

**UJI PENGARUH PENGIKAT-SILANG METILENBISAKRILAMIDA (MBA) TERHADAP
KARAKTERISTIK POLIMER SUPERABSORBEN KITOSAN
TERCANGKOK ASAM AKRILAT (AA)**

**The Effect of Methylenebisacrylamide (MBA) As A Crosslinker Agent On Characteristics of
Superabsorbent Polymer Chitosan Grafted Acrylic Acid (AA)**

Umi Baroroh L.U., Azidi Irwan, dan Ma'rifatul Mahmudah
Program Studi S-1 Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat
Jl. A. Yani Km. 36 Banjarbaru Kalimantan Selatan
e-mail: liliutami@yahoo.com

ABSTRAK

Penelitian tentang uji pengaruh pengikat-silang metilenbisakrilamida (MBA) terhadap karakteristik polimer superabsorben kitosan tercangkok asam akrilat(AA) telah dilakukan. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan jumlah agen pengikat-silang MBA terhadap kapasitas absorpsi dan rasio *swelling* dari polimer superabsorben yang dihasilkan. Pembuatan polimer superabsorben dilakukan dengan memvariasi berat agen pengikat-silang MBA terhadap asam akrilat (AA). Berat agen pengikat-silang yang digunakan adalah 1,00; 1,25; 1,50; 1,75; 2,00; 2,25 dan 2,50% (b/b) dari asam akrilat. Hasil penelitian menunjukkan bahwa polimer superabsorben yang dihasilkan dengan variasi jumlah agen pengikat-silang MBA memberikan kenaikan dan penurunan terhadap kapasitas absorpsi dan rasio *swelling*. Nilai optimum yang dihasilkan terjadi pada 1,75% dengan nilai kapasitas adsorpsi pada akuades, sebesar 140,22 g/g, dan rasio *swelling* sebesar 109,44 g/g.

Kata Kunci: Kitosan, asam akrilat, metilenbisakrilamida, polimer superabsorbent

ABSTRACT

Research of the effect of methylenebisacrylamide (MBA) as a crosslinking agent on the characteristics of superabsorbent polymers chitosan grafted with acrylic acid (AA) has been conducted. The aim of this research was to determinethe effect of methylenebisacrylamide (MBA), amount as a crosslinking agent on the absorption capacity and swelling properties of superabsorbent polymer of the result. Preparation of superabsorbent polymer was done by varying the weight of MBA as crosslinking agent to acrylic acid (AA). The amount of crosslinking agent used was 1.00; 1.25; 1.50; 1.75; 2.00; 2.25; and 2.50% (w/w) from acrylic acid. The results were analyzed using FTIR spectroscopy (Fourier Transform Infrared). The results showed that the superabsorbent polymers which were produced by varying the amount of MBA crosslinking agent gives an increase and decrease the absorption capacity and swelling ratio along with the increasing amount of MBA added. The optimum value was obtained when the amount of MBA added was 1.75%, where the adorption capacity in distilled water was 140.22 w/w, and the swelling ratio was 109.44 w/ w.

Keyword: Chitosan, acrylic acid, methylenebisacrylamide, superabsorbent polymer

PENDAHULUAN

Polimer superabsorben pada mengabsorpsi air ratusan kali dari berat hakikatnya adalah polimer berikatan silang keringnya, tetapi tidak larut dalam air yang mempunyai kemampuan dikarenakan adanya struktur 3 dimensi

pada jaringan polimernya. Superabsorben merupakan materi yang sangat menarik karena sifat kelarutannya dan daya angkut air yang unik (Erizal, 2010). Berdasarkan morfologinya polimer superabsorben diklasifikasikan menjadi polimer superabsorben serbuk, partikel, bola, serat, membran, dan emulsi. Ditinjau dari jenis bahan penyusunnya terdiri atas polimer superabsorben makromolekul alam, semipolimer sintesis dan polimer sintesis, sedangkan jika dilihat dari proses pembuatannya dapat dibedakan menjadi polimer cangkakan dan polimer ikatan silang (Dayo, 2003). Penggunaan polimer superabsorben sangat banyak diantaranya digunakan sebagai bahan pengolahan limbah, media tumbuh tanaman, bahan pelapis anti bocor, pelindung jaringan kabel bawah tanah, bahan pembuatan kemasan barang dan bahan pemadam kebakaran.

