

KAJIAN STRUKTUR AWAL *POLY(URETHANE-UREA)-g-ZEIN/FLY ASH (PUU-g-Z/FA)* SEBAGAI MATERI PENGAYA PERKULIAHAN KIMIA MATERIAL

Mohammad Masykuri¹ dan Sarwanto²

¹Program Studi Pendidikan Kimia dan Program Studi Magister Pendidikan Sains FKIP
UNS

²Program Studi Pendidikan Fisika dan Program Studi Magister Pendidikan Sains FKIP
UNS

Jl. Ir. Sutami 36A Surakarta, email: mmasykuri@yahoo.com

Abstrak

Matakuliah Kimia Material adalah salah satu matakuliah pilihan pada Program Studi Magister Pendidikan Sains UNS. Sebagai pengayaan matakuliah, materi perkuliahan dirancang berbasis hasil-hasil penelitian. Dalam konteks tersebut, telah dikembangkan penelitian berbasis material komposit *poly(urethane-urea)-g-zein/fly ash (PUU-g-Z/FA)* dengan tinjauan dari struktur dan keterkaitannya dengan sifat material. Tujuan penelitian ini adalah menggali strategi pengembangan perkuliahan Kimia Material berbasis penelitian, dan mengembangkan hasil penelitian PUU-g-Z/FA sebagai sebagai materi pengaya (*enrichment subject*) untuk mendukung pemahaman konsep mahasiswa. Sintesis PUU-g-Z/FA telah berhasil dilakukan mengacu pada beberapa tahapan reaksi menggunakan sistem batch secara insitu. Produk PUU-g-Z/FA dibuktikan dari identifikasi FTIR dan NMR-¹H. Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa: 1) Perkuliahan Kimia Material dapat diarahkan dengan mensinergikan kajian teoritik dengan hasil-hasil penelitian, 2) kajian mengenai hubungan struktur – sifat pada PUU-g-Z/FA dapat digunakan sebagai sebagai materi pengaya (*enrichment subject*) untuk mendukung pemahaman konsep mahasiswa.

Kata kunci: *poly(urethane-urea)-g-zein/fly ash (PUU-g-Z/FA)*, materi pengaya, Kimia Material.

PENDAHULUAN

Matakuliah Kimia Material adalah salah satu matakuliah pilihan pada Program Studi Magister Pendidikan Sains UNS. Pada aspek isi (*subject content*) kimia material merupakan mata kuliah yang bersifat multidisipliner sehingga memerlukan kajian berbagai disiplin ilmu. Deskripsi perkuliahan kimia material adalah eksplorasi berbagai aspek kimia yang merupakan kunci dalam sintesis material-material fungsional masa depan, seperti material fotonik, material informasi, material cerdas (*smart materials*), biomaterial, material biomedis, material energi, material berpori, material keras, polimer maju, serta material-material dengan modifikasi permukaan dan antarmuka (Buckley, et al., 2007; Chen, et al., 2008).

Dalam kimia material dikaji struktur materi dan hubungannya dengan sifat-sifat materi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai fungsi tertentu. Misalnya sifat-sifat tertentu dari bahan unsur metaloid (silikon, germanium, dan arsen) yang dapat dimanfaatkan sebagai material semikonduktor. Tujuan umum perkuliahan adalah melakukan eksplorasi material pada berbagai topik dengan tujuan membuka wawasan serta menstimulasi gagasan dalam ruang lingkup kimia sebagai kunci dalam perkembangan teknologi material termasuk teknologi nano material. Ruang lingkup kajian Kimia Material mencakup beberapa pokok bahasan yaitu: 1) Pendahuluan yang menguraikan beberapa konsep dan terminologi dalam kimia material, kimia material masa lampau kini dan masa mendatang, serta peran kimia, serta isu terkini dalam pengembangan material. 2) Logam, oksida logam

