

MODIFIKASI KARAKTERISTIK KUAT TARIK PADA KOMPOSIT FILM POLI(VINIL PIROLIDON) DAN KARAGENAN MELALUI PEMBENTUKAN KOMPOSIT KARBON NANO DOT

AHMAD SJAHRIZA^{1,2*}, SURYA HERLAMBAH¹, DAN INDAH FAJAR WATI¹

¹Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor, Dramaga, Bogor, Jawa Barat

²Laboratorium Kimia Terpadu, Institut Pertanian Bogor, Bogor, Jawa Barat.

*alamat email korespondensi: ahmadsj@apps.ipb.ac.id

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
Riwayat Naskah : Diterima pada 11 Desember 2018 Diterima setelah direvisi pada 29 Januari 2019 Diterbitkan pada 30 Januari 2019	Polimer merupakan material yang banyak dijadikan komposit sekarang ini. Teknologi nano dapat berperan sebagai agen komposit yang lebih baik dari pada agen komposit konvensional. C-dot yang merupakan material nano yang dikompositkan dengan polimer alam dan sintetik dengan model berturut-turut karagenan dan poli(vinilpirolidon) (PVP). Pada penelitian ini C-dot disintesis dari asam sitrat dan urea dengan iradiasi gelombang mikro, kemudian produk dimurnikan dan dikarakterisasi. Karagenan diekstraksi dari rumput laut <i>Euचेuma cottonii</i> . Selanjutnya polimer dan C-dot dikompositkan dengan metode <i>Gel-Casting</i> . Sintesis C-dot dari asam sitrat dan urea menghasilkan larutan berwarna hitam yang menandakan C-dot terbentuk, terdapat absorpsi di panjang gelombang 340 nm pada daerah UV yang membuktikan C-dot berhasil disintesis karena serapan tersebut tidak ditemukan pada bahan baku. C-dot yang disintesis memiliki ukuran partikel 90,61 nm dan indeks polidispersitas (PI) sebesar 0,0396. Komposit C-dot dengan polimer dapat meningkatkan kuat tarik dan modulus elastisitas film polimer. Konsentrasi optimum C-dot sebagai pengisi (<i>filler</i>) untuk PVP sebesar 0,7% b/b dan Karagenan 1.5% b/b. C-dot dapat berperan sebagai pengisi (<i>filler</i>) dalam kuat tarik pada film polimer. Penambahan C-dot pada film polimer sintetik maupun alam dapat meningkatkan sifat mekanik dari film polimer dan tidak memberikan hasil yang berbeda.
Kata Kunci: C-dot; film komposit; karagenan; kuat tarik; Poli(vinilpirolidon)	
Keywords: <i>C-dot; carrageenan, composite film, PVP, tensile strength.</i>	<i>Polymers are materials widely use as composite nowadays. Nano technology can act as composite agent that better than a conventional composite agent. C-dot is nanomaterial composited with natural and synthetic polymer by model carrageenan and PVP, respectively. In this research C-dot synthesized from citric acid and urea with microwave irradiation, then the product purified and characterized. Carrageenan extracted from Euचेuma cottonii sea weeds. After that polymer and C-dot have been composited with gel-casting method. C-dot synthesis from citric acid and urea produce darker solution indicating the formation of C-dot, there is absorption at wavelength 340 nm in the UV region which proves that C-dot was successfully synthesized because the absorption is not found in the raw material. Synthesized C-dot has a particle size of 90.61 nm and polydispersity index (PI) of 0.0396. C-dot composites with polymers can increase the tensile strength and elastic modulus of polymer films. The optimum C-dot concentration as filler for PVP is 0.7% and carrageenan is 1.5%. C-dot can act as a filler in the tensile strength of polymer films. The addition of C-dot to synthetic and natural polymer films can improve the mechanical properties of polymer films and do not give different results.</i>

PENDAHULUAN

Polimer merupakan material yang banyak dijadikan komposit sekarang ini. Komposit pada polimer diperuntukkan untuk memperbaiki sifat dari polimer tersebut. Nano partikel yang sedang berkembang saat ini dapat digunakan sebagai material komposit pada polimer. Ukuran nano partikel yang berukuran nano meter akan menghasilkan luas permukaan internal terhadap volume yang besar, sehingga komposit

menggunakan nanopartikel lebih unggul dibandingkan komposit tradisional [1].