Pada awalnya polimer superabsorben dibuat dari tepung, selulosa dan polivinil alkohol yang mempunyai gugus hidrofilik dan mempunyai daya afinitas yang tinggi terhadap air. Polimer superabsorben jenis ini mempunyai beberapa kelemahan diantaranya kapasitas absorpsinya relatif kecil, kurang stabil terhadap perubahan pH, suhu dan sifat fisik yang tidak bagus. Akhir-akhir ini pembuatan komposit polimer superabsorben dapat dilakukan dengan proses pencangkakan (*grafting*) polimer dengan bahan alam dan proses

penggabungan (*intercalating*) monomer dengan bahan alam kemudian diikuti proses polimerisasi (Swantomio *et al.*, 2008) dengan tujuan untuk memperbaiki kelemahan superabsorben sebelumnya.

Banyak penelitian yang dilakukan untuk memodifikasi polimer dengan bahan lain untuk meningkatkan kemampuan adsorpsi dan ketahanan sifat fisiknya dengan memanfaatkan bahan-bahan alam seperti kitosan. Kitosan merupakan polimer alami yang bukan hanya terdapat secara melimpah di alam, akan tetapi juga bersifat tidak beracun dan dapat terurai di alam. Pemanfaatan kitosan pada umumnya didapatkan dari kitin melalui proses deasetilasi. Penelitian yang telah dilakukan oleh Wang *et al* (2009 & 2007) dengan menggunakan bahan alam berupa kitosan mampu memperbaiki serapan air pada polimer superabsorben hingga 540 gg^{-1} (Wang, 2009) dan serapan air sebesar 240 gg^{-1} (Wang, 2007).

Proses pencangkakan (*grafting*) dapat dilakukan dengan metode kimia, yaitu dengan menggunakan bahan kimia inisiator polimerisasi, dan bahan pembentuk ikatan silang (*crosslinker*). Bahan pembentuk ikatan silang memiliki peran yang penting untuk membentuk sebuah hidrogel superabsorben untuk mencegah pembubaran rantai polimer hidrofilik dalam lingkungan berair (Pourjavadi, *et al.*, 2006) bahan pembentuk ikatan silang

metilenbisakrilamida (MBA) sering digunakan karena bahan ini merupakan komonomer yang paling banyak ditemukan serta didapatkan secara komersil. Hasil penelitian Wang (2007) didapatkan nilai yang optimum pada saat penambahan jumlah agen pengikat-silangnya sebesar 2,5% dan penelitian Wang (2009) sebesar 1,0%.

Pada penelitian ini akan difokuskan pada variasi penambahan jumlah agen pengikat-silang MBA dan mengetahui pengaruhnya terhadap karakteristik mengembang (*swelling*) dan kemampuan menahan air dari superabsorben berbasis asam akrilat dengan kitosan.

METODE PENELITIAN

Prosedur Kerja

Isolasi kitin dari serbuk kulit udang menjadi kitosan

Kulit udang sebanyak 100 g dicuci sampai bersih lalu dikeringkan dan dihaluskan, setelah itu dilakukan deproteinasi dengan NaOH 3,5% (b/v) pada kulit udang dengan perbandingan volume 1:10 pada suhu 120°C selama 90 menit. Selanjutnya disaring dan dicuci sampai bersih hingga diperoleh filtrat netral. Residu yang diperoleh didemineralisasi dengan HCl 1,0 M dengan perbandingan volume 1:10 pada suhu 120°C selama 60 menit, lalu disaring dan dicuci sampai diperoleh filtrat yang netral. Pada tahap ini telah

diperoleh kitin. Sebanyak 50 g kitin dideasetilasi dengan NaOH 50% (b/v) dengan perbandingan volume 1:20 (kitin : pelarut) pada suhu 120°C selama 90 menit, disaring. Kitosan yang diperoleh dicuci sampai diperoleh filtrat netral. Kitosan dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 4 jam. Hasil dikarakterisasi dengan instrumen Spektrofotometer FTIR.

