

HIDROGEL MIKROKOMPOSIT BERBASIS POLIVINILALKOHOL/BENTONIT

A. Zainal Abidin, Y. Andre Situmorang dan Irwan Noezar

Program Studi Teknik Kimia, FTI-ITB

Jl. Ganesha No. 10, Bandung 40132

e-mail : zainal@che.itb.ac.id

Diterima: 14 Juni 2012

Diperbaiki: 30 Agustus 2012

Disetujui: 11 Oktober 2012

ABSTRAK

HIDROGEL MIKROKOMPOSIT BERBASIS POLIVINILALKOHOL/BENTONIT. Hidrogel mikrokomposit untuk keperluan biomedis disintesis dari PoliVinilAlkohol (PVA) berderajat hidrolisis 98 % hingga 99 % dan penguat bentonit menggunakan teknik *freeze and thawing* dengan 3 siklus. Bentonit yang digunakan bertipe sodium, terlebih dahulu dikecilkan ukurannya dengan *planetary ball mill* sehingga memiliki diameter sebesar 305 nm. Dalam percobaan ini komposisi bentonit divariasikan pada nilai 2,5 %berat, 5 %berat, 10 %berat dan 15 %berat. Hidrogel dianalisis terhadap sifat-sifat umumnya seperti fraksi gel, derajat pembengkakan setimbang *Equilibrium Degree of Swelling (EDS)*, kandungan air setimbang *Equilibrium Water Content (EWC)* dan laju transmisi uap air. Struktur kimianya dianalisis menggunakan Spektrofotometer *Fourier Transform -Infra Red (FT-IR)* dan morfologinya dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *X-Ray Diffractometer (XRD)*. Sifat termalnya diuji menggunakan *Differential Scanning Calorimetry (DSC)* dan sifat mekaniknya dengan uji tarik. Komposisi bentonit dari 0 %berat hingga 15 %berat dalam sistem mikro komposit ini memberikan pengaruh terhadap penurunan daya absorpsi dari 67,79 % hingga 52,17 % dan meningkatkan fraksi gel dari 78,43 % hingga 94,48 %. Kekuatan hidrogel meningkat dilihat pada kuat tariknya naik dari 2,18 MPa hingga 3,48 MPa. Laju transmisi uap air menurun seiring penambahan komposisi bentonit dari 53,07 g/m²h hingga 34,42 g/m²h. Titik leleh nanokomposit relatif tidak berubah, yaitu berkisar 230 °C hingga 235 °C, tetapi T_g mengalami kenaikan akibat penambahan bentonit, yakni 127,8 °C pada 0 %berat bentonit menjadi 147,2 °C pada 5 %berat bentonit.

Kata kunci : PVA, Bentonit, Mikrokomposit, Hidrogel, *Freeze, Thawing*

ABSTRACT

HYDROGELS MICRO COMPOSITES BASED ON POLYVINYL ALCOHOL/BENTONITE. Hydrogels micro composite for biomedical application has been synthesized from polyvinyl alcohol (PVA) with degree of hydrolyzed 98-99% and bentonite as reinforcement using freeze and thawing technique with 3 cycles. Sodium bentonite used has been sized to 305 nm in average using planetary ball mill. Variation of bentonite composition used in the synthesis are 2.5 %, 5 %, 10 % and 15 %w. The hydrogel had been analyzed for its common properties such as gel fraction, Equilibrium Degree of Swelling (EDS), Equilibrium Water Content (EWC) and Water Vapor Transmission Rate (WVTR). While its chemical structure was identified using Fourier Transform-Infra Red (FT-IR) Spectrophotometer and its morphology was characterised using Scanning Electron Microscope (SEM) and X-Ray Diffractometer (XRD). Additionally, its thermal properties were analyzed using Differential Scanning Calorimetry (DSC), and its mechanical properties were tested by tensile machine. Effect of bentonite composition from 0 %w to 15 %w in hydrogel micro composite is decreasing the water absorption capacity from 67.79 % to 52.17 % and increasing the gel fraction from 78.43 % to 94.48 %. As more bentonite added, the composite strength increases by increase in tensile stress from 2.18 MPa to 3.48 MPa, while the water vapor transmission rate decreases from 53.07 g/m²h to 34.42 g/m²h. The hydrogel micro composite melting point does not change with the bentonite addition, i.e. in the range of 230-235 °C, but its glass transition temperature (T_g) increases from 127.8 °C for 0 %w to 147.2 °C for 5 %w.

