

Optimasi produksi hidrogel CTS-G-PAA/PVA sebagai adsorben menggunakan metode respon permukaan (RSM)

Optimization of hydrogel CTS-G-PAA/PVA production as adsorbent using response surface methodology (RSM)

Desak Gede Sri Andayani*, Nuri Astrini, Lik Anah

Loka Penelitian Teknologi Bersih, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia
Jl. Cisitu Sangkuriang, Gedung 50, Kampus LIPI, Bandung 40135

*Penulis Korespondensi E-mail: desakgedesa@gmail.com

Diterima: 24 Oktober 2017

Direvisi: 30 April 2018

Disetujui: 14 Mei 2018

ABSTRACT

Chitosan (poly- β -1,4-glucosamine) is a water-insoluble natural polymer and an organic, hydrophilic, biocompatible and biodegradable solvent. The amino group in chitosan is more easily converted into cations in acidic solutions so it is strongly absorbing anions with electrostatic appeal, by adding and mixing synthetic polymers at the right ratio will improve the properties of chitosan as a biopolymer in dealing with environmental problems. The purpose of this study was to assess the capacity of water absorption and hydrogel formation in various chitosan variations on synthetic polymers. The experiment was carried out by surface response method using software Design Expert 6.06, 46 experiment variation, and eight center point with water absorption capacity (g/g) in response. The process was performed on a batch system, inert atmosphere, 1 L scale reactor with operating conditions was 90 °C and processing time for 4 hours. Variations of biopolymers and synthetic polymers were as follows: chitosan (CTS): (0.15-1.2) g, acrylic acid (AA): (2-4.5) g, polyvinyl alcohol (PVA): (0.5-3) g, benzoyl peroxide (BPO): (0.03-0.13) g, methylene bis-acrylamide (MBA): (0.01-0.21) g. Data was analyzed using ANOVA at 95% significant level. The water absorption capacity (WAC) for 24 hours was measured by gravimetric technique. The results showed that the variation of chitosan mixture as biopolymer with synthetic polymer influenced the water absorption capacity and hydrogel formation. The optimum water absorption capacity was 18.6 (g/g) in the composition (g): CTS 0.67; AA 3.25; PVA 1.75; BPO 0.08 and MBA 0.11. The formation of hydrogels is strongly influenced by the ratio of mixtures between natural polymers, monomers, synthetic polymers, initiators and crosslinking agents.

Keywords: chitosan, hidrogel, polimer, RSM, WAC.

ABSTRAK

Kitosan (poli- β -1,4-glukosamin) merupakan polimer alami bersifat tidak larut dalam air dan pelarut organik, hidrofilik, *biocompatible* dan *biodegradable*. Gugus amino pada kitosan lebih mudah berubah menjadi kation dalam larutan asam sehingga sangat kuat menyerap anion dengan daya tarik elektrostatis. Dengan menambahkan dan mencampur polimer sintetik pada rasio yang tepat akan meningkatkan sifat-sifat kitosan sebagai biopolimer dalam menangani permasalahan lingkungan. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengkaji kapasitas penyerapan air dan pembentukan hidrogel pada berbagai variasi kitosan terhadap polimer sintetis. Percobaan dilaksanakan dengan metode respon permukaan menggunakan perangkat lunak *Design Expert* 6,06, 46 variasi percobaan, dan delapan *center point* dengan kapasitas penyerapan air (g/g) sebagai respon. Proses dilakukan pada sistem *batch*, *inert atmosphere*, skala reaktor 1 L dengan kondisi operasi adalah suhu 90°C dan waktu proses selama 4 jam. Variasi biopolimer dan polimer sintetis sebagai berikut: kitosan (CTS): (0,15-1,2) g, *acrylic acid* (AA): (2-4,5) g, *polyvinylalcohol* (PVA): (0,5-3) g, *benzoylperoxide* (BPO): (0,03-0,13) g, *methylene bis-acrylamide* (MBA): (0,01-0,21) g. Data dianalisis menggunakan ANOVA pada taraf signifikan 95%. Kapasitas penyerapan air (WAC) selama 24 jam diukur dengan teknik gravimetri. Hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi campuran kitosan sebagai biopolimer dengan polimer sintetis mempengaruhi kapasitas penyerapan air dan pembentukan hidrogel. Kapasitas penyerapan air optimum adalah 18,6 (g/g) pada komposisi (g): CTS 0,67; AA 3,25; PVA

1,75; BPO 0,08 dan MBA 0,11. Terbentuknya hidrogel sangat dipengaruhi oleh rasio campuran antara polimer alam, monomer, polimer sintetis, inisiator dan agen ikatan silang.

