



Variasi waktu pencampuran terhadap karakteristik *PDMS* yang disintesis dengan polimerisasi adisi

Waslaluddin*, Anisa Tri Rahayu, Siti Nur Kholifiyah, Wiendartun

Departemen Pendidikan Fisika, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia

*e-mail: waslaluddin@upi.edu

Abstrak

Polydimethylsiloxane (PDMS) digunakan sebagai pengganti vitreous humour dalam operasi vitreoretinal. Pada penelitian ini, telah disintesis *PDMS* menggunakan proses polimerisasi adisi dengan mekanisme penumbuhan rantai polimerisasi, dengan monomer *octamethylcyclotetrasiloxane*, inisiator *Pottasium Hidroksida* dan terminator rantai *hexamethyldisiloxane*. Lama pencampurannya yaitu, 35 menit dan 40 menit, untuk mempelajari pengaruh waktu terhadap karakteristik *PDMS*. Sintesis *PDMS* yang dihasilkan antara 71% dan 73% dengan berbagai viskositas dalam rentang 1170 mPas dan 3550 mPas. Pengukuran spektroskopi *FTIR* ditemukan bahwa semua sampel didapati memiliki gugus fungsional dan struktur yang serupa dengan *PDMS* komersial. Pengukuran UV-Vis dan refraktometer, seluruh sampel memiliki transmitansi mendekati 100% dan indeks bias 1,3999 dan 1,4044. Pengaruh lama waktu pada *PDMS* adalah pada viskositas semakin lama waktu pencampuran semakin tinggi viskositas, pencampuran terjadi pada suhu 170°C, diaduk menggunakan magnetik stirrer dengan 300rpm dan konsentrasi *Pottasium Hidroksida* 1M. Dalam penelitian ini tahap propagasi untuk membentuk gel mulai terbentuk pada waktu 35 menit.

KataKunci: polimerisasi adisi, mekanisme penumbuhan rantai, polydimethylsiloxane

Abstract

PDMS is used as a substitute for vitreous humor in vitreoretinal surgery. In this research, *PDMS* has been synthesized using the addition polymerization process with the polymerization chain growth mechanism, with the octamethylcyclotetrasiloxane monomer, the initiator of Pottasium Hydroxide and the hexamethyldisiloxane chain terminator. The duration of mixing time is 35 minutes and 40 minutes, to study the effect of time on the characteristics of *PDMS*. *PDMS* synthesis was produced between 91% and 93% with various viscosities in the range of 1170 m.Pa.s and 3550 m.Pa.s. FTIR spectroscopic measurements found that all samples were found to have functional groups and structures similar to commercial *PDMS*. UV-Vis measurements and refractometer, all samples have transmittance to 100% and refractive index between 1.3999 and 1.4044. The effect of time on *PDMS* is on viscosity, the longer the mixing time, the higher the viscosity, mixing occurs at 170oC, stirred using magnetic stirrer with 300 rpm and 1M Pottasium Hydroxide concentration. In this study the propagation stage to form a gel began to form at 35 minutes.

Keyword: addition polymerization, chain growth mechanism, polydimethylsiloxane

1. Pendahuluan

Kasus ablasi retina di Indonesia terus meningkat setiap tahun. Ablasi retina adalah suatu kondisi di mana segmen neurosensori retina terpisah dari epitel retina. Pelepasan retina di mata manusia dapat disebabkan oleh pelepasan vitreous posterior akut (PVD), miopi, trauma okular, dan retinitis virus (Nusa dkk., 2015, Caramoydkk., 2015) Salah satu alasan pelepasan retina adalah perubahan sifat fisik, terutama viskositas humor vitreous yang berperan untuk menempatkan retina di tempatnya

(Swindle dkk. 2018, Gloor, 1987). Humor vitreous adalah cairan di rongga bola mata yang terdiri dari kolagen dan jaringan asam hialuronat (Lee, 1992). Perubahan viskositas dapat menyebabkan kerusakan humor vitreous. Operasi vitreoretinal dilakukan untuk mengembalikan fungsi retina dengan mengganti humor vitreous dengan cairan pengganti buatan (Snell, 1995, Nayak, 1999, Cavalieridkk.,2004).