dan paduan logam (*alloy*), material konduktor, semikonduktor, superkonduktor dan isolator. Material logam diperluas dengan konduktor satu dimensi, superkonduktor satu dan dua dimensi, dan ferromagnet berbasis garam transfer elektron. 3) Material polimer meliputi struktur polimer, preparasi serta proses dan doping polimer, polimer konduktor ionik dan elektronik, polimer elektrolit serta aplikasinya (Aneja, 2002; Cao, 2008; Das, et al., 2008; Grunzinger, et al., 2007; O'Sickey, 2007). 4) Material keramik, material komposit dan biomaterial. 5) Material berstruktur dan berpartikel nano, material berpori dan material berlapis.

Sebagai pengayaan matakuliah, materi perkuliahan kimia material dirancang berbasis hasil-hasil penelitian. Dalam konteks tersebut, telah dikembangkan penelitian berbasis material komposit *poly(urethane-urea)-g-zein/fly ash (PUU-g-Z/FA)* dengan tinjauan dari struktur dan keterkaitannya dengan sifat material. Tujuan penelitian ini adalah menggali strategi pengembangan perkuliahan Kimia Material berbasis penelitian, dan mengembangkan hasil penelitian PUU-g-Z/FA sebagai sebagai materi pengaya (*enrichment subject*) untuk mendukung pemahaman konsep mahasiswa.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dikembangkan melalui 2 tahapan penelitian, yaitu 1) sintesis poly(urethane-urea)-g-Zein/Fly-ash (PUU-g-Z/FA) dan karakterisasi struktur (Harjana, et al., 2008), 2) kajian materi pengaya (*enrichment subject*) dari hasil sintesis PUU-g-Z/FA untuk mendukung pemahaman konsep mahasiswa. Prosedur sintesis diadopsi dari Wang (1998) menggunakan metode 2 tahap (metode prapolimer). Bahan-bahan yang dibutuhkan yaitu senyawa diol turunan dari minyak sawit RBDO, 4,4'-metilendifenil diisosiyanat (MDI) (Aldrich), etilena diamina (Sigma), fenilena diamina (Sigma), zein jagung, limbah abu terbang (FA), gas nitrogen (Aneka Gas), dan pelarut n,n-dimetilformamida (Sigma). Peralatan yang dibutuhkan yaitu labu bermulut tiga yang dilengkapi dengan pendingin refluks, penangas minyak parafin, *hot plate* dengan pengaduk magnet, dan termometer. Karakterisasi terhadap produk poly(urethane-urea)-g-Zein/Fly-ash (PUU-g-Z/FA) dilakukan menggunakan FTIR (Shimadzu 8400) dan NMR-¹H (Spektrometer NMR seri Delta 2 ECA, 500 MHz).ai

Hasil-hasil penelitian selanjutnya disinergikan sebagai materi pengaya dalam perkuliahan kimia material untuk mendukung pemahaman konsep mahasiswa. Respon umpan balik mahasiswa diukur untuk mengetahui persepsi mahasiswa terhadap implementasi materi pengaya mengacu pada 4 indikator, yaitu: motivasi mahasiswa, daya tarik (atraktivitas), wawasan inovatif, dan pemahaman materi.

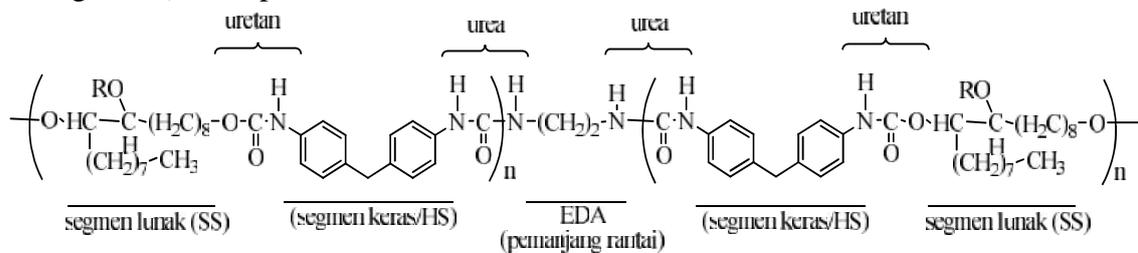
HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Sintesis poly(urethane-urea)-g-Zein/Fly-ash (PUU-g-Z/FA) dan karakterisasi struktur