Kata kunci: hidrogel, kitosan, polimer, RSM, WAC.

PENDAHULUAN

Hidrogel atau superabsorbent polimer (SAP) adalah sistem multi-komponen yang terdiri dari jaringan silang tiga dimensi rantai polimer dan air atau polimer hidrofil, tidak larut dalam air, tahan tekanan serta mampu menyerap cairan sampai 200 kali berat material hidrogel (Chen *et al.*, 2010; Ilić-Stojanović *et al.*, 2014; Povea *et al.*, 2011; Mahdavinia *et al.*, 2006).

Kitosan sebagai sumber daya polisakarida yang terdiri dari d-glukosamin dan N-asetil-d-glucosamine akan membentuk hidrogel dengan mengikat silangkan gugus amina yang terdapat pada rantainya (Liu *et al.*, 2011). Sebagai polimer alam, kitosan memiliki kelemahan dibandingkan dengan polimer sintetik yaitu dalam hal stabilitas daya serap yang lebih lemah dan mudah rusak dalam suasana asam serta suhu tinggi, sehingga perlu disubstitusi sifat fungsional unggul untuk menghasilkan hidrogel dengan sifat mekanis yang stabil (Hastuti *et al.*, 2016).

Polivinil alkohol (PVA) adalah polimer sintetis yang bertindak sebagai *interpenetrating agent* (IPN-agent). Sifatnya yang hidrofil akan memperbaiki sifat gel kitosan dengan cara menurunkan waktu gelasi dan meningkatkan kekuatan mekanik (Liu *et al.*, 2011).

Asam akrilat (AA) bertindak sebagai monomer, berfungsi untuk memperbaiki sifat-sifat kimia dan fisika hidrogel dimana kombinasi kimiawi kitosan dan polimer berbasis akrilik akan meningkatkan penyerapan serta sifat kimia yang stabil (Anah *et al.*, 2016). Hidrogel dengan asam akrilat (AA) mampu beradaptasi sesuai perubahan pH lingkungannya. Pada pH rendah hidrogel AA akan mengkerut (*unswelling/shrinking*) dan apabila pH bertambah tinggi hidrogel AA akan mengembang (*swelling*) (Aguilar *et al.*, 2007). Penerapan AA di-*graft* kopolimerisasi kitosan untuk meningkatkan hidrofilitasnya untuk menghasilkan hidrogel berbahan dasar kitosan sebagai *super absorbent* berkualitas tinggi.

BPO (*Benzoyl Peroxide*) sebagai inisiator dalam pembentukan radikal, inisiasi, propagasi untuk inisiasi pembentukan radikal bebas, monomer-monomer menjadi polimer kemudian terminasi. BPO berfungsi untuk inisiasi polimerisasi *grafting*, kemudian dengan

penambahan MBA terjadi ikatan silang untuk membentuk struktur tiga dimensi (Anah *et al.*, 2016).

N,N-Metilen bis akrilamid (MBA) mengandung dua ikatan rangkap yang reaktif terdiri dari gugus amina bersifat tahan hidrolisis sebagai penyambung silang yang dapat tergabung ke dalam dua rantai yang berbeda saat polimerisasi terjadi ikatan silang hanya terjadi di beberapa tempat saja (tidak disepanjang rantai) (Garner *et al.*, 1997). Dalam proses grafting polimerisasi diperlukan suatu agen pengikat silang agar terbentuk grafting dan ikatan silang untuk menghasilkan jejaring polimer yang dapat menyerap air. Diperlukan gugus aktif amina dalam suasana asam yang mampu berikatan dengan ion-ion logam dengan *crosslinking* (sambung silang) yang akan membentuk senyawa perantara untuk meningkatkan ketahanan kitosan terhadap asam. Selain meningkatkan kecepatan adsorpsi, ikatan silang (*crosslink*) berperan dalam menentukan elastisitas (ikatan deformasi plastis) dimana pada saat terjadi peregangan suatu material dapat kembali ke bentuk awal. Ikatan silang yang terjadi akan menyebabkan polimer yang terbentuk tidak dapat larut dalam air, akan tetapi kemampuan polimer untuk mengembang (*swelling*) turun selagi derajat ikatan silang meningkat (Bhattacharya *et al.*, 2009; Astrini *et al.*, 2016).