Sintesis polimer superabsorben kitosan tercampok poli(asam akrilat)

Sintesis polimer poli asam akrilat kitosan (CTS-g-PAA) komposit superabsorben dilakukan dengan melarutkan 0,50 gram kitosan hasil dari preparasi dalam 30 ml larutan asam asetat (1%) pada labu leher tiga ukuran 250 ml kemudian diaduk dengan magnetik stirrer selama 30 menit. Suspensi dipanaskan pada temperatur 60°C selama 30 menit dengan dialiri gas nitrogen. Sebanyak 0,10 gram KPS sebagai inisiator ditambahkan dan diaduk selama 10 menit. Sebanyak 8 gram asam akrilat dan sejumlah tertentu dari MBA sebagai pengikat-silang ditambahkan ke dalam suspensi. Reaksi polimerisasi dilakukan pada temperatur 60°C dengan waktu reaksi 3 jam dengan pengadukan terus menerus menggunakan pengaduk listrik dan stirer. Produk hasil polimerisasi kemudian didinginkan pada suhu kamar dan dinetralkan dengan 1M larutan NaOH sampai pH 7. Gel polimer

dimasukkan ke dalam 250 ml metanol selama 24 jam, kemudian disaring dan dikeringkan pada suhu 60°C sampai berat konstan. Produk polimer yang dihasilkan kemudian digerus dan disaring hingga diperoleh polimer berukuran 40-80 mesh (180-380 mm). Untuk memperoleh formulasi terbaik, sintesis dilakukan pada variasi konsentrasi MBA yaitu 1; 1,25; 1,5; 1,75; 2; 2,25; dan 2,5% dari berat asam akrilat yang dipergunakan. Prosedur ini diadaptasi dari penelitian Wang *et al* (2007 & 2009), Sadeghi *et al* (2011).

Karakterisasi superabsorben menggunakan Fourier Transform Infra Red (FTIR)

FTIR digunakan untuk menganalisis gugus fungsi yang ada pada superabsorben. Polimer superabsorben dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C dan ditimbang sampai bobot tetap. Kemudian polimer superabsorben digerus halus. Sejumlah serbuk digerus dengan serbuk halus kalium bromida kering dengan perbandingan (1:200). Kemudian pada bilangan gelombang 500 cm⁻¹ hingga 4000 cm⁻¹. Us fungsi dengan FTIR pada MBA dan asam akrilat.

Kapasitas Absorpsi Air

Lima buah cuplikan polimer superabsorben direndam dalam akuades pada temperatur kamar selama 24 jam. Superabsorben yang telah mengembang kemudian dipisahkan dari akuades.

Kemampuan polimer superabsorben mengabsorpsi air (QH₂O) ditentukan dengan menimbang berat sampel mengembang (setelah proses absorpsi) dan dihitung dengan persamaan:

$$QH_2O = (m_2 - m_1) / m_1 \dots\dots\dots (1)$$

dimana m₁ dan m₂ adalah berat polimer kering dan berat polimer setelah absorpsi. Nilai QH₂O dihitung sebagai berat (gram) air per berat sampel (gram).

