

APLIKASI SILIKA MCM-41 SEBAGAI MATERIAL BERPORI DALAM ADSORPSI IBUPROFEN

APPLICATION OF SILICA MCM-41 AS POROUS MATERIAL TO IBUPROFEN ADSORPTION

Mustofa Ahda

Fakultas Farmasi Universitas Ahmad Dahlan
Email: mustofa_ahda@yahoo.com

ABSTRAK

Telah dilakukan kajian terhadap proses pemanfaatan MCM-41 sebagai padatan pendukung dalam transfer ibuprofen. MCM-41 disintesis menggunakan metode hidrotermal. Aplikasi MCM-41 sebagai padatan pendukung dilakukan dengan mengamati perubahan karakter MCM-41 baik struktur kristal MCM-41 dan kemampuan adsorpsinya terhadap ibuprofen. Hasil karakterisasi dengan difraksi sinar X terdeteksi 2θ : 22,62 dan 23,10. Hal ini menunjukkan bahwa kemampuan adsorpsi MCM-41 terhadap ibuprofen terdeteksi dengan penghilangan pelarut pada temperatur kamar. Hal ini juga dibuktikan dengan data kemampuan MCM-41 dalam mengadsorpsi ibuprofen mengalami kenaikan dengan bertambahnya konsentrasi ibuprofen.

Kata kunci: MCM-41, ibuprofen, adsorpsi

ABSTRACT

The Study of MCM-41 as a solid support in the transfer of ibuprofen has been done. MCM-41 was synthesized using a hydrothermal method. Application of MCM-41 as a solid support is observed in term of the changes of the MCM-41 structure such as crystal structure and adsorption ability to ibuprofen. The results of X-ray diffraction characterization detected 2θ : 22.62 and 23.10, respectively. This results show that the adsorption activity of MCM-41 to ibuprofen was detected by removal of solvent at room temperature. This is also evidenced in the data capabilities of MCM-41 to ibuprofen adsorption increased with increasing concentrations of ibuprofen.

Keywords: MCM-41, ibuprofen, adsorption

PENDAHULUAN

Pemanfaatan nanomaterial merupakan salah satu aplikasi dalam bidang farmasi sebagai pengontrol transfer obat. Penggunaan nanomaterial dalam transfer obat dikarenakan nanomaterial memiliki banyak kelebihan. Salah satu jenis nanomaterial yang banyak dikaji ialah MCM-41. MCM-41 merupakan material yang pertama diteliti oleh *mobil corporation*. Material ini memiliki struktur heksagonal dan mirip seperti sarang lebah (Kim, *et al.*, 1995). MCM-41 memiliki ukuran pori dalam kisaran 2- 50 nm sehingga disebut dengan material mesopori. Ukuran pori heksagonal pada MCM-41 ini menjadikan material tersebut dapat melakukan proses adsorpsi terhadap suatu obat. Kelebihan MCM-41 yang lainnya ialah luas permukaan yang besar. Ahda *et al.* (2011) berhasil mensintesis silika MCM-41 secara hidrotermal dengan luas permukaan mencapai 1000 m²/g.

Keunggulan ini dijadikan dasar utama pengembangan MCM-41 sebagai padatan pendukung dalam transfer obat. Regi (2012) menyatakan bahwa material silika

mesopori sangat potensial dalam *nanomedicine*. Oleh karena itu pemanfaatan luas permukaan dan ukuran pori yang besar pada MCM-41 diharapkan obat dapat masuk dan terdispersi dalam pori dan permukaan MCM-41, hal ini menyebabkan luas situs aktif obat meningkat sehingga mampu meningkatkan aktifitas obat.