Penelitian ini bertujuan untuk optimasi kitosan yang digrafting oleh poly (AA)-co-PVA inisiator BPO serta MBA sebagai agen pengikat silang untuk menghasilkan hidrogel berkualitas tinggi menggunakan metode *Response Surface Methods* (Montgomery, 2009; Kaith *et al.*, 2014).

BAHAN DAN METODE

Bahan Penelitian

Chitosan (CTS), *acrylic acid* (AA) dan aseton teknis, *N,N-methylene bis acrylamide* (MBA) dari Sigma-Aldrich, polivinil alkohol (PVA), benzoil peroksida (BPO), asam asetat, dan NaOH p.a. dari E-Merck, gas nitrogen (N₂) dan akuades.

Peralatan Penelitian

Reaktor gelas leher tiga volume 250 ml yang dilengkapi dengan pengaduk mekanik, kondensor dan pemanas *oil bath*.

Metode Penelitian

Proses polimerisasi untuk produksi hidrogel

Preparasi polimerisasi dilakukan dalam reaktor dengan melarutkan serbuk CTS dalam larutan asam asetat 1% (v/v), sambil dilakukan pengusiran oksigen dengan mengalirkan gas N₂ ke dalam reaktor. Inisiator BPO dilarutkan dalam akuades kemudian dicampurkan dengan larutan CTS di dalam reaktor. Monomer vinil AA yang telah ditambah NaOH dimasukkan ke dalam reaktor, dilanjutkan dengan penambahan PVA, MBA sebagai agen ikatan silang dilarutkan dalam akuades dimasukkan ke dalam reaktor. Proses polimerisasi dilaksanakan pada suhu 90°C, 270 rpm selama 4 jam. Setelah proses selesai, larutan dinetralkan dengan menambahkan 6 N larutan NaOH. Kemudian dilakukan pencucian menggunakan larutan aseton lalu dikeringkan ke dalam oven pada suhu 60°C sampai beratnya konstan.

Penentuan water absorbance capacity (WAC) (g/g) melalui uji swelling

Uji *swelling* hidrogel dilakukan dengan menimbang contoh sebanyak 0,2 g yang diisikan ke dalam kantong nilon yang telah ditimbang sebelumnya. Kemudian melakukan perendaman sampel selama 24 jam pada suhu ruang. Rasio *swelling* dihitung menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Rasio } \textit{swelling} (\text{g/g}) = [(W_s - W_d) / (W_d)] \times 100 \quad (1)$$

dengan:

W_s = Berat contoh yang mengembang (*swollen*)

W_d = Berat contoh kering sebelum perendaman

HASIL DAN PEMBAHASAN

Strategi desain eksperimental berurutan berhasil meningkatkan kapasitas *swelling* hidrogel berbasis kitosan dengan dua kali lipat menjadi 200%. Hidrogel sangat sensitif terhadap pH dan hasil terbaiknya diperoleh mendekati pH netral dengan inisiator optimum untuk memaksimalkan nilai *swelling*. Parameter optimal lainnya adalah rasio monomer. Akhirnya eksperimen validasi menunjukkan keefektifan model (Kaith *et al.*, 2014).

Penelitian ini menggunakan *Central Composite Design* (CCD) yang terdiri dari 46

tempuhan termasuk 8 titik tengah (*center point*). Pada optimasi menggunakan CCD maka akan terdapat 8 titik pengamatan untuk tiap faktor yang ditinjau (-α), (-), (0), (+) dan (+α). Nilai-nilai tersebut untuk penelitian ini untuk masing-masing variabel CTS, AA, PVA, MBA, BPO disajikan dalam Tabel 2.