Pengujian Rasio Swelling Polimer Superabsorben dalam Larutan Air

Lima buah cuplikan polimer superabsorben ditimbang (W₀) kemudian polimer superabsorben kering direndam dalam 50 mL akuades. Setelah 30 menit polimer superabsorben dikeluarkan dari media perendaman, air permukaan polimer superabsorben disapu (dilap) dengan kertas saring. Selanjutnya polimer superabsorben ditimbang kembali (W_s). Setelah itu polimer superabsorbendirendam kembali ke dalam air dalam wadah yang sama untuk pengujian rasio swelling pada interval waktu 30 menit selanjutnya. Perlakuan yang sama dikerjakan untuk pengujian rasio *swelling* polimer superabsorben dalam waktu interval 30 menit lainnya hingga lama waktu 6 jam. Akhirnya polimer rasio *swelling* polimer superabsorben hasil pengujian pada masing-masing waktu perendaman dihitung dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Rasio swelling} = W_s/W_0 \dots\dots\dots (2)$$

W_s = berat polimer superabsorben dalam keadaan swelling (g)

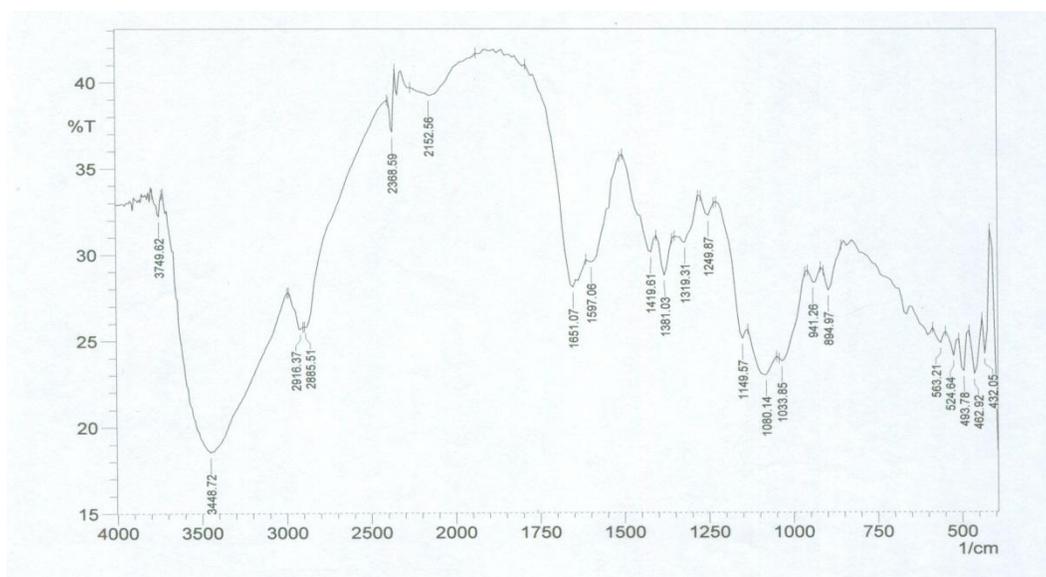
W_0 = berat polimer superabsorben dalam keadaan kering (g)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi Kitosan dari Kulit Udang

Proses isolasi pembuatan kitosan dari kulit udang dapat dilakukan melalui 3 tahap, yaitu tahap penghilangan protein (deproteinasi), penghilangan mineral (demineralisasi) dan selanjutnya proses deasetilasi. Kulit udang memiliki kandungan protein yang cukup besar. Protein ini berikatan dengan kitin sehingga untuk menghasilkan kitin, diperlukan proses untuk melepaskan ikatan protein dengan kitin

yang disebut deproteinasi. Proses deproteinasi, dimana serbuk kulit udang ditambahkan NaOH 3,5% dengan perbandingan 1:10. Tahap selanjutnya adalah tahap demineralisasi, yaitu tahap penghilangan mineral yang terdapat dalam kulit udang. Residu hasil dari proses deproteinasi ditambahkan dengan HCl 1 M dengan perbandingan 1:10. Pada tahap ini telah diperoleh produk berupa kitin. Kemudian untuk memperoleh produk kitosan tahapan berikutnya adalah tahap deasetilasi. Pada proses deasetilasi ini terjadi pemutusan ikatan antara karbon pada gugus asetil, dengan nitrogen pada kitin, menjadi gugus amina. Kitosan yang dihasilkan dari kulit udang dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR. Spektrum FTIR kitosan dapat dilihat pada Gambar 1.