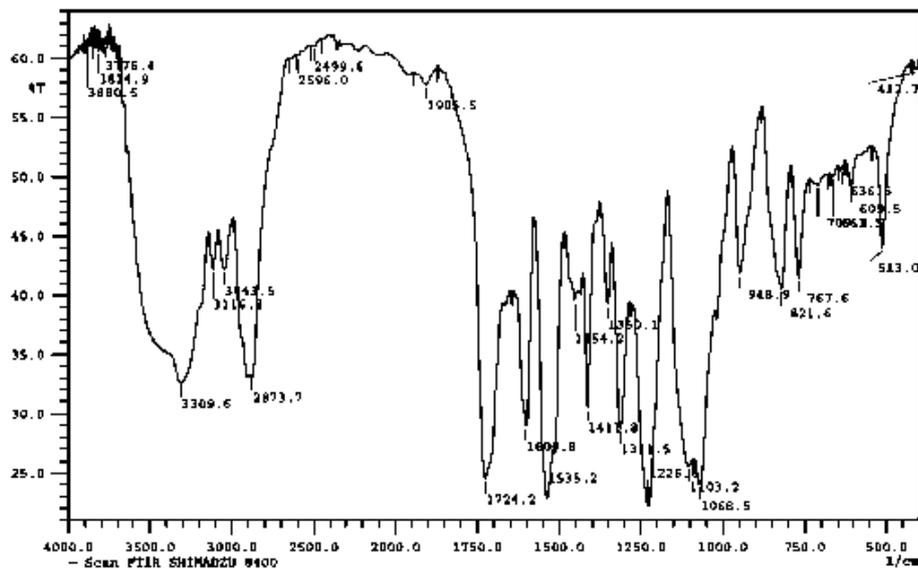
Komposit polimer poly(urethane-urea)-g-Zein/Fly-ash merupakan komposit polimer yang mengandung gugus fungsi uretan dan urea sebagai rantai utama. Gugus uretan terbentuk dari reaksi antara gugus hidroksil (OH) dan isosiyanat (NCO) dengan jumlah lebih dari satu. Reaksi pembentukan poly(urethane-urea) dari gugus hidroksil dan isosiyanat melibatkan banyak molekul monomer sehingga dikategorikan sebagai reaksi polimerisasi.

Pada penelitian ini, sintesis PUU-g-Z/FA dilakukan dengan mereaksikan poliol dari turunan minyak sawit RBDO sebagai sumber hidroksil (-OH) dengan 4,4'-metilendifenil diisosiyanat sebagai sumber gugus isosiyanat (-NCO). Pada reaksi polimerisasi ini, mula-mula ditimbang sejumlah tertentu diol dan 4,4'-metilendifenil diisosiyanat (MDI) sesuai perbandingan OH/NCO, masing-masing dilarutkan dalam DMF dalam wadah terpisah dan dipanaskan pada suhu 85°C sampai larut (larutan diol dimasukkan ke dalam reaktor labu

leher tiga dalam penangas minyak). Larutan MDI dimasukkan ke dalam reaktor tetes demi tetes sampai habis dan reaksi dibiarkan selama 15 menit. Selanjutnya ditambahkan pemanjang rantai etilena diamina, maleat anhidrat, zein jagung, dan limbah abu terbang sedikit demi sedikit sampai habis sesuai komposisi yang sudah ditentukan sebelumnya dan reaksi dibiarkan selama 1 jam. Setelah reaksi selesai, campuran didinginkan sampai suhu kamar dan diendapkan dengan campuran air/etanol (80/20 v/v). Endapan busa yang terjadi dicuci dengan etanol dan dikeringkan pada suhu 60°C menggunakan *vacuum oven* selama 24 - 72 jam sampai benar-benar kering. Struktur poly(urethane-urea) – g – zein/fly ash (PUU-g-Z/FA) ditampilkan dalam Gambar 1.