PDMS sebagai salah satu pengganti humor vitreous umumnya digunakan dalam operasi vitreoretinal (Peymandkk., 1992,

Chiriladkk., 1994, Soman, 2003). Untuk cairan tamponade, PDMS lembam secara biologis dan kimia, nilai viskositas dan secara optic serupa dengan humor vitreous (Foster, 2008). Sebelumnya, telah dilaporkan efek konsentrasi KOH pada karakteristik PDMS seperti viskositas dan menemukan bahwa viskositas dapat disesuaikan dengan memvariasikan konsentrasi KOH (Gallernore dkk., 2006).

Di RS Mata Cicendo, vitreous humor umumnya diganti oleh PDMS dengan viskositas 1300 cSt dan 5500 cSt (Nusa dkk., 2010, 2000). Pada penelitian ini, disiapkan dua jenis PDMS dengan mengoptimalkan parameter sintesis seperti jumlah inisiator, suhu lingkungan dan waktu reaksi untuk memperoleh dua jenis PDMS yang memiliki sifat sama dengan PDMS komersial yang digunakan dalam operasi vitreoretinal.

2. Metode

Sintesis PDMS dengan proses polimerisasi adisi, menggunakan metode polimerisasi pembukaan cincin. Monomer dan terminator yang digunakan sebagai *raw material* dalam polimerisasi ini adalah Octamethylcyclotetrasiloxane (D4) dan Hexamethyldisiloxane (MM). Konsentrasi inisiator KOH adalah 0,5 M. Suhu pencampuran 170°C dan kondisi pengadukan dengan kecepatan 300 rpm.

Waktu reaksi polimerisasi bervariasi pada 30, 35 dan 40 menit. Setelah optimasi diperoleh dua jenis PDMS gel, setelah itu semua sampel dimurnikan untuk menghilangkan sisa KOH dan monomer.

Proses pemurnian dilakukan dengan melarutkan gel PDMS menggunakan pelarut non-polar lalu dicampurkan aquades-water, diukur pH fasa cair jika memenuhi pH = 7,

gel hasil diaduk pada suhu ruang selama 12 jam untuk menghilangkan kloroform sisa.

Semua sampel PDMS yang telah dimurnikan dikarakterisasi dengan viskometer SEKONIK VISCOMATE model VM-10A-MH untuk viskositas, refraktometer SEBAGAI SATU I-500 (Brix 0 ~ 90%) untuk indeks bias, Surf gauge untuk tegangan permukaan, spektrometer FTIR Perkin Elmer Spectrum 100 untuk deteksi kelompok fungsional dan spektrometer UV-Vis PG Instruments Ltd. model T + 70 untuk transmitansi. Sebagai perbandingan, sampel PDMS komersial 1300 cSt dan 5500 cSt juga dikarakterisasi.

3. Hasil dan Pembahasan

Proses polimerisasi adisi dengan metoda pembukaan cincin dengan waktu reaksi pada 35 menit (PDMS-A) dan 40 menit (PDMS-B) dihasilkan PDMS gel dengan nilai yield tinggi masing-masing 71,3% dan 72,9%. Nilai hasil yang tinggi menunjukkan bahwa proses yang disintesis secara efektif menghasilkan gel PDMS. Tabel 1 menunjukkan nilai viskositas, indeks bias dan tegangan permukaan untuk dua jenis sampel termasuk data PDMS komersial tipe 1300 cSt dan 5500 cSt.

Besaran viskositas PDMS-A adalah 1170 mPas yang sangat dekat dengan besar viskositas PDMS komersial 1080 mPas. Dengan meningkatkan waktu reaksi hingga 40 menit, besar viskositas meningkat menjadi 3420 mPas, yang juga sangat dekat dengan besar nilai PDMS komersial yang 5500 cSt. Hal ini menunjukkan bahwa waktu reaksi mempengaruhi rantai polimer sehingga berubah menjadi lebih panjang.

Tabel 1. Hasil karakterisasi dari dua jenis PDMS dengan waktu reaksi yang berbeda.

