

PENGARUH PENAMBAHAN BENTONIT PADA SUPERABSORBEN POLIMER KOMPOSIT HIDROGEL BERBASIS SELULOSA

Nuri Astrini, Lik Anah dan Agus Haryono

Pusat Penelitian Kimia (P2K) – LIPI

Jl. Cisitua Sangkuriang, Bandung 40135

e-mail: n_astrin@yahoo.com

ABSTRAK

PENGARUH PENAMBAHAN BENTONIT PADA SUPERABSORBEN POLIMER KOMPOSIT HIDROGEL BERBASIS SELULOSA. Telah dilakukan sintesa hidrogel *Superabsorbent Polymer Composit (SAPC)* melalui reaksi kopolimerisasi cangkok (*graft copolymerization*) antara *Carboxymethyl Cellulose (CMC)*, asam akrilat (AA), potasium persulfat (KPS) sebagai inisiator dan *N,N'-Methylene (Bis) Acrylamide (MBA)* sebagai *crosslinker*. Proses pembuatan komposit dilakukan setelah proses polimerisasi selesai dengan menambahkan serbuk bentonit. Konsentrasi bentonit divariasikan dalam rentang 0 % w/w hingga 15 % w/w. Sebagai variabel tetap adalah asam akrilat 100 %, CMC 10 %, MBA 3,75 % w/w dan KPS 2,5 % w/w pada suhu 60 °C selama 5 jam. Pengaruh dari bentonit terhadap kemampuan penyerapan air hidrogel dipelajari, dimana hasil daya serap air tertinggi ditunjukkan oleh angka *swelling ratio* 54,38 g H₂O/g hidrogel jika jumlah bentonit yang ditambahkan 10 % w/w. Mekanisme reaksi kopolimerisasi cangkok, dan morfologi dari komposit juga dilakukan menggunakan *Fourier Transform-Infra Red (FT-IR)* dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*.

Kata kunci : CMC, Superabsorben komposit, Hidrogel, Daya serap air, Bentonit

ABSTRACT

THE EFFECT OF BENTONITE ADDITION ON SUPERABSORBENT POLYMER COMPOSITE HYDROGEL BASED CELLULOSE. Superabsorbent Polymer Composite (SAPC) hydrogel has been synthesized by graft copolymerization of mixture Carboxymethyl Cellulose (CMC), Acrylic Acid (AA), potassium persulfate (KPS) as initiator and N, N'-Methylene (Bis) Acrylamide (MBA) as crosslinker. Composite was prepared by adding bentonite to the polymer hydrogel. Concentration of bentonite were varied in range of 0 -15 wt%. As fixed variable were AA 100 wt%, CMC 10 wt%, KPS 2.5 wt% and MBA 3.75 wt% at 60°C for 5 hours. The effect of bentonite on water absorbency was discussed and the highest water absorbency of 54.38 g/g was obtain when the amount of bentonite in the feed was 10 wt%. The graft copolymerization reaction mechanism and morphology of the composite were also investigated by Fourier Transform-Infra Red (FT-IR) and Scanning Electron Microscope (SEM).

Key words : CMC, Superabsorbent composite, Hydrogel, Water absorbency, Bentonite

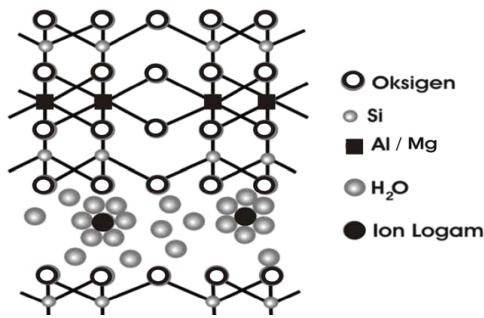
PENDAHULUAN

Material hidrogel *Superabsorbent Polymer Composite (SAPC)* merupakan jaringan polimer hidrophilik tiga dimensi dengan ikatan silang yang mampu membengkak (*swelling*) dalam air dan menahan air tersebut dalam keadaan bengkak (*swollen*) [1]. Berdasarkan sifatnya yang dapat menyerap air atau larutan dalam jumlah besar, hidrogel juga dapat melepaskannya secara terkendali, maka hidrogel diaplikasikan pada bidang pertanian, kesehatan, kosmetik dan *personal care* (pembalut wanita dan popok bayi) [2-5].