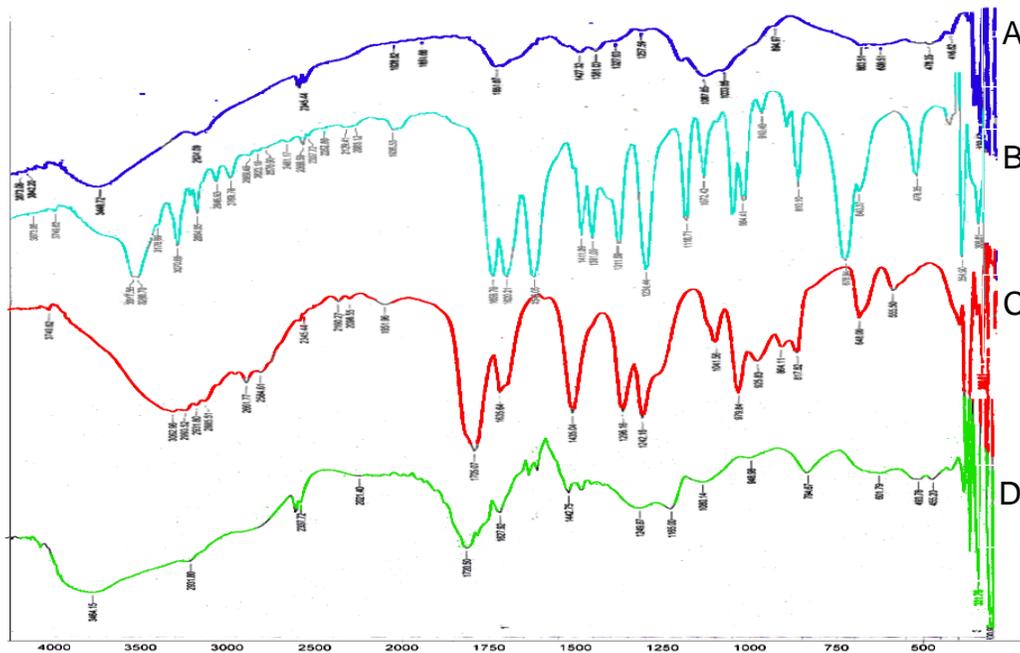
Gambar 1. Spektrum FTIR kitosan

Berdasarkan data spektrum FTIR pada Gambar 1 memperlihatkan adanya puncak serapan karakteristik kitosan yang berperan baik dalam proses polimerisasi, terdapat pada bilangan gelombang $3448,72 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus hidroksil (O-H) yang tumpang tindih dengan rentangan -NH . Melebarnya puncak serapan pada bilangan gelombang $3448,72 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan telah terjadi proses deasetilasi. Pada bilangan gelombang $1651,07 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus karbonil amida (R-NH-C=O) yang lemah menandakan proses deasetilasi telah berlangsung, pada $1597,06 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi gugus NH, serta diperkuat dengan munculnya vibrasi dari gugus C-O pada bilangan gelombang

$1080,14\text{-}1033,85 \text{ cm}^{-1}$. Hal ini membuktikan bahwa proses deasetilasi telah terjadi.

Sintesis Polimer Superabsorben Kitosan Tercangkok Poli(asam akrilat)

Proses pencangkakan kitosan pada monomer asam akrilat dapat diamati dari spektrum FTIR pada Gambar 2. Spektrum kitosan (A) dibandingkan dengan spektrum dari monomer AA (B) serta spektrum metilenbisakrilamida (C) dan polimer superabsorben yang disintesis. Polimer superabsorben yang di bandingkan adalah poimer dengan rasio persen berat MBA 1,75% dimana polimer ini memiliki nilai kapasitas absorpsi air dan rasio *swelling* paling besar pada penelitian ini.