Sampel	Tegangan Permukaan $\times 10^{-3}(\text{N/m})$	Viskositas (mPas)	Index Bias	Waktu Reaksi (menit)
PDMS-A	21	1170	1.3999	35
Commercial PDMS of 1300 cSt	20	1080	1.4044	-
PDMS-B	20	3420	1.4007	40

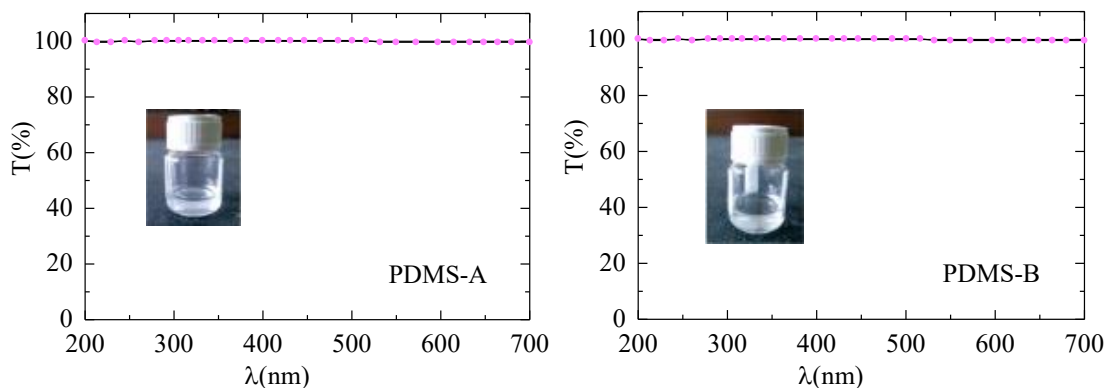
Sampel	Tegangan Permukaan $\times 10^{-3}(\text{N/m})$	Viscositas (mPas)	Index Bias	Waktu Reaksi (menit)
Commercial PDMS of 5500 cSt	19	3550	1.4040	-

Hasi l pengukuran indeks bias, PDMS-A dan PDMS-B memiliki nilai indeks bias sedikit lebih kecil dibandingkan dengan PDMS komersial. Untuk PDMS-A, nilai indeks bias adalah 1.3999 dan 1.4007 untuk PDMS-B. Namun, dibandingkan dengan indeks bias cairann vitreous, hasil PDMS saat ini memiliki nilai yang lebih dekat. Humour vitreous memiliki indeks bias di kisaran 1,3345 hingga 1,3348 (Peyman dkk., 1992, Chirila dkk., 1994).

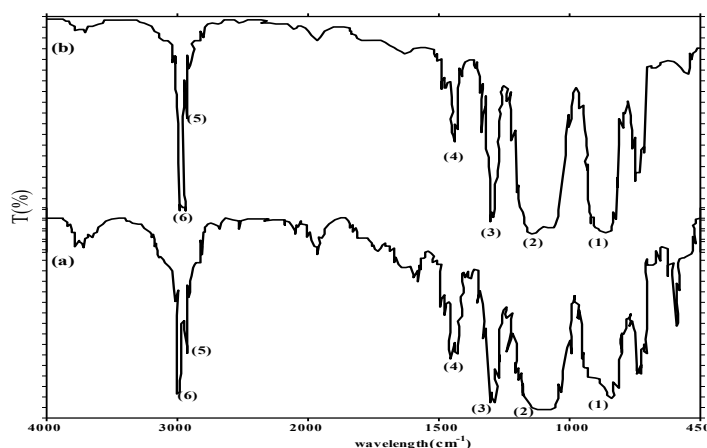
Properti lainnya adalah tegangan permukaan. Tegangan permukaan PDMS akan memengaruhi tegangan antarmuka dengan cairan sub-retina di rongga mata. Tegangan permukaan PDMS-A adalah $21 \times 10^{-3} \text{ N/m}$, dan PDMS-B $20 \times 10^{-3} \text{ N/m}$, yang hampir serupa dengan tegangan

permukaan PDMS komersial 5500 cSt. Kriteria PDMS lain untuk pengganti humor vitreus adalah transparan dan tidak dapat diserap (Nayak, 1999).

Dalam penelitian ini, transparansi sampel PDMS dapat diamati dari pola transmitansi. Kriteria PDMS lain untuk pengganti humor vitreus adalah transparan dan tidak dapat diserap (Nayak, 1999). Dalam penelitian ini, transparansi sampel PDMS dapat diamati dari pola transmitansi spektrum UV-Vis. Gambar.1 menunjukkan spektrum transmitansi PDMS-A (a) dan PDMS-B (b) dalam wilayah UV-Visible dalam kisaran antara 200 dan 700 nm. Sisipan gambar adalah contoh gel yang telah disintesis. Ditemukan bahwa semua sampel PDMS memiliki transparansi hampir 100%.