Namun demikian, kebanyakan superabsorben terbuat dari polimer sintesis, dari bahan asam akrilat dan

akrilamid yang tidak dapat terurai dengan baik, khususnya pada aplikasi pertanian dan perkebunan. Oleh karena itu banyak perhatian pada pembuatan polimer *SAPC* yang disiapkan melalui polimerisasi cangkok antara monomer vinil terhadap rantai polimer alam.

Selulosa adalah bahan organik alami yang tersedia melimpah di dunia dan dapat digunakan untuk preparasi berbagai jenis material baru. Turunan selulosa seperti *Carboxymethyl Cellulose (CMC)* dengan gugus *carboxymethyl* (-CH₂-COOH) yang terikat ke beberapa gugus *hydroxyl* dari monomer *glucopyronase* yang bersenyawa dengan batang tubuh selulosa memiliki



Gambar 1. Struktur monmorillonit [9]

aplikasi potensial sebagai polimer fungsional yang ramah lingkungan karena bersifat *biocompatible*, *biodegradable*, *renewable resources* dan tidak beracun yang dapat larut dalam air.

Akan tetapi dengan tingginya biaya produksi dan rendahnya kekuatan gel dari superabsorben yang dihasilkan, maka aplikasinya terbatas. Untuk meningkatkan keterbatasan ini maka dapat digunakan bahan anorganik dengan harga yang murah. Penambahan bahan anorganik *clay* sebagai *filler* pada matriks polimer antara lain akan memperbaiki sifat mekanik, meningkatkan daya serap air dan mengurangi biaya produksi superabsorben [6]. Beberapa peneliti terdahulu telah melakukan pembuatan superabsorben komposit, dengan menggunakan bahan anorganik seperti *attapulgit*, *vermiculite* dan *celite* [4, 7, 8].

Serbuk mineral bentonit adalah *clay* yang sebagian besar (75%) terdiri dari monmorillonit dan mineral-mineral minor lainnya. Bentonit merupakan lapisan oktahedral aluminium silikat yang mempunyai gugus -OH reaktif pada permukaan seperti terlihat pada Gambar 1. Jenis lempung ini menunjukkan sifat koloid yang kuat dan memiliki sifat mengembang jika bersentuhan dengan air. Pada superabsorben komposit biasanya terjadi interaksi antara serbuk mineral, bagian reaktif dari monomer dan polimer alam. [8, 9]

Peneliti melaporkan hasil sintesis superabsorben komposit melalui reaksi kopolimerisasi cangkok antara CMC dan AA menggunakan *N,N'*-methylene-bisacrylamide sebagai *crosslinker* dan potasium persulfat (KPS) sebagai inisiator dan bentonit dalam larutan. Pengaruh penambahan bentonit terhadap sifat superabsorben di pelajari dan hasilnya dikarakterisasi dengan menggunakan *FT-IR* dan *SEM*, serta daya serap air secara analisis *swelling ratio*.

METODE PERCOBAAN

Bahan

Carboxymethyl Cellulose (CMC), *Acrylic acid (AA)* 99,8% dari E-Merck, potasium persulfat (KPS) dari E-Merck, *N,N'*-Methylene (Bis) Acrylamid (MBA), NaOH dari E-Merck, aseton teknis dan bentonit diperoleh dari PT. Madu Lingga Persada (MLP).

Cara Kerja

Pembuatan Hidrogel CMC-g-PAA

Dalam reaktor gelas leher tiga volume 1 L yang dilengkapi dengan pengaduk mekanik dan kondensor, dimasukkan CMC 10 % w/w terhadap AA, kemudian dilarutkan dengan air suling (*aquadest*) dan di aduk hingga homogen pada suhu kamar. Larutan tetap diaduk dan dialiri gas N₂ selama 30 menit dan dipanaskan dengan penangas air (*water bath*) pada suhu 60 °C. Selanjutnya ke dalam larutan dimasukkan inisiator KPS 2,5 % w/w yang sebelumnya telah dilarutkan dengan sejumlah *aquadest* sebagai inisiasi polimerisasi cangkok (*graft*). Setelah pengadukan selama 30 menit kemudian dimasukkan 12 gram asam akrilik (AA) yang dinetralkan dengan 30% NaOH dan 3,75 % w/w *crosslinker MBA*. Jumlah volume *aquadest* dalam sistem diatur hingga level tertentu agar kecepatan pengadukan tetap. Setelah berjalan selama 5 jam proses sintesis, kemudian ditambahkan bentonit dan diaduk selama 15 menit untuk membuat hidrogel komposit, setelah itu ditambahkan larutan hidroquinon dan tunggu 5 menit maka reaksi selesai. Selanjutnya produk dikeluarkan dari reaktor dan dikeringkan pada suhu 40 °C hingga kering. Selanjutnya dilakukan pencucian dengan *aquadest* dua kali dan acetone satu kali kemudian dimasukkan ke dalam oven hingga kering.