Karbon memiliki beberapa bentuk nano alotropik, antara lain nano intan, fullrena, grafena, serat nano, dot, dan lain-lainnya. Setiap nano alotrop karbon memiliki ukuran dan sifat yang berbeda [2]. Nano partikel yang digunakan dalam penguat polimer pada penelitian ini adalah alotrop karbon yang berbentuk dot atau yang lebih dikenal karbon nano dot (C-dot). C-dot memiliki beberapa kelebihan seperti, biokompatibel, murah, inert, toksisitas rendah, mudah dimodifikasi dan lainnya

[3]. Teknik pembentukan C-dot dapat dilakukan dengan teknik *top-down* atau *bottom up* pemilihan teknik akan mempengaruhi kondisi proses, *quantum yield*, dan keseragaman dari C-dot tersebut.

C-dot dikomposit dengan 2 jenis polimer, yaitu polimer alam dan sintetik. Model polimer alam yang dipilih adalah karagenan, sedangkan polimer sintetik yaitu poli(vinilpirolidon) (PVP). Pemilihan polimer tersebut karena kedua jenis polimer tersebut banyak digunakan. Komposit polimer dengan C-dot diharapkan dapat meningkatkan sifat mekanik berupa kuat tarik dari polimer tersebut dan membandingkan pengaruh pengisi (*filler*) C-dot terhadap kedua jenis polimer tersebut.

EKSPERIMEN

Penelitian ini dimulai dengan mensintesis C-dot dari asam sitrat dan urea dengan batuan iradiasi gelombang mikro. Kemudian produk C-dot yang terbentuk dimurnikan dan dikarakterisasi. Model polimer alam karagenan diekstrak dari rumput laut *Euचेuma cottonii*. Selanjutnya masing-masing polimer dikomposit dengan variasi konsentrasi C-dot. Polimer sebelum dan sesudah dikomposit diuji kuat tariknya.

Material

Material yang digunakan pada penelitian ini adalah KOH, Gliserol, asam sitrat, urea (merck), rumput laut *Euचेuma cottonii* dari Kepulauan Seribu, PVP ashland USA, membran ukuran 2 μm dan selulosa teknis.

Instrumentasi

Instrumentasi yang digunakan pada penelitian ini adalah oven gelombang mikro komersial Panasonic 800, alat pengukur tebal film Teclock, alat kuat tarik Tenso lab-mey, Fluorometer FLUOstar Omega-BMG LABTECH, alat analisa partikel Mastersizer 3000 MALVERN, dan sentrifuse.

Prosedur

Sintesis Karbon Nano Dot (C-dot)

1 g asam sitrat dan 1 g urea dilarutkan 10 mL akuades. Kemudian larutan tersebut dipanaskan dalam oven gelombang mikro dengan daya 300 watt selama 4-5 menit. Larutan berangsur-angsur dari tidak berwarna menjadi hitam. Kemudian larutan tersebut disentrugasi

dengan kecepatan 3000 rpm selama 20 menit untuk memisahkan aglomerasi. Selanjutnya larutan hasil sentrifugasi disaring dengan membran 0,2 μm dan dikeringkan di dalam oven. Kemudian C-dot yang terbentuk dicairkan menggunakan spektrofotometer UV-Visible (UV-Vis), emisi fluoresensi, dan *Particle size analyzer*.

Ekstraksi Karagenan dari rumput laut

Rumput laut *Euचेuma cottonii* kering yang telah dirajang direndam ke dalam akuades selama 24 jam. Kemudian rumput laut ditambahkan 100 mL KOH 0.1% (b/v) dan dipanaskan dalam oven gelombang mikro selama 20 menit dengan daya 160 watt. Larutan tersebut kemudian disaring untuk diambil filtratnya.

Pembuatan Komposit C-dot dengan PVP

Karbon dot dilarutkan di dalam 10 ml akuades dan disonikasi selama 30 menit untuk menghasilkan larutan coklat yang homogen. Sebanyak 3 g PVP dilarutkan dalam 30 ml air sambil diaduk. Larutan karbon dot secara perlahan dimasukkan ke dalam larutan PVP dan disonikasi selama 30 menit pada suhu kamar sambil diaduk sehingga diperoleh larutan polimer berwarna coklat yang kental. Larutan PVP-karbon dot dicetak menggunakan pelat gelas dengan ukuran 25 cm x 25 cm yang diberi batas pada sisinya dan diletakkan pada ruang dengan suhu 20 °C dan kelembapan 50% selama 24 jam hingga terbentuk film dengan bobot yang stabil. Komposisi karbon dot yang ditambahkan pada pembuatan film ini adalah 0,1%, 0,3%, 0,5%, 0,7%, 0,9% dan 1% (b/b). Film polimer PVP tanpa penambahan karbon dot juga dibuat sebagai kontrol.