Hal ini sesuai dengan yang dinyatakan Regi dan Balas (2008) bahwa aplikasi silika material dalam kedokteran dan bioteknologi dipengaruhi oleh struktur, komposisi kimia pada karakter dan sifat akhir materialnya. Pemanfaatan MCM-41 dalam dunia kedokteran dikarenakan nanopartikel MCM-41 memiliki sitotoksik yang rendah (Patil, *et al.*, 2011). Naik dan Ghosh (2009) menyatakan silika dan alumina mesopori merupakan material dasar yang dapat digunakan sebagai katalis, adsorben, dan padatan pendukung dalam enkapsulasi. Hal ini karena MCM-41 dapat mengatur lepasnya obat secara bertahap sehingga mengurangi terjadinya over dosis.

Dalam penelitian ini, obat yang digunakan sebagai objek ialah

ibuprofen. Ibuprofen merupakan jenis obat anti-inflamasi nonsteroid yang sering digunakan. Ibuprofen memiliki waktu paruh biologis yang pendek yaitu lebih kurang dua jam sehingga perlu digunakan berulang kali dalam sehari. Dalam bentuk tablet, ibuprofen pada umumnya diberikan dengan dosis 200 mg sampai 800 mg, tiga sampai empat kali sehari. Sistem pelepasan terkendali merupakan metode yang dapat digunakan untuk mengurangi efek samping terhadap sistem pencernaan dan mengatasi waktu eliminasi yang cepat. Salah satu metode yang dapat dilakukan adalah dengan cara enkapsulasi obat dalam ukuran kecil. Proses enkapsulasi ibuprofen pada matriks silika mesopori telah dilakukan oleh Anderson, *et al.* (2004) yang melaporkan bahwa serapan ibuprofen dengan heksan model adsorpsinya mengikuti model Langmuir. Proses enkapsulasi ibuprofen dalam MCM-41 dapat digunakan untuk obat yang digunakan oral dan memiliki banyak

kelemahan seperti waktu eliminasi yang cepat.

Penelitian ini dilakukan proses enkapsulasi ibuprofen pada

MCM-41 dalam media aquades. Untuk mengetahui keberhasilan proses sintesis dan proses enkapsulasi obat pada MCM-41 maka dilakukan karakterisasi dengan XRD, spektroskopi FTIR, dan uji kemampuan adsorpsi terhadap ibuprofen.

METODE PENELITIAN

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah: alat-alat gelas volumetrik, spektrofotometer IR (Shimadzu FTIR 8201 Prestige 21), XRD (Shimadzu XRD 6000) dan timbangan analitik. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: natrium silikat $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (27% SiO_2 , Merck), setiltrimetilammmonium bromida (CTAB, Merck), CH_3COOH (Merck), aquades, dan ibuprofen.

Jalannya Penelitian

Sintesis MCM-41

MCM-41 disintesis berdasarkan penelitian Ahda, *et al.* (2011) dengan komposisi molar campuran 1 SiO_2 : 0,25 CTAB : 0,29 Na_2O : 50 H_2O . Sebanyak 2,277 g CTAB dilarutkan dalam 18,882 g aquades selama 30 menit pada temperatur 60°C dan didinginkan.

Setelah itu ditambahkan 7,512 g Na_2SiO_3 tetes demi tetes dan dilakukan pemanasan pada temperatur 60°C selama 1 jam dengan diaduk sampai homogen dan didinginkan kembali. Kemudian pH campuran diatur pada pH 10 dengan menambahkan asam asetat 1 M dan dilakukan pengadukan selama 2 jam. Campuran dimasukkan dalam autoklaf dan dipanaskan pada temperatur 100°C , dengan variasi waktu hidrotermalnya selama 24 jam. pH akhir campuran menunjukkan kenaikan sampai pH 11. Campuran disaring dan dicuci dengan akuades sampai netral kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C semalam.

Kalsinasi dan karakterisasi MCM-41

MCM-41 yang disintesis kemudian dikalsinasi pada temperatur 550°C selama 5 jam dengan laju pemanasan $2^\circ\text{C}/\text{menit}$. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X dan spektrofotometri FTIR.