Keywords : PVA, Bentonite, Nanocomposite, Hydrogels, Freeze, Thawing

PENDAHULUAN

Teknologi perkembangan material saat ini semakin berkembang. Nanokomposit merupakan material padat multi fasa, di mana setiap fasa memiliki satu, dua, atau tiga dimensi yang berukuran kurang dari 100 nm, berulang pada jarak antar bentuk penyusun struktur yang berbeda [1].

Pada penelitian ini dilakukan sintesis nanokomposit menggunakan PoliVinilAlkohol (PVA) sebagai fasa curah yang dikombinasikan dengan bentonit sebagai fasa penguat. PVA merupakan salah satu jenis polimer yang banyak digunakan saat ini, selain polietilen, polipropilen, dan polivinil klorida. Keunggulan PVA antara lain pada sifatnya yang mudah menyerap air (*water soluble*), nontoksik, biokompatibel dan terdegradasi secara biologi (*biodegradable*). PVA nanokomposit, sebagai material yang sangat prospektif untuk aplikasi dalam berbagai bidang, seperti biomedis, elektronik dan membran. Bentonit memiliki keunikan *swelling clay* yang mengembang bila berkontak dengan air, hidrofilik dan memiliki kekuatan mekanik yang baik.

Tujuan dari penelitian ini adalah sintesis hidrogel berbasis PVA dan bentonit dengan teknik nanokomposit yang akan diaplikasikan dalam bidang biomedis sebagai pembalut luka (*wound dressing*) dan mempelajari pengaruh konsentrasi bentonit sebagai penguat terhadap karakter produknya secara struktur dan morfologi, mekanik dan termal.

Dilakukan karakterisasi terhadap hidrogel meliputi fraksi gel, derajat pembengkakan setimbang *Equilibrium Degree of Swelling (EDS)*, kandungan air setimbang *Equilibrium Water Content (EWC)* dan laju transmisi uap air *Water Vapor Transmission Rate (WVTR)*.

METODE PERCOBAAN

Bahan

Bahan yang digunakan adalah PoliVinilAlkohol (PVA) dengan derajat hidrolisis 98 % hingga 99 % dan bentonit bertipe sodium.

Cara Kerja

Bentonit terlebih dulu digiling menggunakan *planetary ball mill* selama 12,5 jam sehingga memiliki ukuran partikel rata-rata 305 nm.

Sintesis dilakukan dengan mencampurkan bahan-bahan nanokomposit 15 % berat dalam *aquadest*. Komposisi fasa penguat dalam campurannya dengan PVA divariasikan 0 % berat, 2,5 % berat, 5 % berat, 10 % berat dan 15 % berat. Fasa penguat dimasukkan dalam air pada labu leher 3 yang kemudian dipanaskan hingga suhu 90 °C. PVA dimasukkan secara bertahap sebanyak 8 kali per 30 menit, kemudian campuran diaduk selama 4 jam.

Hasil campuran kemudian didinginkan pada suhu -8 °C selama 24 jam kemudian ditiriskan pada suhu ambient selama 24 jam. Siklus pendinginan dan penirisan ini dilakukan sebanyak 3 kali [6].