Dari segi struktur kimia, untuk mengetahui polimer yang disintesis telah terbentuk atau belum dapat dilihat melalui spektra FTIR. Spektra FTIR poly(urethane-urea) – g – zein/fly ash (PUU-g-Z/FA) ditampilkan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Spektra FTIR poly(urethane-urea) – g – zein/fly ash (PUU-g-Z/FA)

Spektrum FTIR poly(urethane-urea) – g – zein/fly ash sebagaimana tampak pada Gambar 1 memperlihatkan pita-pita serapan khas yang menunjukkan terjadinya reaksi polimerisasi antara metilen bis(fenil isosianat) dengan diol turunan oleat minyak sawit. Puncak tajam agak lebar pada daerah 3309,6 cm^{-1} (regang N-H uretan) dan 1739,7 cm^{-1} (regang C=O uretan bebas) membuktikan adanya gugus uretan. Kedua puncak tersebut memiliki intensitas tajam yang mudah diamati sehingga dapat dijadikan pedoman terbentuk tidaknya poliuretan. Pita serapan pada 1018,3 cm^{-1} yang merupakan serapan vibrasi regang C-O-C juga memperlihatkan terbentuknya ikatan uretan antara diol dengan isosianat. Beberapa puncak lain juga dapat digunakan untuk mendeteksi poly(urethane-urea), antara lain pita serapan 1307,6 cm^{-1} (m, sh) yang dihasilkan dari vibrasi regang C-N dan tekuk N-H, pita serapan 1238,2 cm^{-1} (m, sh) dari vibrasi regang C-N dan tekuk N-H amida, serta pita serapan 1110,9 cm^{-1} (s, sh) dari vibrasi regang asimetrik C-O-C ether

alifatik. Meskipun intensitasnya agak lemah, ketiga puncak terakhir memberikan dukungan data terbentuknya poly(urethane-urea). Penafsiran selengkapnya terhadap puncak-puncak serapan oligomer poliuretan ditunjukkan dari Tabel 1.

Tabel 1 Identifikasi Puncak Serapan FTIR poly(urethane-urea) – g – zein/fly ash

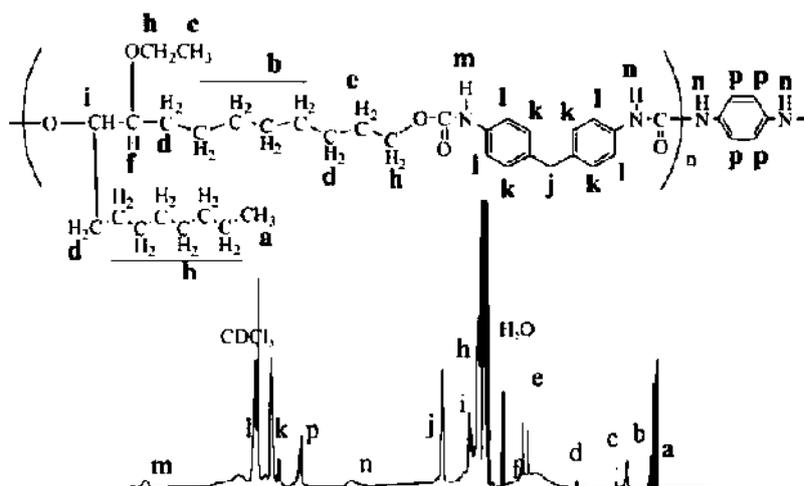
Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Keterangan
3309,6 (s, br)	Regang N-H (H terikat)
2896,9 (s, sh)	Regang simetrik C-H dari CH ₂
1724,2 (s, sh)	Regang C=O uretan
1596,2 (s, sh)	Regang C-C cincin aromatik
1535,2 (s, sh)	Regang C-N dan tekuk N-H amida
1411,8 (s, sh)	Regang C-C cincin aromatik
1307,6 (s, sh)	Regang C-N dan tekuk N-H
1230,5 (s, sh)	Regang C-N dan tekuk N-H amida
1110,6 (s, sh)	Regang asimetrik C-O-C ether alifatik
1087,8 (s, sh)	Regang asimetrik C-O-C dalam segmen keras (O=C-O-C)