Karakterisasi

Spektrum inframerah dari sampel dilakukan menggunakan pelet KBr dengan alat *FT-IR Prestige-21* Shimadzu spectrophotometer pada bilangan gelombang antara 4000 cm⁻¹ hingga 500 cm⁻¹. Fotomikrograf sampel dilakukan menggunakan alat *SEM (JSM-6360LA, JEOL, Ltd)* setelah sampel dilapisi dengan emas.

Pengujian Swelling Hidrogel Superabsorbent Polymer Composite dalam Air

Rasio *swelling* adalah ukuran kemampuan polimer dalam menyerap air, dan ini sangat menentukan aplikasi dari produk hidrogel *SAPC* yang dihasilkan. Rasio *Swelling* dilakukan dengan metode *tea-bag*. Berat jaring nilon kering ditimbang terlebih dahulu (W_n). Timbang sampel sebanyak 0,1 (W_o) gram dan dimasukkan dalam kantong kain nilon. Kemudian hidrogel kering direndam dalam air suling hingga waktu tertentu pada suhu ruang dan dibiarkan diikat diudara selama 15 menit dan ditimbang kembali sebagai (W_s). Selanjutnya hidrogel direndam kembali ke dalam air atau larutan dalam wadah yang sama untuk pengujian rasio *swelling* pada interval waktu tertentu hingga pada selang waktu 2 jam. Rasio *swelling* hidrogel hasil pengujian pada masing-masing waktu perendaman dihitung dengan menggunakan Persamaan (1) :

$$\text{Rasio Swelling} = \frac{W_t - W_o - W_n}{W_o} \dots\dots\dots (1)$$

Selain itu, dilakukan pula uji *Equilibrium Swelling (ES)* yaitu rasio *swelling* dari hidrogel pada keadaan maksimum setelah hidrogel direndam selama 24 jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

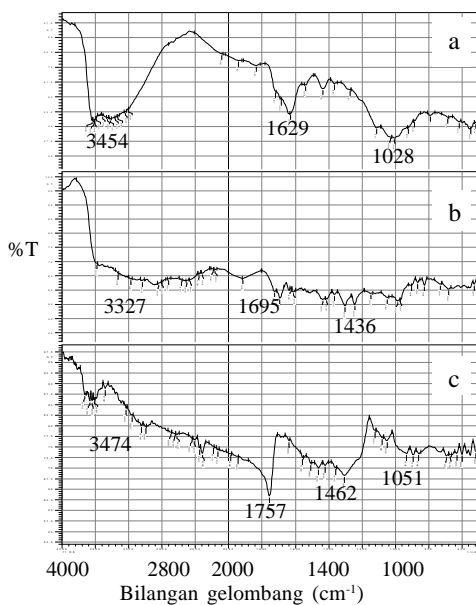
Spektrum Fourier Transfor-Infra Red

Mekanisme reaksi *graft copolymerization* dan gugus fungsi yang terbentuk telah dipelajari dengan spektroskopi *FT-IR* pada daerah 4000 cm⁻¹ hingga 500 cm⁻¹ yang disajikan pada Gambar 2.