Adsorpsi Ibuprofen

Proses adsorpsi ibuprofen dilakukan dengan membuat larutan ibuprofen dengan konsentrasi 1mg/mL, 2 mg/mL, 3 mg/mL, 4

mg/mL dalam isopropanol yang dicampurkan dengan 0,1 g MCM-41 dan diaduk selama 30 menit pada suhu kamar. Kemudian untuk mengetahui ibuprofen yang masuk dikeringkan pada suhu 100°C kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan spektrum FTIR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi Nanopartikel MCM-41 dengan XRD

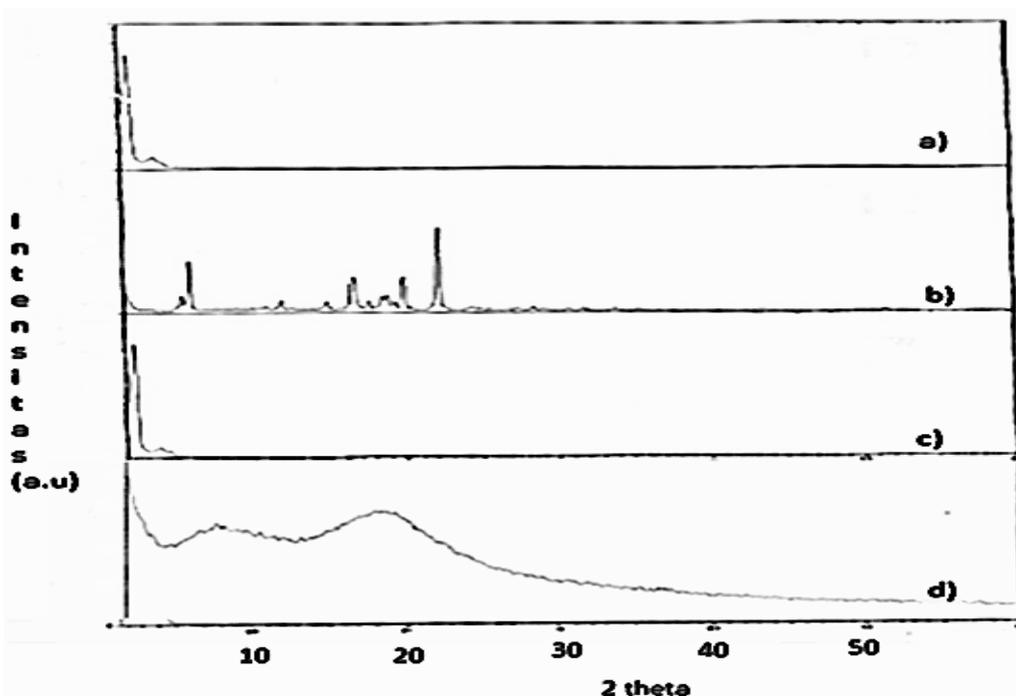
Penelitian ini melakukan sintesis MCM-41 secara hidrotermal dengan lama waktu 24 jam. Hasil sintesis MCM-41 pada penelitian ini memiliki kristalinitas yang tinggi dan tingkat keteraturan yang baik. Kristalinitas MCM-41 ditandai dengan munculnya puncak utama pada bidang [100] di daerah 2θ sekitar $2,08^\circ$ dengan intensitas yang tinggi dan keteraturan struktur heksagonal dari kristalin MCM-41 dan didukung dengan munculnya puncak-puncak lain sekitar 2θ pada daerah $4-5^\circ$ yang menunjukkan indeks bidang [110] dan [200] (Gambar 1).

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa MCM-41 memiliki kristalinitas yang baik dibandingkan dengan setelah

masuknya ibuprofen dalam MCM-41.

Hal ini dikarenakan adanya pergeseran struktur heksagonal MCM-41 sehingga menurunkan kristalinitas. Hal ini juga didukung dengan adanya perubahan unit sel (a_0) MCM-41 yang sedikit mengalami peningkatan (Tabel 1).