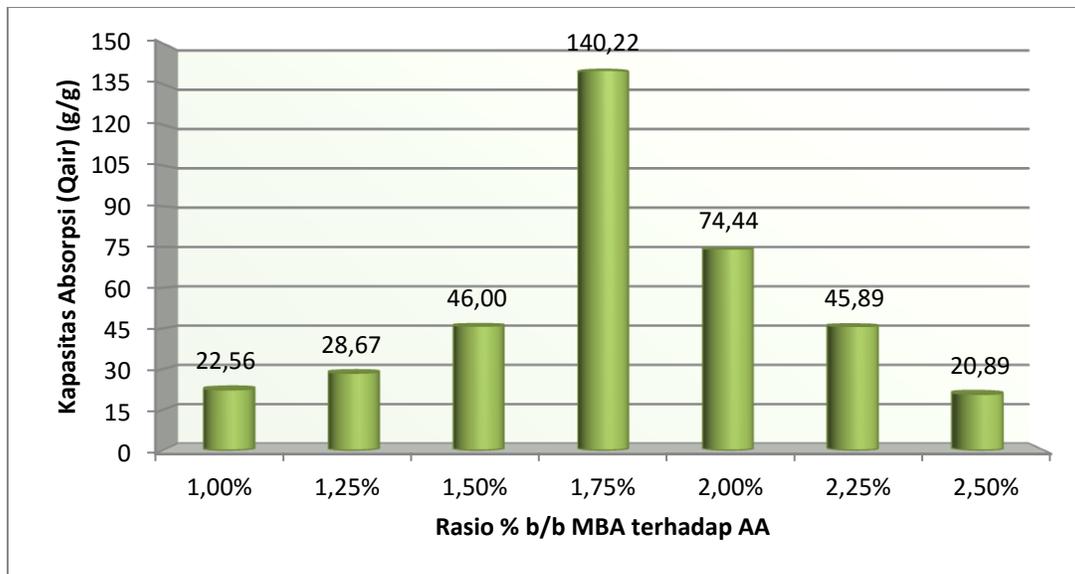
Gambar 2. Spektrum FTIR (A) kitosan, (B) monomer AA, (C) metilenbisakrilamida, dan (D) polimer superabsorben hasil sintesis

Berdasarkan Gambar 2 terdapat perbedaan pada spektrum kitosan, monomer AA, MBA, dengan polimer superabsorben hasil sintesis. Spektrum polimer hasil sintesis menunjukkan serapan pada bilangan gelombang sekitar $3471,87\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi dari gugus hidroksil pada kitosan yang tumpang tindih dengan rentangan -NH sehingga serapan yang muncul lebar dan sedang. Gugus -OH dan -NH digunakan dalam proses polimerisasi superabsorben, namun pada spektrum FTIR superabsorben hasil sintesis bilangan gelombang dari gugus -OH dan -NH tetap muncul, hal ini dikarenakan tidak semua -OH dan -NH pada kitosan mengalami reaksi polimerisasi sehingga pada spektrum FTIR superabsorben hasil sintesis gugus -OH dan -NH hanya mengalami vibrasi. Karakteristik lainnya yaitu dari spektrum yang tampak pada monomer AA, kitosan dan MBA yang muncul pada bilangan gelombang $1720,50\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi gugus -C=O. Untuk spektrum yang lainnya adalah pada $1635,64\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi khas dari gugus -C=C monomer AA namun mengalami pergeseran intensitas pada spektrum polimer superabsorben hasil sintesis hal ini menunjukkan bahwa

sebagian dari gugus -C=C telah dipakai pada saat proses polimerisasi dimana radikal kitosan yang terbentuk menyerang ikatan rangkap dua dari AA untuk membentuk pertumbuhan rantai polimer. Informasi ini memperlihatkan bahwa gugus-gugus tersebut digunakan pada bagian reaksi cangkok dengan monomer AA berdasarkan pada teori polimerisasi.