Gambar 2(a) dari spektrum bentonit, pita serapan pada 1028 cm⁻¹ merupakan ciri dari regangan gugus -Si-O-Si-, pita serapan 1629 cm⁻¹ vibrasi atom-atom khas monmorilonit, puncak 3454 cm⁻¹ merupakan gugus OH. Pada Gambar 2(b) terlihat bahwa spektrum *CMC* pita serapan pada 1695 cm⁻¹ dan 1436 cm⁻¹ merupakan regang asimetrik dan simetrik dari gugus -COO-, ciri puncak absorpsi dari *CMC* muncul pada pita serapan 3327 cm⁻¹ sebagai gugus hidroksi (OH). Spektrum *CMC-g-PAA/Bent* komposit pada Gambar 2(c) muncul dua puncak serapan baru pada bilangan gelombang 1757 cm⁻¹ dan 1464 cm⁻¹ diduga merupakan reaksi antara gugus karboksilat pada *CMC* dan asam akrilik (AA) dengan gugus hidroksil pada bentonit, sedang puncak serapan 1051 cm⁻¹ sebagai gugus -Si-O-Si- dari bentonit [8].

Pengukuran Kapasitas Penyerapan Air

Proses komposit dilakukan dengan penambahan bentonit pada hidrogel *CMC-g-PAA* yaitu dengan



Gambar 2. Spektrum FT-IR dari (a) Bentonit, (b) *CMC* dan (c) *CMC-g-PAA/Bent* komposit

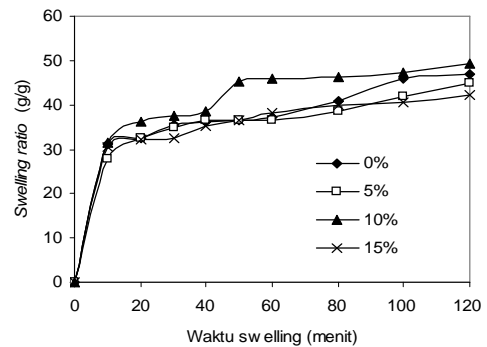
Tabel 1. Pengaruh jumlah bentonit terhadap sifat penyerapan air dari *SAPC* hidrogel

Sampel	Bentonit (wt%)	Keseimbangan Swelling (g/g)
CMC-g-PAA/Bent-0	0	49.62
CMC-g-PAA/Bent-5	5	49.83
CMC-g-PAA/Bent-10	10	54.38
CMC-g-PAA/Bent-15	15	42.63

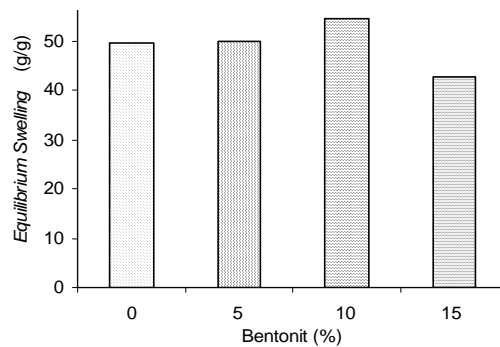
berbagai variasi jumlah rasio bentonit 5 %w/w, 10 %w/w dan 15 %w/w. Pengaruh jumlah bentonit terhadap sifat kemampuan menyerap air dari komposit hidrogel *CMC-g-PAA/Bent* yang dihasilkan disajikan pada Tabel 1, Gambar 3 dan Gambar 4.

Jelas terlihat bahwa banyaknya *micropowder* bentonit merupakan faktor penting yang mempengaruhi keseimbangan penyerapan air komposit superabsorben *CMC-g-PAA/Bent*, dimana daya serap air menurun dengan bertambahnya jumlah bentonit. Dengan adanya partikel mineral anorganik *clay* dalam jaringan akan berperan sebagai penambah titik jaringan. Densitas ikatan silang superabsorben komposit akan meningkat dengan meningkatnya jumlah bentonit sehingga akan menurunkan daya serap air [10].

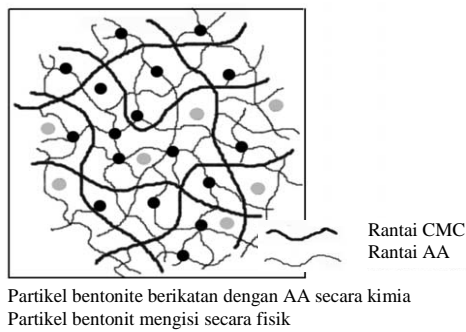
Terlihat dari Gambar 3 dan Gambar 4 bahwa dengan konsentrasi bentonit 10 %w/w AA memberikan *swelling* tertinggi dan pada penambahan bentonit lebih banyak akan menurunkan kemampuan *swelling* komposit hidrogel yang dihasilkan. Kecenderungan