Gao, *et al.* (2012), menyatakan penurunan pada bidang [100] didaerah 2θ sekitar $2,08^\circ$ yang menandakan adanya proses adsorpsi ibuprofen.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X, a) MCM-41 sebelum adsorpsi, b) Ibuprofen, c) MCM-41 setelah adsorpsi Ibuprofen (Pengeringan 110°C), d) MCM41 setelah adsorpsi Ibuprofen (pengeringan pada suhu kamar)

Hasil Difraksi sinar-X ibuprofen (Gambar 1) menunjukkan adanya karakteristik puncak yang khas yaitu pada 2θ : 22,21 (100%); 5,97 (54%); 16,20 (37%); 19,97 (36%) dan puncak lainnya yang kecil-kecil. Akan tetapi setelah proses masuknya ibuprofen pada MCM-41 puncak-puncak tersebut

tidak muncul. Ada dugaan bahwa ibuprofen mengalami peleburan saat pengeringan MCM-41-ibuprofen dengan suhu 110°C . Hal ini karena titik lebur ibuprofen sekitar $75 - 78^\circ\text{C}$. Dugaan tersebut mendorong dilakukan pengeringan MCM-41 + ibuprofen pada temperatur kamar. Akan tetapi hasil karakteristik XRD

menunjukkan ada perubahan struktur kristal MCM-41 menjadi struktur amorf. Hal ini merupakan indikasi bahwa ibuprofen tidak masuk pada pori-pori MCM-41 akan tetapi menutupi rongga pori MCM-41 sehingga struktur kristal MCM-41 menjadi amorf.

Karakterisasi Nanopartikel MCM-41 dengan Spektroskopi IR

Karakterisasi nanopartikel dengan spektroskopi inframerah (IR) ditunjukkan untuk mendeteksi perubahan vibrasi gugus yang terjadi. Hasil spektrum IR memperlihatkan bahwa sintesis MCM-41 tidak menyebabkan perubahan bilangan gelombang pada hasil spektra inframerah. Serapan lebar yang muncul di daerah sekitar 3400-3500 cm^{-1} yang menandakan vibrasi gugus hidroksi (-OH) yang mungkin

berasal dari vibrasi gugus silanol dan serapan pada daerah sekitar 1636 cm^{-1} berasal dari vibrasi molekul air (Gambar 2).

Serapan pada bilangan gelombang 1240 cm^{-1} dan 1083 cm^{-1} merupakan vibrasi uluran asimetrik Si-O-Si dan serapan pada bilangan gelombang 795 cm^{-1} merupakan vibrasi uluran simetrik T-O-T (T= Si atau Al) dan serapan khas sekitar 463 cm^{-1} merupakan bentuk vibrasi tekuk TO_4 .

Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa proses adsorpsi ibuprofen pada MCM-41 tidak mempengaruhi vibrasi molekul atom-atom penyusun kerangka MCM-41. Tidak adanya vibrasi gugus-gugus khas dari ibuprofen seperti vibrasi benzene yang akan melakukan muncul pada

Tabel I. Karakter MCM-41 sebelum dan sesudah adsorpsi

Material	Parameter	
	Kristalinitas Relatif (%)	Unit Sel, a_0 (Å)
MCM-41	100	48,8
MCM-41 + Ibuprofen (T : 110 °C)	96	49,00
MCM-41 + Ibuprofen (Room Temperature)	7,5	41,48