Karakterisasi terhadap hidrogel meliputi struktur dan morfologi hidrogel menggunakan *Scanning Electrone Microscope (SEM)*, *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan Spektrofotometer *Fourier Transform -Infra Red (FT-IR)*. Analisis sifat termal menggunakan *Differential Scanning Calorimetri (DSC)* pada rentang suhu 30 °C hingga 300 °C dengan laju pemanasan 10 °C/menit. Uji menggunakan tensiometer untuk mengetahui kekuatan mekanik hidrogel menggunakan ASTM 638. Pengujian dilakukan pada suhu 23 °C dengan kelembaban 50 % RH. Sampel langsung diuji setelah proses *freeze and thawing* selesai dilakukan tanpa *pre-treatment* terlebih dahulu.

Fraksi gel merupakan perbandingan berat hidrogel kering sebelum dan sesudah pembilasan. Fraksi gel menunjukkan derajat ikatan silang yang terjadi. Laju transmisi uap air diukur dengan cara meletakkan hidrogel dengan ukuran tertentu sebagai tutup sebuah botol yang berisi air. Kemudian sistem botol dan hidrogel tersebut didiamkan pada suhu 37 °C dan kelembaban udara ambient selama 12 jam. Laju transmisi uap air menunjukkan seberapa banyak air yang mampu dilewatkan lapisan hidrogel.

Karakteristik pembengkakan dari sampel diukur dengan mengukur berat air yang bertambah dalam sampel. Sampel yang benar-benar kering direndam dalam air pada suhu ruang dan dibiarkan hingga kondisi kesetimbangan kemudian diukur beratnya. Karakteristik pembengkakan diwakili oleh derajat pembengkakan setimbang *Equilibrium Degree of Swelling (EDS)* dan kandungan air setimbang *Equilibrium Water Content (EWC)*. Keduanya menunjukkan daya serap air oleh hidrogel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sifat Termal

Hasil pengujian sifat termal hidrogel menggunakan *DSC* dirangkum pada Tabel 1.

Dari Tabel 1 menunjukkan bahwa tidak terjadi perubahan pada nilai titik leleh hidrogel akibat penambahan fasa penguat pada PVA. Sedangkan nilai suhu transisi gelas (T_g) hidrogel meningkat akibat penambahan bentonit pada matriks PVA. Hal ini mengindikasikan hidrogel semakin kuat akibat

Tabel 1. Sifat Termal Hidrogel

Jumlah Penambahan Filler (%berat)	Suhu Transisi Gelas/ T_g (°C)	Suhu Leleh/ T_m (°C)
0	127,8	233,8
2,5	137,9	234,0
5	147,2	232,1

Tabel 2. Hasil uji tarik

Jumlah Penambahan Bentonit (%berat)	Maximum Stress (MPa)	Strain at Breaks (%)	Young Modulus (MPa)
2,5	2,2961	247,56	2,4494
5	2,7153	280,35	2,5925
10	3,2970	348,57	2,8734
15	3,4772	372,10	2,9356

penambahan *reinforcement* pada matriks PVanya. T_g yang meningkat menunjukkan bahwa hidrogel makin kekar dan suhu yang diperlukan untuk mengkristalkan sisi amorf hidrogel semakin tinggi. T_g pada hidrogel PVA (0 %) juga memiliki nilai yg lebih tinggi daripada nilai T_g PVA yang terdapat pada literatur. Hal ini disebabkan oleh proses *freeze and thawing* yang dilakukan pada proses sintesis hidrogel. Setelah larutan PVA dipanaskan hingga 90 °C, pada proses *freeze and thawing* larutan tersebut langsung didinginkan pada suhu -8 °C. Proses pendinginan dengan cepat tersebut mendorong naiknya nilai T_g [7].