Gambar1. Spektrum transmitansi PDMS-A (a) dan PDMS-B (b).



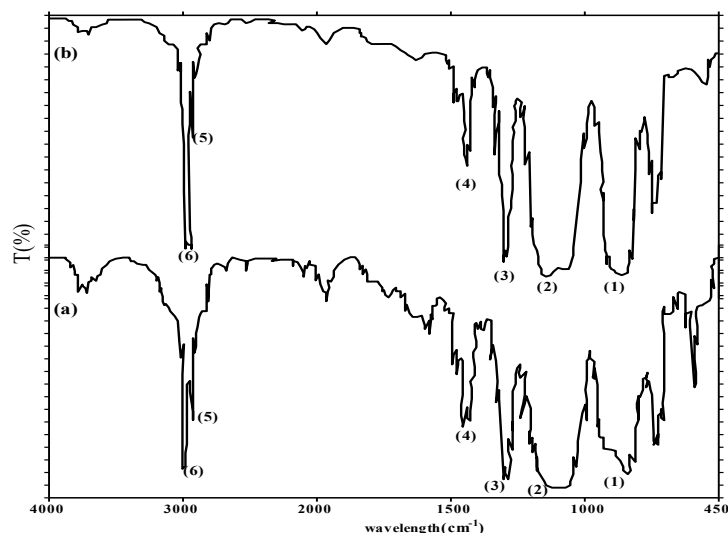
Gambar2. Spektrum IR PDMS komersial 1300 cSt (a) dan PDMS-A (b).

Gambar 2 menunjukkan spektra infra merah (IR) PDMS komersial 1300 cSt (a) dan PDMS-A (b). PDMS komersial 1300 cSt memiliki getaran stretching Si - C dan Rocking CH₃ pada 792 - 823,8 cm⁻¹ (1), getaran stretching Si-O-Si pada 1022,8 dan 1111,9 cm⁻¹ (2), getaran deformasi simetris CH₃ Si-CH₃ pada 1263 cm⁻¹ (3), getaran deformasi asimetris CH₃ Si - CH₃ pada 1412,3 cm⁻¹(4) dan getaran peregangan CH dari CH₃ pada 2905.5 dan 2971.7 cm⁻¹ (5) [13 , 14]. Kelompok fungsional PDMS-A umumnya mirip dengan PDMS komersial 1300 cSt. Pergeseran kecil dari Panjang gelombang diamati tanpa mengubah ikatan

khas seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2. Gambar. 3 menunjukkan spektrum IR PDMS komersial 5500 cSt (a) dan PDMS-B (b). PDMS komersial 5500 cSt dan PDMS-40 memiliki kelompok fungsional yang serupa dengan PDMS komersial 1300 cSt dan PDMS-A dengan Panjang gelombang yang sedikit bergeser. Semua spektrum FTIR menunjukkan kelompok fungsional struktur PDMS tanpa kelompok pengotor. Hasil ini menunjukkan bahwa PDMS dengan dua jenis viskositas berhasil disintesis dengan sifat yang mirip dengan PDMS komersial.

Tabel 2. Kelompok fungsional dari PDMS-A dan PDMS-B dengan waktu reaksi yang berbeda.

Functional group	Wavelength (cm ⁻¹)			
	PDMS 1300cSt	PDMS-A	PDMS 5500 cSt	PDMS-B
(1) Si - C stretching and CH ₃ rocking	792 - 823.8	807.2	815.1	804
(2) Si - O - Si stretching	1022.8, 1111.9	1075	1099.1	1084.4
(3) CH ₃ symmetric deformation of Si - CH ₃	1263	1260.3	1257.9	1264.9
(4) CH ₃ asymmetric deformation of Si - CH ₃	1412.3	1412.1	1412.3	1411.9
(5) CH stretching of CH ₃	2905.5, 2971.7	2905.6, 2963.6	2905.6, 2969.6	2905.4, 2965.1



Gambar 3. Spektrum IR PDMS komersial 5500 cSt (a) dan PDMS-B (b).