Gambar 3. Pengaruh bentonit terhadap daya serap air *SAPC* hidrogel



Gambar 4. Keseimbangan *swelling* pada *SAPC* hidrogel dengan variasi konsentrasi bentonit

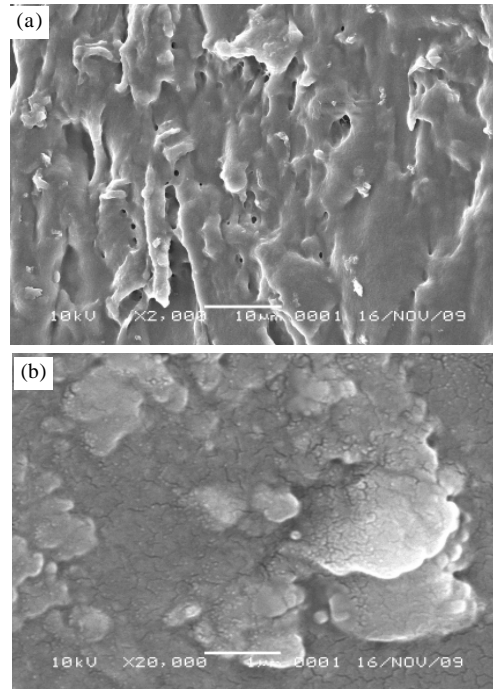


Gambar 5. Skema struktur dari *CMC-g-PAA/Bent* suprabSORben komposit

menurunnya kesetimbangan penyerapan (absorpsi) air dengan meningkatnya jumlah bentonit dapat memberikan fakta bahwa penambahan bentonit menghasilkan generasi yang mempunyai lebih banyak titik-titik (*points*) ikatan silang dalam jaringan polimer, sehingga akan menaikkan densitas ikatan silang komposit dan mengakibatkan penurunan elastisitas ikatan seperti ditunjukkan oleh Gambar 5. Hal ini juga terjadi pada penambahan dengan kaolin, *vermiculite*, *celite* dan *attapulgit* dikarenakan bahan anorganik yang ditambahkan pada preparasi komposit hidrogel merupakan serbuk mineral *hydrated layered aluminosilicate* dengan gugus reaktif OH^- pada permukaannya. Serbuk bahan anorganik /*clay* dapat disebarkan secara luas dalam air dan berikatan silang dengan *Acrylic Acid* (AA) [4, 7, 8, 11].

Namun demikian sifat dan kemampuan hidrogel dalam menyerap air sangat ditentukan pula oleh beberapa faktor seperti jenis bahan hidrogel dan derajat ikatan silangnya. Mekanisme pembuatan rantai *graft* yang umum adalah menggunakan polimerisasi radikal bebas yang mempunyai tiga tahapan proses, diantaranya inisiasi, propagasi dan terminasi. Proses inisiasi adalah proses pembentukan radikal bebas dari inisiator. Sedangkan proses propagasi adalah proses pertumbuhan polimer sebagai akibat dari penggabungan monomer-monomer ke dalam rantai radikal aktif yang kemudian dilanjutkan dengan proses terminasi yang merupakan proses penghentian propagasi. Beberapa kelompok inisiator radikal bebas yang banyak digunakan dalam polimerisasi antara lain : peroksida, persulfat, inisiator redoks dan senyawa azo.

Pada penelitian ini penggunaan inisiator potasium persulfat (KPS) menghasilkan hidrogel dengan daya serap air yang lebih kecil dibandingkan jika menggunakan inisiator benzoil peroksida (BPO) dan amonium persulfat (APS) yaitu berturut-turut sebesar 54,38; 126,56 dan 310 g $\text{H}_2\text{O}/\text{g}$ [8, 12]. Dari literatur diketahui bahwa inisiator KPS pada umumnya digunakan pada polimerisasi emulsi, sehingga besar kemungkinan pada polimerisasi cangkok pembentukan rantai *graft* tidak optimal [13]. Salah satu hal penting dari polimerisasi cangkok adalah tidak dikehendakinya



Gambar 6. Photo SEM dari hidrogel (a) *CMC-g-PAA* dan (b) *CMC-g-PAA/Bent* komposit

pembentukan homopolimer (B) yang tidak terikat secara kimiawi pada substrat polimer (A) sebagai tulang punggung. Homopolimer dapat terjadi jika inisiator yang digunakan menghasilkan radikal bebas dalam larutan sebelum membentuk makroradikal, sehingga akan berpengaruh pula pada reaksi ikatan silang menghasilkan jejaring polimer yang dapat menyerap air.