Variabel yang digunakan untuk optimasi pada metode RSM ini adalah CTS, AA, PVA, BPO dan MBA yang berturut-turut merupakan polimer alam, monomer, polimer sintetis yang larut air, inisiator dan agen pengikat silang yang sangat mempengaruhi terbentuknya hidrogel yang dihasilkan. Variabel tersebut diatas memiliki gugus hidrofil seperti -OH, -COOH, COO⁻, dan -CONH₂ yang terikat pada polimer digunakan untuk membentuk ikatan tiga dimensi pada hidrogel. Penelitian ini menggunakan rentang CTS (0,15-1,2) g, AA (2-4,5) g, PVA (0,5-3) g, BPO (0,03-0,13) g dan MBA (0,01-0,21) g.

Hasil penelitian untuk 46 tempuhan secara acak disajikan dalam Tabel 3. Dari 46 tempuhan tersebut, 8 tempuhan merupakan titik tengah (*center point*) untuk pemeriksaan *reducibility* dan estimasi kesalahan percobaan. WAC sebagai respon disajikan dalam kolom paling kanan.

Analisis varian (ANOVA) untuk hasil percobaan disajikan dalam Tabel 4 dan dilakukan dengan bantuan perangkat lunak *Design Expert* versi 6,0,6, dari analisis *fit summary* maka model yang disarankan dari hasil data tersebut adalah model linier.

Tabel 4, menghasilkan nilai F untuk model 4,13 yang menunjukkan bahwa model signifikan pada tingkat kepercayaan 95%. Sedangkan nilai p (*Prob>F*) model adalah kurang dari 0,05 (<0,0039) yang mengindikasikan bahwa secara keseluruhan variabel model signifikan. Hal ini berarti bahwa variabel dalam model mempunyai efek yang signifikan terhadap respon. Pada analisis di atas, variabel B merupakan variabel yang signifikan dengan nilai p (*Prob>F*) kurang dari 0,05. Sedangkan A, C, D, E tidak signifikan terhadap respon WAC, namun tetap diikutsertakan dalam model untuk mendapatkan model hirarki. Model persamaan matematika yang dihasilkan dari analisis data pada Tabel 4 disajikan dalam persamaan 2.

Tabel 1. Tempuhan optimasi produksi hidrogel.

Tempuhan	CTS (g)	AA (g)	PVA (g)	BPO (g)	MBA (g)	Respon
1	1,2	4,5	3	0,03	0,01	
2	0,15	2	3	0,13	0,13	
3	1,2	4,5	3	0,13	0,01	
4	1,2	4,5	3	0,13	0,13	
5	0	3,25	1,75	0,08	0,07	
6	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	
7	0,67	3,25	1,75	0,08	0	
8	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	
9	0,675	3,25	4,72	0,08	0,07	
10	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	
11	0,15	2	3	0,13	0,01	
12	0,67	3,25	1,75	0,08	0,21	
13	0,15	4,5	3	0,03	0,13	
14	0,15	2	3	0,03	0,01	
15	0,15	2	0,5	0,13	0,13	WAC (g/g) (24 jam)
16	0,67	0,28	1,75	0,08	0,07	
17	1,92	3,25	1,75	0,08	0,07	
18	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	
19	1,2	2	0,5	0,13	0,13	
20	1,2	2	3	0,03	0,13	
21	1,2	2	0,5	0,13	0,01	
22	1,2	4,5	0,5	0,13	0,13	
23	1,2	4,5	3	0,03	0,13	
24	1,2	4,5	0,5	0,03	0,01	
25	1,2	2	0,5	0,03	0,01	
26	0,67	3,25	1,75	0,2	0,07	
27	1,2	4,5	0,5	0,03	0,13	
28	0,15	4,5	0,5	0,03	0,01	
29	0,15	2	0,5	0,13	0,01	
30	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	
31	1,2	4,5	0,5	0,13	0,01	
32	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	
33	0,15	4,5	3	0,03	0,01	
34	0,15	2	3	0,03	0,13	
35	1,2	2	3	0,13	0,13	
36	0,15	4,5	3	0,13	0,01	
37	0,67	3,25	1,75	-1,4E-17	0,07	
38	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	
39	1,2	2	3	0,13	0,01	
40	0,15	2	0,5	0,03	0,13	
41	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	
42	1,2	2	0,5	0,03	0,13	
43	0,15	4,5	0,5	0,13	0,13	
44	1,2	2	3	0,03	0,01	
45	0,15	2	0,5	0,03	0,01	
46	0,67	3,25	-2,2E-16	0,08	0,07	

Tabel 2. Central Composite Design (CCD).