Analisis Kapasitas Absorpsi Air

Polimer superabsorben hasil dari sintesis ini diuji kapasitas absorpsinya berdasarkan pengaruh perbedaan rasio berat AA yang digunakan terhadap persen berat MBA yang ditambahkan. Berdasarkan data hasil yang didapatkan seperti yang terlihat pada Gambar 3, polimer superabsorben dengan rasio 1,75 % berat MBA terhadap berat AA mempunyai nilai kapasitas absorpsi air yang paling besar, yaitu $140,22\text{ g/g}$ terhadap berat kering polimer superabsorben jika dibandingkan dengan hasil sintesis polimer superabsorben yang lainnya. Hal ini jelas bahwa pada penambahan rasio MBA 1,75% struktur jaringan yang terbentuk bertambah menjadi lebih banyak dan lebih kuat sehingga ruangan untuk tempat masuknya air bertambah dan air yang masukpun dapat tertahan lebih lama.

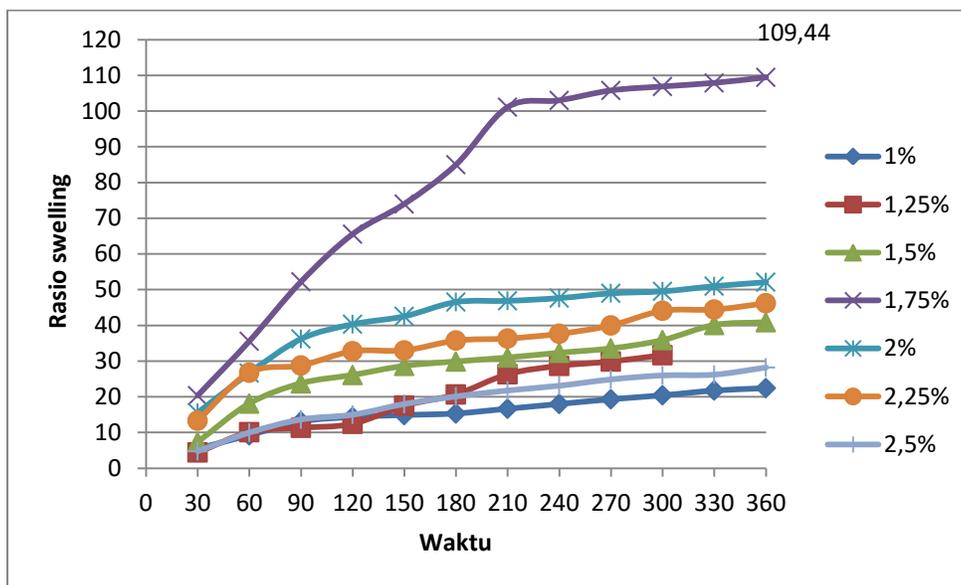


Gambar 3. Grafik hubungan variasi persen berat MBA terhadap berat AA dengan kapasitas absorpsi air (Q_{air})

Dapat dilihat pada Gambar 3 bahwa dengan berbagai konsentrasi MBA, yaitu 1,00; 1,25; 1,50; dan 1,75% menunjukkan kemampuan kapasitas absorpsi air yang cenderung meningkat. Selanjutnya jika konsentrasi agen pengikat-silang MBA terus ditingkatkan sampai 2,50% maka menunjukkan kapasitas absorpsi air yang mengalami penurunan. Terjadinya penurunan seperti ini disebabkan karena pada polimer tersebut banyak terbentuk jaringan yang lebih rapat sehingga pori-pori yang terbentuk pun menjadi lebih kecil sehingga akan menyebabkan polimer superabsorben tersebut menjadi sulit untuk mengabsorpsi cairan dan struktur dari polimer tersebut sulit untuk mengembang karena strukturnya yang kaku.