keterangan: a_0 = unit sel pori dihitung dengan persamaan $\frac{2d}{\sqrt{3}}$

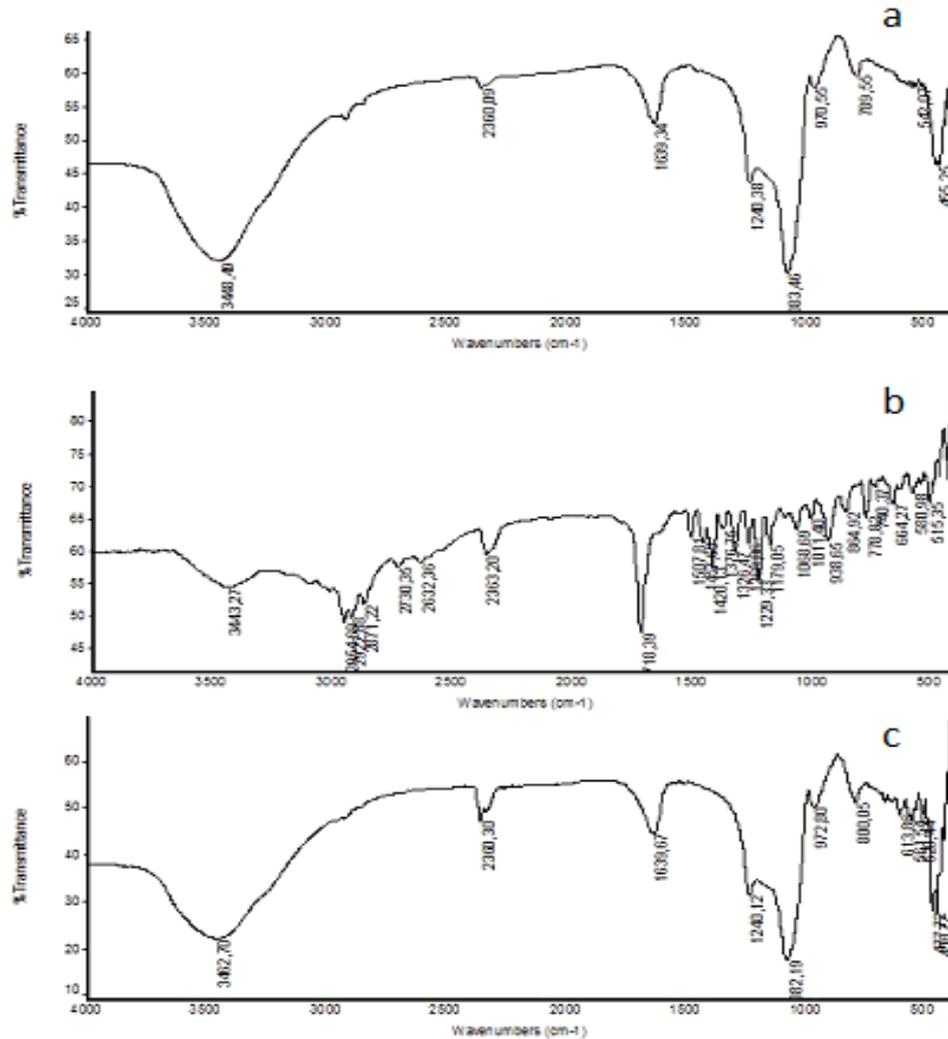
bilangan gelombang sekitar 1500 dan 1600 cm^{-1} , vibrasi alkena pada bilangan 3100 cm^{-1} dan vibrasi alkana pada bilangan 2800-2900 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur C-H dan didukung dengan muncul serapan pada bilangan gelombang 1489 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk C-H gugus metilen (-CH₂-). Karakter vibrasi gugus ibuprofen tidak terdeteksi setelah proses adsorpsi. Hal ini menandakan bahwa memang terindikasi bahwa ibuprofen mungkin tidak terdapat pada padatan nanopartikel MCM-41 yang disebabkan pengeringan material 110°C.

Aplikasi MCM-41 untuk Adsorpsi Ibuprofen

Penelitian ini menggunakan MCM-41 sebagai nanopartikel yang

berfungsi untuk mengadsorpsi ibuprofen. Kemampuan adsorpsi MCM-41 dapat dijadikan dasar proses enkapsulasi suatu obat pada padatan nanopartikel. Hal ini karena perkembangan modifikasi nanopartikel sebagai padatan pendukung sebagai sistem transfer obat terus berkembang baik dari organik maupun anorganik.