Analisis Scanning Electron Microscope

Karakterisasi terhadap morfologi permukaan hidrogel dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Foto SEM dari komposit hidrogel *CMC-g-PAA* dan *CMC-g-PAA/Bent* ditunjukkan pada Gambar 6. Dari Gambar 6(a) terlihat bahwa kopolimerisasi cangkok menghasilkan *CMC-g-PAA* dengan struktur yang porous dan jaringan melebar serta membentuk lubang-lubang. Pada Gambar 6(b) komposit *CMC-g-PAA/Bent* terlihat mempunyai permukaan yang kasar dan rapat, hal ini kemungkinan disebabkan oleh bentonit yang menyebar dan mengisi rongga-rongga. Dari hasil pengamatan fotomikro tidak terlihat adanya pemisahan fasa, sehingga dapat dinyatakan bahwa berdasarkan homogenitasnya maka hasil sintesis superabsorben merupakan hidrogel polimer komposit [11].

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa proses komposit hidrogel

dengan bahan organik polimer alam *Carboxymethyl Cellulose (CMC)* dan bahan anorganik bentonit melalui proses kopolimerisasi cangkok dalam larutan encer telah memberikan produk hidrogel dengan daya serap air tertinggi 54,38 g H₂O/g hidrogel yang dicapai dengan konsentrasi penambahan bentonit sebanyak 10 %w/w. Sesuai hasil analisis *FT-IR*, diketahui bahwa reaksi *grafting* terjadi antara gugus karboksilat (-COO-) pada *CMC* dan *acrylic acid (AA)* dengan gugus hidroksil (-OH) pada permukaan bentonit. *Swelling ratio* menurun hingga 22 % pada penambahan bentonit diatas 10 %w/w.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih disampaikan kepada Proyek Tematik DIPA PPKimia-LIPI yang telah mendanai penelitian ini. Juga terimakasih kepada saudara Hartini Sari Purwani, Yati Ruchyati, Hidayat dan Samsudin yang telah turut berpartisipasi dalam pelaksanaan percobaan di Laboratorium Proses Kimia.

DAFTAR ACUAN

- [1]. P. K. SAHOO and P. K. RANA, *J. Master Sci.*, **41** (2006) 6470-6475
- [2]. A. LL SUO, J. M. QIAN, Y. YAO and W. ZANG, *J. Appl. Polym. Sci.*, **103** (3) (2007) 1382-1388
- [3]. A. LI, J. ZHANG and A. WANG, *Bioresource Technology*, **98** (2007) 327-332
- [4]. J.P. ZHANG, A. LI and A. WANG, *Carbohidrat Polymers*, **65** (2006) 150-158
- [5]. G. PENG, S. M. XU and J. WANG, *Bioresource Tech.*, **99** (208) 444-447
- [6]. KIATKAMJORNWONG S., *Science Asia*, **33** (1) (2007) 39-43
- [7]. Y. XIE and A. Q. WANG, *J. Polym. Res.*, **16** (2009) 143-150
- [8]. A. POURJAVADI, M. S. AMINI-FAZL and M. AYYARI, *Express Polymer Letter*, **1**(8)(2007) 488-494.
- [9]. ARRYANTO, YATEMAN, *SEMNAS Kimia dan Pendidikan Kimia FMIPA Unnes*, (2006)
- [10]. J. W. CHEN and Y.M. ZHOA, *J. App. Polym. Sci.*, **74** (1999) 119-124
- [11]. K. KABIRI and M. ZOHURIAAN-MEHR, *Polymer for Advanced Technologies*, **14** (2003) 438-444.
- [12]. L. ANAH, N. ASTINI dan A.N. SUHARTO, *Berita Selulosa*, **45** (1) (2010) 1-8
- [13]. Material Safety Data Sheet, Potassium Persulfate, MSDS Ref.No.: 7727-21-1, Date Approved : 06/26/2009, Revision No.: 11, Trademark of FMC Corporation