Keterangan:

s (strong), m (medium), w (weak), sh (sharp), br (broad)

Analisis selanjutnya yang tampak dari spektra poly(urethane-urea) – g – zein/fly ash yaitu adanya pelebaran puncak pada daerah sekitar 3000 – 3300 cm⁻¹. Pita serapan PUU-g-Z/FA pada daerah 3132,2 cm⁻¹ memperlihatkan fenomena ini. Adanya pelebaran ini menunjukkan terjadinya ikatan hidrogen dalam struktur PUU-g-Z/FA. Ikatan hidrogen ini dapat terjadi antara atom oksigen dari gugus isosianat yang elektronegatif dengan atom hidrogen dalam satu rantai polimer (intramolekular) ataupun pada rantai yang berbeda (intermolekular). PUU-g-Z/FA yang sudah diperpanjang rantainya oleh gugus pemanjang rantai etilen diamina (EDA); pemanjangan rantai ini menyebabkan struktur menjadi lebih fleksibel dan lebih mudah berantarakasi dalam bentuk ikatan hidrogen.

Struktur kimia PUU-g-Z/FA dikonfirmasi pula dengan hasil pengukuran NMR-¹H. Spektra NMR-¹H dari PUU-g-Z/FA dapat dilihat pada Gambar 2.



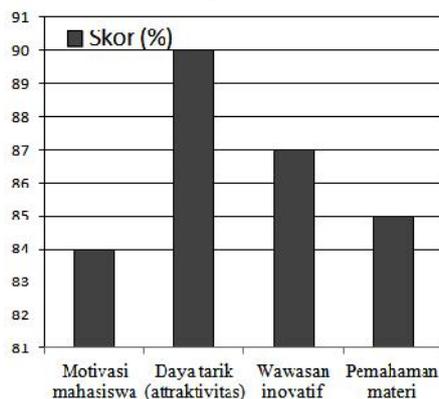
Gambar 12. Spektra NMR-¹H oligomer poliuretan (PU) dan PUU-g-Z/FA

Berdasarkan spektra tersebut dapat ditunjukkan bahwa proton-proton yang berasosiasi dengan puncak sinyal pada berbagai harga geseran kimia (δ) yang dimiliki oleh PUU-g-Z/FA memiliki beberapa puncak sinyal khas yang dimiliki PUU-g-Z/FA. Puncak pada geseran kimia δ : 5,9 ppm dihasilkan proton – C(O)NH(CH₂)₂NHC(O)- yang muncul pada spektra PUU-g-Z/FA membuktikan terbentuknya ikatan urea dari pengikatan poliuretan dengan gugus pemanjang rantai etilena diamina (EDA) menghasilkan struktur PUU-g-Z/FA. Hal ini dikuatkan dengan munculnya puncak sinyal pada δ : 2,7 ppm dari proton –

C(O)NH(CH₂)₂NHC(O)-. Adanya dua puncak sinyal yang muncul pada spektrum NMR-¹H PUU-g-Z/FA tersebut memberikan kejelasan terbentuknya ikatan urea sekaligus membuktikan adanya penambahan panjang rantai akibat masuknya etilen diamina (EDA) dalam struktur PUU-g-Z/FA.

2. Kajian materi pengaya (*enrichment subject*) dari hasil sintesis PUU-g-Z/FA untuk mendukung pemahaman konsep mahasiswa.