Pembuatan Komposit C-dot dengan Karagenan

Karagenan dicampur dengan gliserol 1% b/b dan selulosa 1,5% b/b pada 50 mL akuades. Pengadukan dilakukan selama 20 menit pada suhu 50°C. Kemudian ditambahkan C-dot dengan komposisi 0,5% b/b, 1% b/b, 1,5% b/b, dan 2% b/b. Proses pengadukan dilakukan selama 40 menit dan suhu dibiarkan meningkat hingga 90°C. Setelah itu film dicetak pada pelat mika yang telah disediakan. Pengeringan film dilakukan selama 1 malam. Film karagenan tanpa penambahan karbon dot juga dibuat sebagai kontrol.

Kuat tarik

Kuat tarik dan pemanjangan diukur menggunakan alat uji tarik jenis Tenso lab-Mey

dan berdasarkan ASTM D 638. Film yang telah dikeringkan dipotong dengan ukuran panjang 40 mm dan lebar 20 mm. Kemudian film dijepitkan pada alat uji tarik dengan kecepatan konstan. Data yang dihasilkan dicetak di atas kertas. Perhitungan besarnya kuat tarik dan presentase pemanjangan menggunakan persamaan di bawah ini.

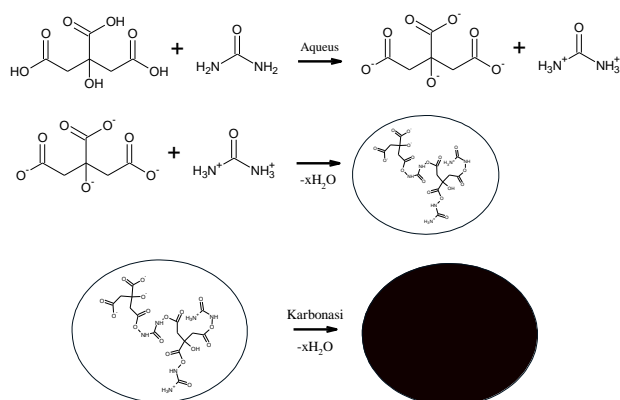
$$\text{Kuat tarik (Mpa)} = \frac{\text{Gaya tarik saat putus}}{\text{Luas area}}$$

$$\%E = \frac{\text{Peubahan panjang film}}{\text{Panjang film mula mula}}$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis C-dot

Sintesis C-dot menggunakan oven mikro gelombang akan menghasilkan produk C-dot dengan wujud berupa pasta hitam setelah proses pemurnian. Penggunaan oven gelombang mikro dalam sintesis C-dot untuk mempercepat dan mengefisienkan proses reaksi. Pembuatan C-dot dengan asam sitrat dan urea melewati tiga tahap reaksi, yaitu kondensasi, polimerisasi, dan karbonisasi [4].



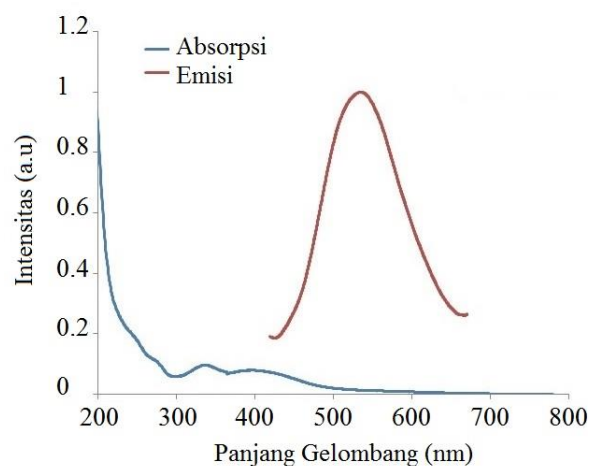
Gambar 1. Reaksi pembentukan karbon dot berbahan dasar asam sitrat [4]

C-dot yang terbentuk memiliki sifat hidrofilik, hal ini dibuktikan C-dot larut dalam air dan menarik uap air di udara (hidroskopik). C-dot yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer absorpsi dan emisi, serta ukuran dari C-dot tersebut.