Variabel	(-)	(+)	(0)	(- α)	(+ α)
CTS	0,15	1,2	0,675	0	1,92
AA	2	4,5	3,25	0,28	4,5
PVA	0,5	3	1,75	-2,2E-16	4,72
BPO	0,03	0,13	0,08	-1,4E-17	0,13
MBA	0,01	0,21	0,11	0	0,13

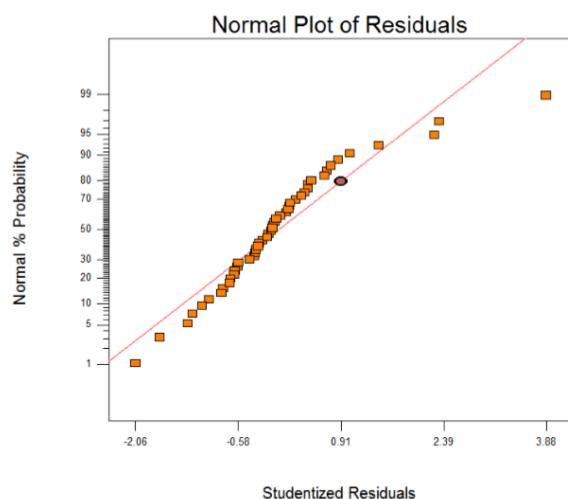
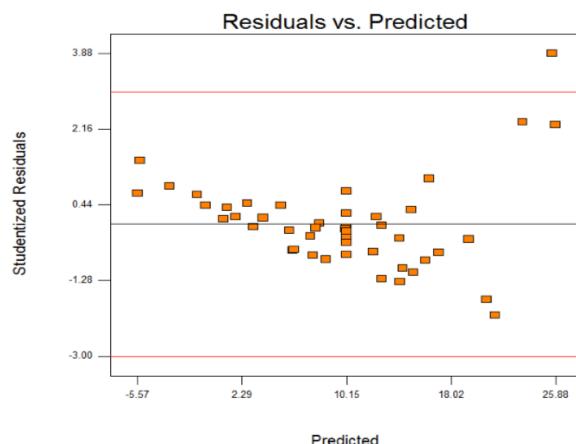
Tabel 3. Optimasi WAC dengan metode RSM.

Tempuhan	CTS (g)	AA (g)	PVA (g)	BPO (g)	MBA (g)	WAC (24 jam) (g/g)
1	1,2	4,5	3	0,03	0,01	9
2	0,15	2	3	0,13	0,13	14,2
3	1,2	4,5	3	0,13	0,01	18,5
4	1,2	4,5	3	0,13	0,13	15,8
5	0	3,25	1,75	0,08	0,07	0
6	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	13
7	0,67	3,25	1,75	0,08	0	0
8	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	18,6
9	0,675	3,25	4,72	0,08	0,07	12,5
10	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	9,3
11	0,15	2	3	0,13	0,01	8,4
12	0,67	3,25	1,75	0,08	0,21	3,9
13	0,15	4,5	3	0,03	0,13	3
14	0,15	2	3	0,03	0,01	2,6
15	0,15	2	0,5	0,13	0,13	3
16	0,67	0,28	1,75	0,08	0,07	1,7
17	1,92	3,25	1,75	0,08	0,07	7,6
18	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	6,9
19	1,2	2	0,5	0,13	0,13	5,4
20	1,2	2	3	0,03	0,13	5,1
21	1,2	2	0,5	0,13	0,01	4
22	1,2	4,5	0,5	0,13	0,13	10,5
23	1,2	4,5	3	0,03	0,13	4
24	1,2	4,5	0,5	0,03	0,01	7
25	1,2	2	0,5	0,03	0,01	9,7
26	0,67	3,25	1,75	0,2	0,07	7,7
27	1,2	4,5	0,5	0,03	0,13	5,7
28	0,15	4,5	0,5	0,03	0,01	10,85
29	0,15	2	0,5	0,13	0,01	4,4
30	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	5,6
31	1,2	4,5	0,5	0,13	0,01	0
32	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	8,4
33	0,15	4,5	3	0,03	0,01	27,1
34	0,15	2	3	0,03	0,13	4,6
35	1,2	2	3	0,13	0,13	0
36	0,15	4,5	3	0,13	0,01	0
37	0,67	3,25	1,75	-1,4E-17	0,07	0
38	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	7,6
39	1,2	2	3	0,13	0,01	3,5
40	0,15	2	0,5	0,03	0,13	9,6
41	0,67	3,25	1,75	0,08	0,07	6,5
42	1,2	2	0,5	0,03	0,13	5,89
43	0,15	4,5	0,5	0,13	0,13	47,3
44	1,2	2	3	0,03	0,01	5,8
45	0,15	2	0,5	0,03	0,01	2,1
46	0,67	3,25	-2,2E-16	0,08	0,07	0