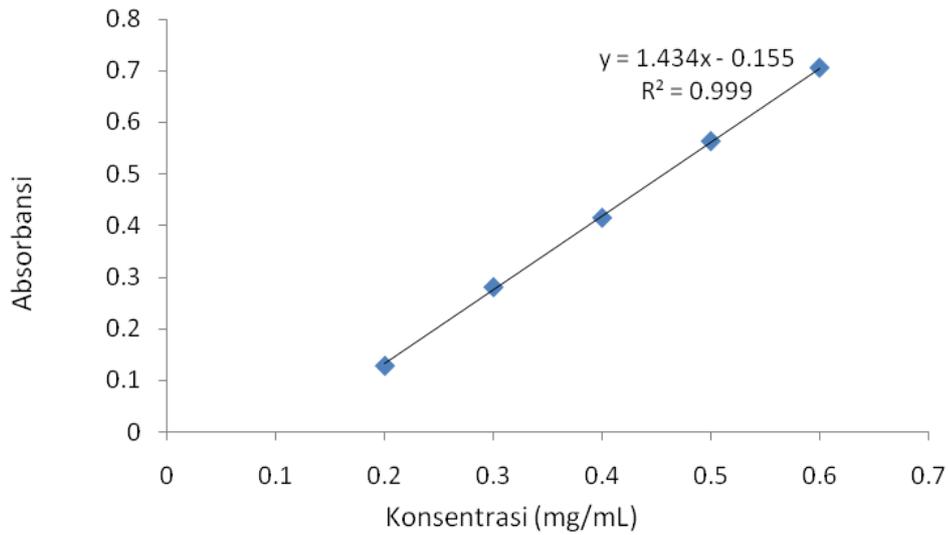
Senyawa ibuprofen menghasilkan serapan maksimum pada panjang gelombang maksimal 263,8 nm. Oleh karena itu proses immobilisasi ibuprofen juga akan dilakukan dalam kondisi netral sesuai dengan data panjang gelombang maksimal yakni 263,8 nm. Hasil penentuan panjang gelombang ibuprofen 263,8 nm dalam pelarut isopropanol kemudian



Gambar 2. Spektra inframerah: a) MCM-41 sebelum adsorpsi, b) Ibuprofen, c) MCM-41 setelah adsorpsi Ibuprofen

menjadi landasan panjang gelombang maksimum dalam membuat kurva kalibrasi dan penentuan aktifitas adsorpsi MCM-41. Kurva kalibrasi hubungan antara pengaruh konsentrasi ibuprofen terhadap absorbansinya memiliki linieritas yang baik dengan harga

$R^2 = 0,999$. Hasil ini mengindikasikan bahwa konsentrasi dengan absorbansi memiliki korelasi yang baik. Persamaan regresi linier mengikuti persamaan $y = 1,434 x - 0,155$. Persamaan tersebut memiliki *slope* sebesar 1,434 dan intersep sebesar 0,155 (Gambar 3).

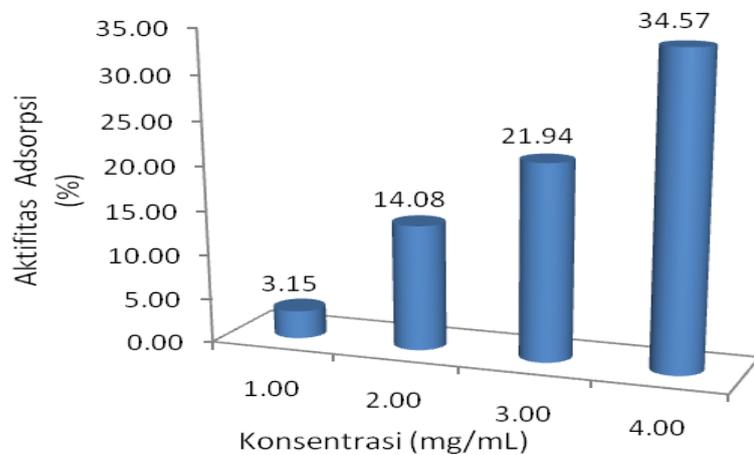


Gambar 3. Kurva Baku Ibuprofen yang menyatakan hubungan antara konsentrasi 0,2-0,6mg/mL dalam NaOH 0,1N dengan nilai absorbansinya

