

**PALM KERNEL OIL-BASED POLYESTER IN
FABRICATION OF POLYURETHANE
INCORPORATED MULTI-WALLED CARBON
NANOTUBES FOR WOUND DRESSING
APPLICATION**

NURUL NABILAH BINTI ZULKIFLI

**MASTER OF SCIENCE
UNIVERSITI MALAYSIA TERENGGANU**

2016

**PALM KERNEL OIL-BASED POLYESTER IN
FABRICATION OF POLYURETHANE
INCORPORATED MULTI-WALLED CARBON
NANOTUBES FOR WOUND DRESSING
APPLICATION**

NURUL NABILAH BINTI ZULKIFLI

MASTER OF SCIENCE

2016

NURUL NABILAH BINTI ZULKIFLI

**MASTER OF SCIENCE
UNIVERSITI MALAYSIA TERENGGANU**

2016

**PALM KERNEL OIL-BASED POLYESTER IN FABRICATION OF
POLYURETHANE INCORPORATED MULTI-WALLED CARBON
NANOTUBES FOR WOUND DRESSING APPLICATION**

NURUL NABILAH BINTI ZULKIFLI

**Thesis Submitted in Fulfillment of the Requirement for the Degree of Master of
Science in the School of Fundamental Science
Universiti Malaysia Terengganu
November 2016**

Dedicated To

My supportive supervisor (Dr. KA),

My beloved parents (Abah and Mama),

*My lovely siblings (Kaklong, Abangchaq, Daniel, Nabil, Adam, Kakak Iman and
Yayah),*

My sweetie niece (Jannah).

Abstract of thesis presented to the Senate of Universiti Malaysia Terengganu in fulfillment of the requirement for the degree of Master of Science

**PALM KERNEL OIL-BASED POLYESTER IN FABRICATION OF
POLYURETHANE INCORPORATED MULTI-WALLED CARBON
NANOTUBES FOR WOUND DRESSING APPLICATION**

NURUL NABILAH BINTI ZULKIFLI

November 2016

Main Supervisor : Khairul Anuar Mat Amin, Ph.D.

School : School of Fundamental Science

This study focused on the preparation of palm kernel oil-based polyurethane film incorporated multi-walled carbon nanotubes (MWNTs) and their tensile properties, thermal behaviour, water resistance, water vapour transmission rate (WVTR), cell studies and antibacterial properties were investigated. In this study, polyurethane (PU) was synthesized using palm kernel oil-based monoester polyol (PKO-p) and 2,4'-diphenylmethane diisocyanate (MDI) *via* pre-polymerization method. PU multi-walled carbon nanotubes (PU-MWNTs) composite films were prepared by solution casting technique. Nanoparticle fluid dispersions containing varying amount of MWNTs (0.01 wt.%, 0.04 wt.% and 0.08 wt.%, respectively denoted as PU-MWNT01, PU-MWNT04 and PU-MWNT08) were added into PKO-p resin and mixed by digital probe sonicator for 20 min followed by mixing with MDI to produce PU-MWNTs composite films. Fourier transform infrared spectroscopy revealed the presence of the urethane bond was observed in all the ATR-FTIR spectra of the PU and PU-MWNTs composite films. The appearance of carbonyl

peak (C=O) at $\sim 1720\text{ cm}^{-1}$ and the disappearance of isocyanate peak (-NCO) around $2270\text{ cm}^{-1} - 2250\text{ cm}^{-1}$ in PU and its composite films proved that the MDI had completely reacted with PKO-p to form polyurethane. The results show that PU-MWNT01 containing 0.01 wt.% of MWNTs demonstrated optimum tensile properties as it possessed high tensile stress, modulus and good flexibility compared to PU film and other PU-MWNTs composite films (PU-MWNT04 and PU-MWNT08). There are no significant difference in swelling values as well as water vapour transmission rate (WVTR) for PU film and PU-MWNTs composite films. All the prepared films showed low water uptake values (25%) and WVTR values at $\approx 200\text{ g m}^{-2}\text{ d}^{-1}$. Thermal studies showed that the PU-MWNTs composite films had higher T_g and better thermal property than PU film. Cell studies revealed that, PU and PU-MWNTs composite films are non-cytotoxic to human skin fibroblast cells (CRL2522) and cell proliferation was increased after incubated for 72 h. The *in-vitro* qualitative antibacterial results showed both PU and PU-MWNTs composite films exhibited bactericidal effect against Gram-positive (*Staphylococcus aureus* and *Bacillus cereus*) and Gram-negative (*Eschericia coli* and *Klebsiella pneumonia*) bacteria. In summary, incorporation of MWNTs in the PU matrix improved the mechanical and thermal properties with no cytotoxic effect against normal human skin fibroblast cells. The polyurethane-MWNTs composite films were found to be suitable for wound dressing applications as it meet the criteria of the wound dressing materials.