4. Simpulan

Sintesis PDMS dengan dua jenis viskositas berhasil dibuat dengan proses adisi menggunakan metode polimerisasi pembukaan cincin. Optimalisasi parameter yang disintesis seperti, konsentrasi KOH, suhu, kecepatan putar (rpm) dan waktu reaksi berhasil dilakukan. Waktu polimerisasi 35 menit menghasilkan PDMS dengan viskositas 1170 mPas, yang sangat dekat dengan viskositas PDMS komersial 1300 cSt. Waktu polimerisasi 40 menit menghasilkan PDMS dengan viskositas 3420 mPas, yang sangat dekat dengan viskositas PDMS komersial 5500 cSt. Semua sifat optik PDMS hasil sintesis mirip dengan sifat PDMS komersial. Semua spektrum FTIR menunjukkan kelompok fungsional struktur PDMS tanpa kelompok pengotor yang menunjukkan bahwa PDMS dengan dua jenis viskositas berhasil disintesis dengan PDMS berkualitas tinggi.

Ucapan Terma Kasih

Penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada Kemenristek dikti Indonesia atas dukungan keuangan pada Penelitian Dasar Unggulan Perguruan Tinggi (PDUPT) 2019 No. 6/E/KPT/2019. Karya ini juga didukung oleh Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat UPI No. 171A/UN40.D/PP/2019

Daftar Pustaka

- Nusa, H.S., Astuti, W., Kartasasmita, A.S., Virgana, R., Syakir, N., Bahtiar, A., Safriani, L. and Risdiana. 2015. Characterization of Optical and Structure Properties of Polydimethylsiloxanes. *Materials Science Forum*. ISSN: 1662-9752, 827, 99-104
- Caramoy, A., Kearns, V.R., Yau Kei Chan, Hagedorn, N., Poole, R.J., Wong, D., Fauser, S., Kugler, W., Kirchhof, B., and Williams, R.L. 2015. Development of emulsification resistant heavier-than-water tamponades using high molecular weight silicone oil polymers. *Biomaterials Applications 0* (0) 1–9
- Swindle, K.E., Hamilton, P.D., Ravi, N. 2008. *In Situ formation of hydrogels as vitreous substitutes: viscoelastic comparison to porcine vitreous*. *J Biomed Mater Res A*. 87(3):656-65
- Gloor, B.P. 1987. The vitreous, In: Adler's physiology of the eye clinical application, Moses RA, Hart WM (eds), the CV Mosby Co., MO, USA 246-267
- Lee, B. Litt, M., Buchsbaum, G. 1992. Rheology of the vitreous body, Part 1: viscoelasticity of human vitreous *Biorheology* 29, 521-533
- Snell, R. 1995. Head and Neck, In: *Clinical anatomy for medical surgery*,

- Little, Brown and Co., NY, USA, 723-725
- Nayak, P.L. 1999. Biodegradable polymers: oportunities and chalenges, *JMS Rev. Macromol. Chem. Phys.* C39, 481-505
- Cavalieridkk. 2004. Study of gelling behavior of poly (vinylalcohol)-methacrylate for potential utilization in tissue replacement and drug delivery. *Biomacromolecule* 5, 2439-2446
- Peyman, G.S., Conway, M.D., Caracorlu M. 1992. Evaluation of silicone gel asa long-term vitreous substitute in non-human primates, *Ophthalmic Surg.* 23, (12), 811-817
- Chirila, T.V., Tahija, S., Hong, Y., Vijayasekaran, S., Constable, I.J. 1994. Synthetic Polymers as materials for artificial vitreous body: review and recent advances, *J. Biometer. Appl.* 9, 121-137
- Soman, N., Banerjee, R. 2003. Artificial Vitreous Replacements. *Biomed. Mater. Eng.* 13, 59-74
- Foster, W.J. 2008. Vitreous substitute. *Expert. Rev. Ophthalmol.* 3(2): 211-218
- Gallernore, R.P., McCuen, H.B., Chapter 130. Silicone Oil in Vitreoretinal Surgery. *Surgicall Fourth edition.* Mosby Elsevier, 2006, p:2211-2234
- Caramoy, A., Schroder, S., Fauser, S., Kirchhof, B. 2010. In vitro emulsification assesment of news silicone oils. *Br. J. Ophthalmol.* 94, 509-512.
- Caramoy, A., Hagedorn, N., Fauser, S., Kugler, W., Grop, T., Kirchhof, B. 2011. Development of Emulsification-Resistant Silicone Oils: Can We Go Beyond 2000 mPas Silicone Oil?. *IOVS.* 52, (8).