Identifikasi dengan cara spektroskopi absorpsi dan emisi dapat memberikan informasi mengenai keberadaan partikel berukuran nano meter, karena perubahan sifat optik sensitif terhadap ukuran, bentuk, aglomerasi dan konsentrasi partikel [5]. Hasil pengukuran spektrum absorpsi UV-Vis dan spektrum absorpsi

emisi fluoresensi C-dot (Gambar 2), terdapat puncak absorpsi pada panjang gelombang 340 nm yang berasal dari transisi $n-\pi^*$ dari C=O dan puncak absorpsi ini tidak muncul pada spektrum absorpsi asam sitrat dan urea. Puncak absorpsi pada daerah ultraviolet mencirikan bahwa partikel berukuran nano meter.

Pengamatan spektrum emisi fluoresensi terdapat puncak serapan pada panjang gelombang 535 nm dengan bentuk spektrum lebar. Pengamatan secara visual defluoresensi lampu UV 366 nm terjadi fluoresensi dengan warna hijau. Karakteristik spektrum emisi fluoresensi yang lebar pada karbon dot adalah hasil penggabungan (superposisi) respons dari gabungan emiter individu berupa fluoropor dan gugus fungsi yang ada di permukaan karbon dot.



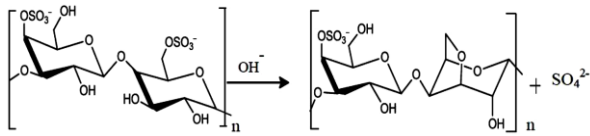
Gambar 2. Spektrum absorpsi dan emisi C-dot yang dinormalisasi

Pengukuran partikel dengan hamburan cahaya laser, C-dot hasil sintesis memiliki diameter rata-rata 90,61 nm dan indeks polidispersitas (PI) sebesar 0,0396. Ukuran partikel < 100 nm menandakan C-dot berukuran nano meter [6]. Nilai PI sebesar 0,396 dari karbon dot yang dihasilkan lebih kecil dari nilai ambang batas (0,5) dan ini memberi gambaran bahwa distribusi ukuran partikel adalah sempit, namun demikian nilai tersebut karbon dot belum dapat dikategorikan memiliki ukuran seragam (monodispersi).

Ekstraksi karagenan

Ekstraksi dengan gelombang mikro lebih efektif dari ekstraksi menggunakan metode konvensional seperti soxhlet. Kelebihan ekstraksi dengan gelombang mikro adalah lebih cepat, sederhana, menghasilkan rendemen yang tinggi, dan pemanasan yang merata karena bukan mentransfer panas dari luar tetapi membangkitkan

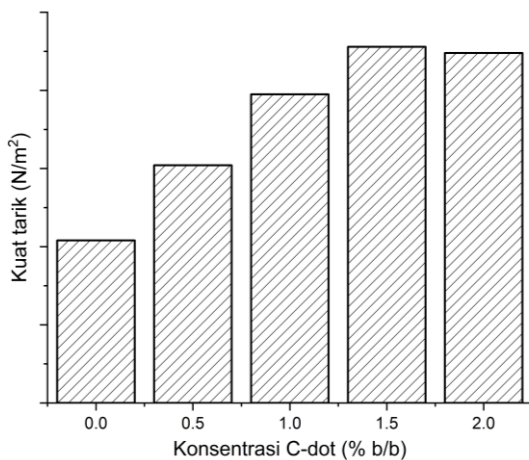
panas dari dalam [7]. Pemberian basa pada ekstraksi dapat meningkatkan sifat gelnya. Pelarut basa dapat mengkatalisis hilangnya gugus 6-sulfat sehingga dapat meningkatkan kekuatan gel [7].