Fungsi lama waktu perendaman terhadap rasio *swelling* superabsorben

dalam air hasil penambahan %berat MBA terhadap berat AA hingga 2,50% dapat dilihat pada Gambar 4. Terlihat bahwa semakin lama waktu perendaman superabsorben hingga 6 jam, rasio *swelling* meningkat dan mencapai keadaan optimum untuk superabsorben dengan variasi %berat MBA 1,75% mengalami waktu optimum pada 270-360 menit. Rasio *swelling* superabsorben hasil sintesis ini relatif lebih besar dibandingkan rasio *swelling* superabsorben pada penambahan MBA lainnya. Hal ini terjadi disebabkan dengan bertambahnya jumlah MBA, kerapatan ikatan silang dalam superabsorben meningkat sehingga daya difusi air ke dalam jaringan superabsorben berkurang dan menyebabkan rasio *swelling* superabsorben relatif turun.



Gambar 4. Grafik pengaruh lama waktu perendaman dalam akuades terhadap rasio *swelling* superabsorben hasil sintesis dengan penambahan %berat MBA terhadap AA

KESIMPULAN

Penambahan konsentrasi agen pengikat-silang MBA akan memberikan kenaikan pada uji kapasitas absorpsi air dan rasio *swelling*, tetapi jika konsentrasinya terus ditingkatkan maka akan memberi kecenderungan penurunan kembali kapasitas absorpsi air dan rasio *swellingnya*. Polimer superabsorben yang dihasilkan dengan variasi jumlah agen pengikat-silang memiliki nilai optimum pada 1,75%.

DAFTAR PUSTAKA

Dayo G. 2003. Superabsorbent Polymer Composite (SAPC) Materials and their Industrial and High-Tech Applications. *Dissertation*. Der Technischen U at Bergakademie Fiberg University.

Erizal. 2010. Synthesis and Characterization of Crosslinked Polyacrylamide (PAAM)-Carrageenan Hydrogels Superabsorbent Prepared By Gamma Radiation. *Indonesian Journal of Chemistry*. 10(1):12-19.

Fakhrianny, L. 2010. Kajian pH dan Waktu Optimum Adsorpsi Pb(II) Oleh Kitosan Terlapiskan Pada Alumina. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Lambung Mangkurat. Banjarbaru.

Hargono, Abdullah, dan I. Sumantri. 2008. Pembuatan Kitosan Dari Limbah Cangkang Udang Serta Aplikasinya Dalam Mereduksi Kolesterol Lemak Kambing. *Reaktor*. 12(1): 53-57.

Pourjavadi, A., and G. R. Mahdavinia. 2006. Superabsorbency, pH-Sensitivity and Swelling Kinetics of Partially Hydrolyzed Chitosan-g-poly(Acrylamide) Hydrogels. *Polymer Research Laboratory*. Department of

Chemistry. Sharif University of Technology.

Sadeghi, M., Behrouz.H, and K. Montazeri. 2011. *Design a Biodegradable Hydrogel for Drug Delivery System*. World Academy of Science, Engineering and Technology. Department of Chemistry. Science Faculty. Islamic Azad University. Arak Branch. Arak. Iran.

Swantom, D., K. Megasari, dan R. Saptaji. 2008. Pembuatan Polimer Polimer Superabsorben Dengan Mesin Berkas Elektron. *JFN* vol 2 no. 2. ISSN. 1978-8738.

Wang, A., Q. Wang, and J. Liu. 2007 (1). Synthesis and characterization of chitosan-g-poly(acrylic acid)/sodium humate superabsorbent. *Carbohydrate Polymers* 70 166–173.

Wang, A., Q. Wang, and J. Zhang. 2007 (2). Synthesis and characterization of chitosan-g-poly(acrylic acid)/attapulgate superabsorbent composites. *Carbohydrate Polymers* 68 367–374.

Wang, A., W. Wang, and J. Liu. 2009. Synthesis, characterization, and swelling behaviors of chitosan-g-poly(acrylic acid)/poly(vinyl alcohol) semi-IPN superabsorbent hydrogels. *Project of the Ministry of Science and Technology*. China.