Tabel 4. Analisis varian (ANOVA) untuk model linier dengan respon WAC.

Variabel	Sum of Squares	DF	Mean Square	F Value	Prob > F
Model	2608,14	5	521,63	4,13	<0,0039
A	364,34	1	364,34	2,88	0,0970
B	1793,77	1	1793,77	14,19	0,0005
C	46,69	1	46,69	0,37	0,5467
D	234,31	1	234,31	1,85	0,1806
E	170,42	1	170,42	1,35	0,2522
Residual	5309,45	42	126,42		

$$WAC = 11,56 - 3,14 A + 6,62 B - 1,12 C + 2,48 D + 3,59 E \quad (2)$$

**Gambar 1.** Kurva probabilitas normal untuk respon WAC.**Gambar 2.** Residual dan prediksi respon untuk WAC.

Model yang dihasilkan perlu diperiksa kecukupan modelnya meliputi *normal probability plot* dan *residual plot*. Gambar 1 merupakan normal probability plot dari residual dan memperlihatkan bahwa residual secara umum berada pada garis lurus yang berarti kesalahan terdistribusi secara normal. Sedangkan Gambar 2

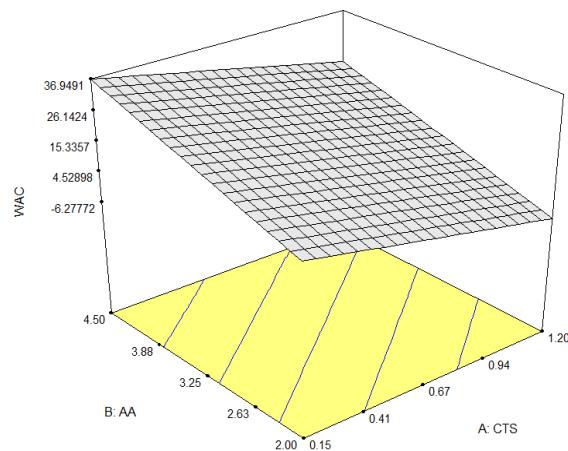
menunjukkan bahwa residual tidak menunjukkan pola tertentu (acak). Dengan demikian, dari pengujian kecukupan model tersebut maka model menjadi akurat untuk memprediksi produksi hidrogel dengan tinjauan variabel CTS, AA, PVA, BPO, dan MBA. Pengaruh CTS, AA, PVA, BPO dan MBA terhadap WAC dapat terlihat dari profil kurva tiga dimensi seperti disajikan dalam Gambar 3, 4, 5, 6 dan 7.

Pengaruh dari CTS (g) dan AA (g) terhadap WAC pada PVA, BPO, MBA (1,75; 0,08; 0,11) g dapat dilihat jelas pada Gambar 3. Semakin meningkat jumlah CTS (polimer alam) sampai optimum 0,67 gram menyebabkan semakin menurunnya nilai WAC. Hal ini terjadi karena adanya ikatan silang. Ikatan silang dalam hidrogel ini akan menurunkan fleksibilitas. Meningkatnya rasio ikatan silang akan menurunkan WAC karena konsentrasi ikatan silang yang lebih tinggi menyebabkan titik silang yang lebih banyak dalam jaringan polimer sehingga menurunkan ruang bebas antara rantai polimer akibatnya struktur kaku jaringan polimer yang sangat berikatan silang meningkat dan daya serap air menurun (Liu *et al.*, 2011).

