa keberhasilan proses oksidasi minyak kedelai dibuktikan oleh nilai absorbansi gugus hidroksil pada spektrum FTIR OSBO, bilangan hidroksil, massa jenis, titik leleh dan titik didih minyak mengalami peningkatan setelah dioksidasi sedangkan indeks bias minyak kedelai setelah dioksidasi mengalami penurunan. Poliuretan dapat disintesis dari SBO dan OSBO dengan penambahan PEG400 dan MDI ditunjukkan oleh serapan khas poliuretan pada daerah $1742,15 \text{ cm}^{-1}$ dan $1742,95 \text{ cm}^{-1}$. Poliuretan hasil sintesis dari SBO-PEG400-MDI dan OSBO-PEG400-MDI memiliki ikatan silang.

Poliuretan dari OSBO-PEG400-MDI memiliki ikatan silang lebih banyak. Keberhasilan biodegradasi dalam lumpur aktif dibuktikan dengan berkurangnya massa polimer seiring waktu inkubasi, meskipun dengan biodegradabilitas berbeda. Poliuretan hasil sintesis dari SBO-PEG400-MDI memiliki total kehilangan massa lebih tinggi. Poliuretan hasil sintesis setelah proses biodegradasi mengalami penurunan kristalinitas.

DAFTAR PUSTAKA

- Dwi Destiawan, 2006, "Pengaruh variasi komposisi minyak kedelai teroksidasi dan metilen-4,4'-difenildiiisosianat (MDI) terhadap ikatan silang poliuretan", *Skripsi*, FMIPA UNY, Yogyakarta.
- Eddy Tano, 1997, "Pedoman membuat perekat sintetis", P.T. Rineka Cipta, Jakarta.
- Eli Rohaeti, N.M.Surdia, Cynthia L. Radiman dan E. Ratnaningsih, 2003, "Pengaruh jenis poliol terhadap pembentukan poliuretan dari monomer PEG1000 dan MDI", *PROC.ITB Sains & Tek.*, volume 35, nomor 2, pp. 97 - 109.
- Eli Rohaeti, 2003, "Pengaruh variasi berat molekul polietilen glikol terhadap sifat mekanik poliuretan", *Jurnal Matematika dan Sains*, volume 8, nomor 2, pp. 63 - 66.
- Eli Rohaeti, N.M. Surdia, Cynthia L. Radiman dan E. Ratnaningsih, 2003, "Pengaruh variasi komposisi amilosa terhadap kemudahan biodegradasi poliuretan", *Jurnal Matematika dan Sains*, volume 8, nomor 4, pp. 157 - 161.

- Eli Rohaeti, N.M.Surdia, Cynthia L. Radiman dan E. Ratnaningsih, 2004, "Biodegradasi poliuretan hasil sintesis dari amilosa-PEG400-MDI menggunakan lumpur aktif", *Jurnal Matematika dan Sains*, volume 27, nomor 3, pp. 235 - 241.
- Eli Rohaeti, N.M.Surdia, Cynthia L. Radiman dan E. Ratnaningsih, 2004, "Pengaruh dua macam perlakuan mikroorganisme terhadap kemudahan degradasi poliuretan hasil sintesis dari monomer polietilen glikol berat molekul 400 dengan metilen-4,4'-difenildiisosiinat", *PROC.ITB Sains & Tek.*, volume A36, nomor 1, pp. 1 - 9.
- Hartomo, A.J., 1993, "Dasar-dasar profesi politeknik pemrosesan polimer praktis", Andi Offset, Yogyakarta.
- Hepburn, C., 1982, "Polyurethane elastomers", Applied Science Publisher, London and New York.
- Howard, G.T., 2002, "Biodegradation of polyurethane : a review", *International Biode- terioration and Biodegradation*, volume 49, pp. 245 - 252.
- Hatakeyama, H., S. Hirose, T. Hatakeyama, K. Nakamura, K. Kobayashi and N. Morohoshi, 1995, "Biodegradable Polyurethanes from Plant Component", *Journal Pure Applied Chemistry*, volume A32, nomor 4, pp. 743 - 750.