Sifat Mekanik

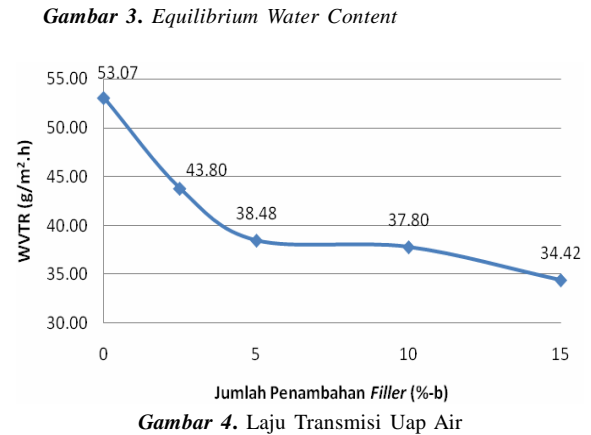
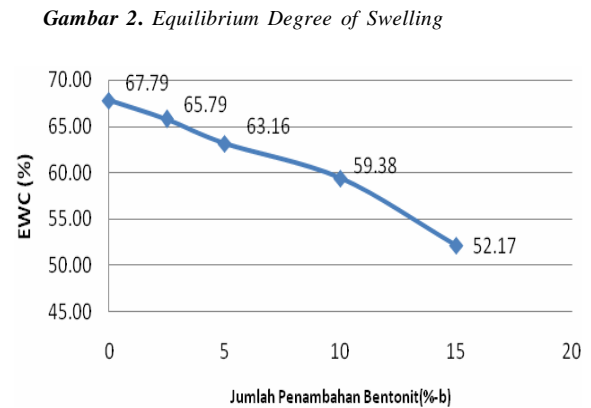
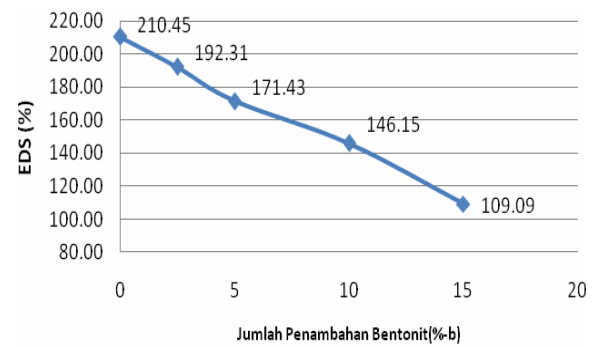
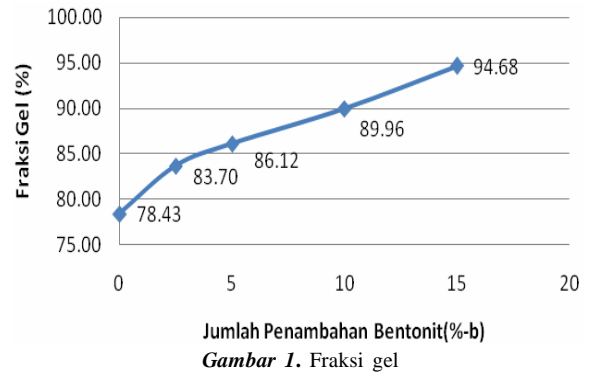
Hasil uji tarik hidrogel ditampilkan pada Tabel 2 yang menunjukkan bahwa semakin banyak bentonit yang ditambahkan pada PVA mengakibatkan kenaikan pada nilai kuat tarik (*maximum stress*), persen panjang patah (*strain at breaks*), dan modulus Young. Hal ini menunjukkan bahwa hidrogel yang diperoleh semakin kuat seiring penambahan jumlah *reinforcement* pada matriks PVA. Selain semakin kekar/kuat, hidrogel juga semakin elastis bila dilihat dari naiknya nilai persen panjang patah. Hal ini terjadi akibat lapisan struktur *filler* dalam nanokomposit membatasi robeknya lapisan molekul polimer saat uji tarik dilakukan [5]. Pada nanokomposit yang mengalami eksfoliasi hal ini sering terjadi dibandingkan apabila nanokomposit yang hanya mengalami interkalasi [3,8].