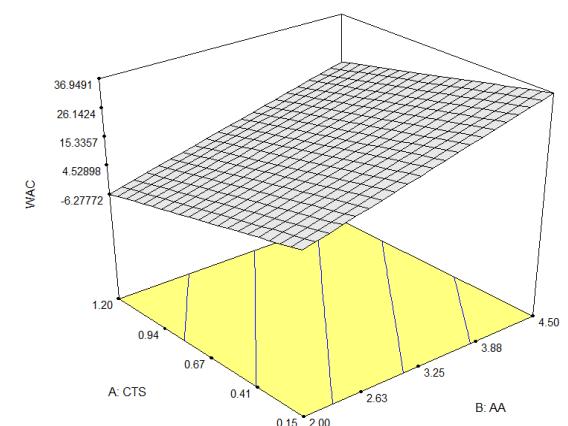
Pengaruh dari AA (g) dan CTS (g) terhadap WAC pada PVA, BPO, MBA (1,75; 0,08; 0,11) g dapat dilihat jelas pada Gambar 4 semakin meningkat jumlah AA (monomer) sampai optimum 3,25 gram menyebabkan semakin meningkatnya nilai WAC. Sebagai rasio berat AA untuk CTS meningkat, semakin banyak molekul monomer yang tersedia di sekitar situs propaganda rantai CTS makro radial bisa jadi dicangkokkan ke tulang punggung CTS, yang meningkatkan efisiensi pencangkokan peningkatan hidrofilisitas yang super absorben, kemudian menghasilkan peningkatan daya serap air. Berat molekul polimer yang dihasilkan mencangkok rantai PAA ke tulang punggung CTS meningkat dengan meningkatnya rasio berat AA terhadap CTS, yang menyebabkan membaiknya penyerapan air (Liu *et al.*, 2011).

Pengaruh dari PVA (g) dan CTS (g) terhadap WAC pada PVA, BPO, MBA (1,75; 0,08; 0,11) g dapat dilihat jelas pada Gambar 5, peningkatan jumlah PVA sampai optimum 1,75 gram sebagai polimer sintetis tidak berpengaruh terhadap peningkatan nilai WAC.

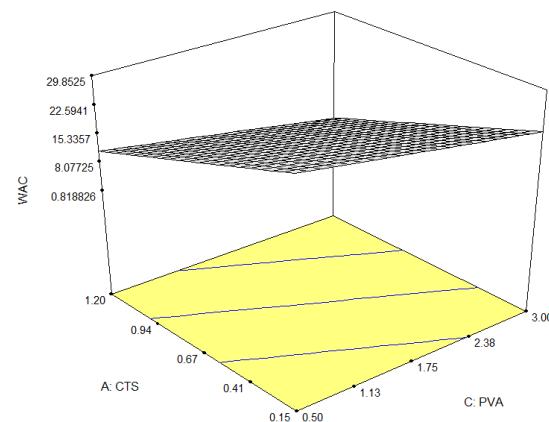
Peningkatan rasio PVA menyebabkan daya serap air menurun. Perilaku ini disebabkan oleh fakta bahwa kenaikan awal dalam kandungan PVA menyebabkan peningkatan hidrofilisitas semi-IPN *superabsorbent hydrogel*, dan molekul PVA dapat bertindak sebagai dispersan selama proses polimerisasi yang meningkatkan dispersi reaktan dan memperbaiki struktur jaringan yang *super absorbent* semi-IPN.



Gambar 3. Grafik tiga dimensi hubungan antara CTS dan AA pada PVA, BPO dan MBA (1,75; 0,08; 0,11) g.



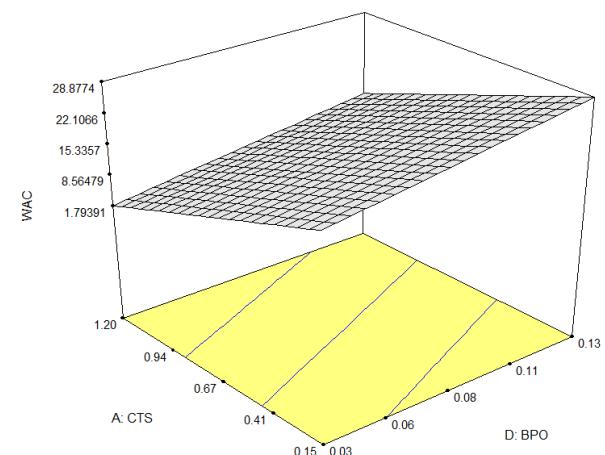
Gambar 4. Grafik tiga dimensi hubungan antara AA dan CTS pada PVA, BPO dan MBA (1,75; 0,08; 0,11) g.