Gambar 3. Reaksi karagenan dengan basa

Kuat Tarik Film Polimer

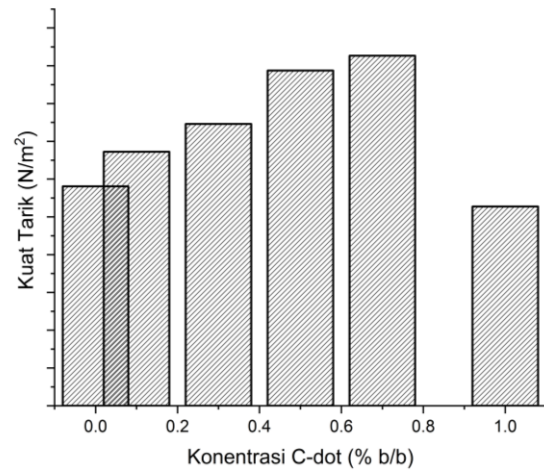
Pembuatan film polimer antara PVP dan karagenan diberi perlakuan yang berbeda. Pembuatan film polimer karagenan perlu ditambahkan selulosa dan gliserol karena sifat karagenan yang rapuh. Pembuatan film komposit karagenan dan PVP dengan C-dot dilakukan melalui teknik *gel casting*. Pembuatan film dengan teknik *gel casting* adalah dengan membuat larutan polimer dengan C-dot yang dicetak pada pelat mika. Penggunaan pelat mika dibandingkan pelat kaca akan bertujuan memudahkan pelepasan film dari pelat. Hasil pengujian kuat tarik pada film polimer tersaji pada Gambar 4 dan 5.



Gambar 4. Kuat tarik film karagenan dan komposisinya

Film Polimer menunjukkan penambahan kuat tarik setelah penambahan C-dot sebagai filler. Konsentrasi optimum penambahan C-dot pada film karagenan sebesar 1,5 % b/b dan PVP sebesar 0,7% b/b. Film komposit yang dihasilkan memenuhi kriteria sebagai film nanokomposit karena berhasil meningkatkan kuat tarik film.

Kriteria untuk material nano komposit dipenuhi apabila pada penambahan partikel nano dalam jumlah kecil pada matriks polimer memberikan perubahan signifikan pada sifat mekanik film [8].



Gambar 5. Kuat tarik film PVP dan komposisinya

Penambahan C-dot yang lebih besar dari konsentrasi tersebut akan menurunkan kuat tarik dari film polimer. Penurunan kuat tarik dari film polimer tersebut belum dapat dijelaskan, kemungkinan sifat viskoelastik dari polimer bersifat non-Newtonian yang perlu diteliti lebih lanjut.

SIMPULAN

C-dot berhasil disintesis dari urea dan asam sitrat dengan bantuan panas dari oven gelombang mikro. C-dot dapat berperan sebagai pengisi (*filler*) dalam kuat tarik pada film polimer. Penambahan C-dot pada film polimer sintetik maupun alam tidak memberikan hasil yang berbeda, serta penambahan pengisi (*filler*) C-dot juga optimum konsentrasi 1,5% b/b untuk karagenan dan 0,7% b/b untuk PVP.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Departemen kimia, FMIPA, IPB, dan Laboratorium Kimia Terpadu, IPB atas bantuannya dalam memberikan fasilitas peminjaman laboratorium dan support bahan-bahan pada penelitian ini.

REFERENSI

- [1] Farzana Hussain, Mehdi H, Masami Okamoto, and E G Russell, "Polymer-matrix Nanocomposites, Processing, Manufacturing, and Application: An Overview," *Journal of Composite Materials*, 2006.
- [2] Vasilios G, P Jason A, Jiri T, and Radek Z, "Broad Family of Carbon Nanoallotropes: Classification, Chemistry, and Application of Fullerenes, Carbon Dots, Nanotubes,

- Graphene, Nanodiamonds, and Combined Superstructures," *Chem. Rev*, 2014.
- [3] Li H, Zhenhui K, Yang L, and L Shuit T, "Carbon Nanodots: Synthesis, Properties and Application," *Journal Mater Chemistry*, 2012.
- [4] Zhu A et al., "Highly Photoluminescent Carbon Dots for Multicolor Patterning, Sensors, and Bioimaging"," *Angew, Chem. Int*, vol. 52, pp. 1-6, 2013.
- [5] Tomaszewska E et al., "Detection Limits of DLS and UV-Vis Spechtroscopy in Characterization of Polydisperse Nanoparticles Colloids," *Journal Nanomater*, 2013.
- [6] Roduner E, "*Nanosopic Materials Size-dependent Phenomena*". Cambridge, UK: RSC, 2006.
- [7] Distantina S, Wiranti , Fachrurrozi M, and Rochmadi , "Carrageenan Properties Extracted from *Eucheuma cottonii*," *Engine and Techno*, vol. 78, pp. 738-742, 2011.
- [8] Chrissafisa K and Bikiaris D, "Can Nanoparticles Really Enhance Thermal Stability of Polymers? Part I: An Overview on Thermal Decomposition of Addition Polymers," *Thermochimica Acta*, vol. 523, pp. 1-24, 2011.