Karakter Hidrogel

Hasil pengujian karakteristik hidrogel ditunjukkan pada Gambar 1 hingga Gambar 4.

Gambar 1 menunjukkan kenaikan nilai fraksi gel. Fraksi gel menunjukkan derajat ikatan silang yang terjadi pada struktur hidrogel. Semakin banyak ikatan hidrogen yang terbentuk maka kekuatan hidrogel menjadi semakin besar. Struktur hidrogel menjadi semakin kekar dengan bertambahnya jumlah ikatan hidrogen.

Hidrogel merupakan struktur polimer yang mengalami ikatan silang dan mampu menyerap air [4]. Gambar 2 dan Gambar 3 memperlihatkan penurunan daya serap hidrogel terhadap air saat dilakukan perendaman. Struktur hidrogel mengalami pengerutan akibat semakin banyaknya ikatan hidrogen yang terjadi. Hal ini menyebabkan pengurangan jumlah rongga dalam



struktur hidrogel sehingga semakin sedikit air yang mampu diserap hidrogel. Pengerutan struktur ini mengakibatkan hidrogel memiliki ruang yang semakin rapat, sehingga makin sedikit air yang mampu dilewatkan oleh lapisan hidrogel. Hal ini mengakibatkan turunnya nilai laju transmisi uap air (Gambar 4). Laju transmisi uap

air merupakan salah satu karakteristik yang diperlukan dalam aplikasi sebagai pembalut luka. Semakin tinggi nilai laju transmisi uap air, semakin banyak cairan tubuh yang mampu dilewatkan oleh lapisan hidrogel, sehingga dapat menyebabkan dehidrasi dan luka yang ditutup akan lembab yang mengakibatkan terjadinya infeksi. Nilai laju transmisi uap air yang disarankan adalah lebih rendah dari 35 g/m²h [9].

KESIMPULAN

Dari hasil percobaan yang dilakukan diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Bentonit merupakan bahan yang dapat digunakan dalam pembuatan hidrogel nanokomposit bersama dengan PoliVinilAlkohol (PVA)
2. Fraksi gel meningkat akibat penambahan komposisi bentonit dalam matriks PVA dan karakter pembengkakan (*swelling character*) cenderung menurun akibat penambahan komposisi bentonit
4. Laju transmisi uap air menurun akibat penambahan komposisi bentonit.
5. Kekuatan mekanik meningkat akibat penambahan komposisi bentonit pada PVA dan penambahan 10 % berat bentonit optimum untuk digunakan dalam aplikasi pembalut luka.

DAFTAR ACUAN

- [1]. P.M.AJAYAN, L. S. SCHADLER and P. V. BRAUN, *Nanocomposite Science and Technology*, Wiley-VCH, (2003)
- [2]. W. D. CALLISTER, *Material Science and Engineering, An Introduction*, John Wiley & Sons, (2007)
- [3]. I.-Y. JEON and J.-B. BAEK, *Materials*, (2010)
- [4]. J. E. JORDAN, *Hydrogels, Introduction and Applications in Biology and Engineering*, Louisiana Tech., University Dept. of Biological Science, (2003)
- [5]. K. RAJKUMAR, N. KUMARI, P. RANJITH, S. K. CHAKRABORTY and P. THAVAMANI, *International Journal of ChemTech Research*, (2011)
- [6]. M. KOKABI, M. SIROUSAZAR and Z. M. HASSAN, *European Polymer Journal*, **43** (2007) 773-781
- [7]. D. LEPORINI, *Physics of Polymers, Supercooled Liquids and Glasses*, (2007)
- [8]. L. A. LUCIA and X. CAO, *Cellulose Nanocrystals-Based Nanocomposite*, (2007)
- [9]. A. A. SAPALIDIS, F. K. KATSAROS and N. K. KANELLOPOULOS, *PVA/Montmorillonite Nanocomposite, Development and Properties*, NCSR Demokritos