Penentuan Aktifitas adsorpsi MCM-41 terhadap Ibuprofen

Persamaan hasil kurva baku ibuprofen yang diperoleh digunakan sebagai daerah kerja pada penentuan aktifitas adsorpsi MCM-41. Hasil aktifitas MCM-41 memiliki kemampuan adsorpsi terhadap ibuprofen, bahkan dengan

ditingkatkannya konsentrasi larutan ibuprofen meningkat pula kemampuan adsorpsinya. Aktifitas MCM-41 dilakukan dalam waktu 30 menit dengan konsentrasi ibuprofen yang berbeda-beda (Gambar 4).



Gambar 4. Kemampuan MCM-41 dalam mengadsorpsi Ibuprofen

Hasil aktifitas adsorpsi MCM-41 terhadap ibuprofen masih mengalami kenaikan yang signifikan. Hal ini mengindikasikan bahwa kemampuan adsorpsi MCM-41 terhadap ibuprofen belum mencapai kesetimbangan. Kesetimbangan dapat terjadi jika permukaan silanol (Si-OH) dan rongga heksagonal MCM-41 telah mengadsorpsi ibuprofen menyeluruh secara *monolayer*. Pembentukan adsorpsi *monolayer* pada permukaan MCM-41 tersebut memungkinkan terjadinya pembentukan *multilayer* akan tetapi peningkatan adsorpsinya tidak signifikan bahkan aktifitasnya dapat mengalami proses desorpsi sehingga aktifitas adsorpsinya menurun.

KESIMPULAN

Material MCM-41 memiliki kemampuan adsorpsi terhadap ibuprofen hal ini diindikasikan dengan adanya penutupan pori pada MCM-41 sehingga membentuk struktur amorf dan adanya daya adsorpsi 34,57% pada konsentrasi ibuprofen 4 mg/mL.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahda, M., Sutarno., Kunarti, E.S., 2011, Pengaruh Penambahan Aluminat dan TMAOH terhadap Stabilitas Material Mesopori MCM-41, *Seminar Nasional Kimia VI*.
- Anderson, J., Rosenholm, J., Areva, S., Linden, M., Influence of Material Characteristics on Ibuprofen Drug Loading and Release Profile from Ordered Micro and Mesoporous Silica Matrices, *Chem. Mater.*, **16**: 4160-4167.
- Araujo, R.S., Costa, F.S., Maia, D.A.S., Sant`Ana, H.B., and Cavalcante Jr, C.L., 2007, Synthesis and Characterization of Al-MCM-41 and Ti-MCM-41 Materials: Application to Oxidation of Anthracene, *Braz. J. Chem. Eng.*, **24** (01) : 135 – 141.
- Gao, L., Sun, J., Zhang, L., Wang, J., Ren B., 2012, Influence of different structured channels of mesoporous silicate on the controlled ibuprofen delivery, *Materials Chemistry and Physics*, **135**: 786-797.
- Kim, J.M., Kwak, J.H., Jun, S., and Ryoo, R., 1995, Ion Exchange and Thermal Stability of MCM-41, *J. Phys. Chem.*, **99** (45): 16742-16747.
- Naik, B., and Ghosh, N.N., 2009, an A Review on Chemical Methodologies for Preparation of Mesoporous Silica and Alumina Based Materials, *Recent Patents on Nanotechnology*, **3**(3): 213-224.
- Patil, A., Chirmade, U.N., Trivedi, V., Lamprou, D.A., Urquhart, A., Douroumis, D., 2011,

Encapsulation of Water Insoluble Drugs in Mesoporous Silica Nanoparticles using Supercritical Carbon Dioxide, *J. Nanomedic Nanotechnol*, **2**:3.

Regi, M.V., 2012, *Mesoporous Silica Nanoparticles: Their Projection in Nanomedicine*, ISRN Materials Science.

Regi, M.V., and Balas, F., 2008, Silica Materials for Medical Applications, *The Open Biomedical Engineering Journal*, **2**: 1-9.