Abstrak tesis yang dikemukakan kepada Senat Universiti Malaysia Terengganu
sebagai memenuhi keperluan untuk ijazah Sarjana Sains

**POLIESTER BERASASKAN MINYAK ISIRUNG KELAPA SAWIT DALAM
PENGHASILAN POLIURETANA YANG MENGANDUNGI NANOTIUB
KARBON BERBILANG-LAPISAN UNTUK KEGUNAAN SEBAGAI
PENAMPAL LUKA**

NURUL NABILAH BINTI ZULKIFLI

November 2016

Penyelia Utama : Khairul Anuar Mat Amin, Ph.D.

Pusat Pengajian : Pusat Pengajian Sains Asas

Kajian ini menfokuskan kepada penyediaan filem poliuretana berasaskan minyak isirung kelapa sawit yang mengandungi nanotiub karbon berbilang-lapisan (MWNT) padanya dan sifat tegangan, termal, rintangan air, kadar penghantaran wap air (WVTR), kajian sel serta keupayaan sifat antibakteria filem komposit tersebut telah dikaji. Dalam kajian ini, poliuretana (PU) telah disintesis menggunakan polioli monoester berasaskan minyak isirung kelapa sawit (PKO-p) dan 2,4'-difenilmetana diisosianat (MDI) secara kaedah pra-pempolimeran. PU komposit filem yang mengandungi nanotiub karbon berbilang-lapisan telah disediakan menggunakan teknik larutan-tuang. Penyerakan cecair partikel nano yang mengandungi jumlah MWNTs yang berbeza (0.01 wt.%, 0.04 wt.% dan 0.08 wt.%, masing-masing ditandakan sebagai PU-MWNT01, PU-MWNT04 dan PU-MWNT08) telah ditambahkan ke dalam larutan PKO-p dan dicampurkan menggunakan sonicator digital berjarum perak panjang selama 20 minit dan diikuti dengan mencampurkan larutan tersebut dengan MDI untuk penghasilan filem komposit PU-MWNTs.

Analisis spektra FTIR telah menunjukkan kehadiran ikatan uretana dalam kesemua spektrum ATR-FTIR filem PU dan komposit PU-MWNTs. Kehadiran ikatan karbonil (C=O) pada $\sim 1720 \text{ cm}^{-1}$ dan ketiadaan ikatan isosianat (-NCO) sekitar $2270 \text{ cm}^{-1} - 2250 \text{ cm}^{-1}$ pada filem PU dan komposit PU-MWNTs membuktikan bahawa MDI kesemuanya telah bertindak balas dengan PKO-p untuk membentuk poliuretana. Hasil kajian mendapati, PU-MWNT01 yang mengandungi 0.01 wt.% MWNTs menunjukkan sifat tegangan yang optima kerana memiliki kekuatan tegangan dan modulus yang tinggi serta sangat fleksibel berbanding filem PU dan komposit PU-MWNTs (PU-MWNT04 dan PU-MWNT08) yang lain. Tiada perbezaan yang ketara dapat dilihat pada nilai pengembangan cecair dan kadar penghantaran wap air (WVTR) filem PU dan komposit PU-MWNTs. Kesemua filem yang telah disediakan menunjukkan nilai pengambilan air dan WVTR yang rendah iaitu sebanyak 25% dan $\approx 200 \text{ g m}^{-2} \text{ d}^{-1}$. Kajian termal menunjukkan filem komposit PU-MWNTs mempunyai nilai T_g yang tinggi dan sifat termal yang baik berbanding filem PU. Kajian sel mendapati filem PU dan komposit PU-MWNTs masing - masing bersifat tidak toksik ke atas sel kulit fibroblast manusia (CRL2522) dengan berlakunya peningkatan pada jumlah sel selepas diinkubasi selama 72 jam. Kajian kualitatif antibakteria secara *in-vitro* menunjukkan kedua-dua filem PU dan komposit PU-MWNTs mempamerkan kesan kematian bakteria ke atas bakteria Gram-positif (*Staphylococcus aureus* dan *Bacillus cereus*) dan Gram-negatif (*Escherichia coli* dan *Klebsiella Pneumoniae*). Kesimpulannya, penambahan MWNTs dalam matrik PU meningkatkan sifat mekanikal dan termal serta bersifat tidak toksik ke atas sel kulit fibroblas manusia. Filem komposit poliuretana-MWNTs juga didapati sangat sesuai digunakan sebagai penampal luka kerana memenuhi kriteria bahan penampal luka yang baik.