Hasil-hasil penelitian sintesis poly(urethane-urea)-g-Zein/Fly-ash (PUU-g-Z/FA) dan karakterisasi strukturnya selanjutnya disinergikan sebagai materi pengaya dalam perkuliahan kimia material untuk mendukung pemahaman konsep mahasiswa. Respon umpan balik mahasiswa diukur untuk mengetahui persepsi mahasiswa terhadap implementasi materi pengaya mengacu pada 4 indikator, yaitu: motivasi mahasiswa, daya tarik (atraktivitas), wawasan inovatif, dan pemahaman materi.



Gambar 3. Respon umpan balik mahasiswa terhadap perkuliahan kimia material

Dari hasil umpan balik mahasiswa diperoleh skor persentase untuk tiap indikator: motivasi mahasiswa (84%), daya tarik (atraktivitas) (90%), wawasan inovatif (87%), dan pemahaman materi (85%), dengan rata-rata skor sebesar 86,5%. Hal ini menunjukkan bahwa kajian mengenai sintesis PUU-g-Z/FA dan analisis strukturnya dapat digunakan sebagai materi pengaya (*enrichment subject*) dalam matakuliah kimia material untuk mendukung pemahaman konsep mahasiswa.

KESIMPULAN

Sintesis PUU-g-Z/FA telah berhasil dilakukan mengacu pada beberapa tahapan reaksi menggunakan sistem batch secara insitu. Produk PUU-g-Z/FA dibuktikan dari identifikasi FTIR dan NMR-¹H. Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa: 1) Perkuliahan Kimia Material dapat diarahkan dengan mensinergikan kajian teoritik dengan hasil-hasil penelitian, 2) kajian mengenai hubungan struktur – sifat pada PUU-g-Z/FA dapat digunakan sebagai sebagai materi pengaya (*enrichment subject*) untuk mendukung pemahaman konsep mahasiswa.

DAFTAR PUSTAKA

- Aneja, A. (2002): Structure-Property Relationships of Flexible Polyurethane Foams, *Disertasi*, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, Virginia.
- Buckley, C.P., Prisacariu, C., dan Caraculacu, A. (2007): Novel Triol-crosslinked Polyurethanes and Their Thermorheological Characterization as Shape-memory Materials, *Polymer*, 48, 1388 -1396.

- Cao, F. (2008): Shape Memory Polyurethane Nanocomposites, *Disertasi*, The Graduate Faculty of the University of Akron.
- Chen, G., Wei, M., Chen, J., Huang, J., Dufresne, A., dan Chang, P.R. (2008): Simultaneous Reinforcing and Toughening: New Nanocomposites of Waterborne Polyurethane Filled with Low Loading Level of Starch Nanocrystals, *Polymer*, 49, 1860 -1870.
- Das, S., Banthia, A.K., dan Adhikari, B. (2008): Porous Polyurethane-urea Membranes for Pervaporation Separation of Phenol and Chlorophenols from Water, *Chemical Engineering Journal*, 138, 215–223.
- Grunzinger, S.J., Kurt, P., Brunson, K.M., Wood, L., Ohman, D.E., dan Wynne, K.J. (2007): Biocidal Activity of Hydantoin-containing Polyurethane Polymeric Surface Modifiers, *Polymer*, 48, 4653-4662.
- Harjana, Masykuri, M., Yahya, I., Legowo, B., (2008): *Pengembangan Komposit Busa Sel Terbuka Polyurethane MDI/PEG - Expancel Microsphere sebagai Bahan Poroelastik Baru Bernilai Komersial dan Kinerja Tinggi*, Laporan Penelitian Unggulan UNS, LPPM UNS, Surakarta.
- O'Sickey, M.J. (2002): Characterization of Structure-Property Relationships of Poly(urethane-urea)s for Fiber Applications, *Disertasi*, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, Virginia.