Gambar 5. Grafik tiga dimensi hubungan antara PVA dan CTS pada AA, BPO dan MBA (3,25; 0,08; 0,11) g.

Peningkatan jumlah silang fisik akibat keterikatan antara PVA dan CTS-g-PAA dapat mengakibatkan kekurangnya daya serap air (Liu *et al.*, 2011).

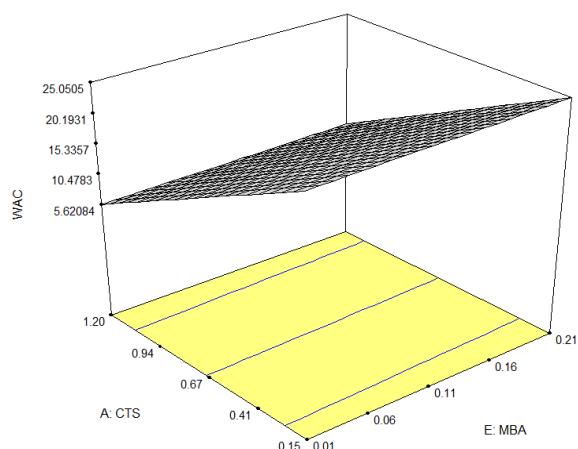
Pengaruh dari BPO (g) dan CTS (g) terhadap WAC pada AA, PVA, MBA (3,25; 1,75; 0,11) g dapat dilihat jelas pada Gambar 6, peningkatan jumlah BPO optimum 0,08 gram sebagai inisiator akan meningkatkan nilai WAC. Suhu tinggi (90°C) dan pH netral (7) membantu meningkatkan terjadinya tumbukan antar inisiator BPO dengan CTS sehingga radikal kitosan yang terbentuk ikut meningkat dan berpengaruh pada meningkatnya kopolimerisasi cangkok PAA pada batang tubuh kitosan yang akhirnya berdampak pada meningkatnya WAC dari hidrogel CTS-g-PAA (Anah *et al.*, 2016).



Gambar 6. Grafik tiga dimensi hubungan antara BPO dan CTS pada AA, PVA, dan MBA (3,25; 1,75; 0,11) g.

Tabel 5. Validasi model RSM antara hasil prediksi dan percobaan.

CTS (g)	AA (g)	PVA (g)	BPO (g)	MBA (g)	WAC (g/g)-prediksi	WAC (g/g)-hasil validasi
0,67	3,25	1,75	0,08	0,11	15,68	18,60

**Gambar 7.** Grafik tiga dimensi hubungan antara MBA dan CTS pada AA, PVA dan BPO (3,25; 1,75; 0,08) g.

Pengaruh dari MBA (g) dan CTS (g) terhadap WAC pada PVA, BPO, MBA (1,75; 0,08; 0,11) g dapat dilihat jelas pada Gambar 7, peningkatan jumlah MBA optimum pada 0,11 gram sebagai ikatan silang akan meningkatkan nilai WAC. Pemeriksaan keakuratan kondisi optimum yang dihasilkan oleh perangkat lunak *Design Expert* dilakukan dengan melakukan validasi. Validasi model dilakukan berdasarkan salah satu penyelesaian optimasi seperti disajikan dalam Tabel 5. Hasil validasi menunjukkan bahwa hasil prediksi dan hasil percobaan tidak berbeda jauh sehingga model tervalidasi.

KESIMPULAN

Pembentukan hidrogel sebagai super absorben sangat dipengaruhi oleh komposisi campuran variabel CTS, AA, PVA, BPO dan MBA pada rasio optimum (0,67; 3,25; 1,75; 0,08; 0,11) g. Peningkatan penambahan CTS (g) sebagai polimer alam diatas nilai optimum akan menyebabkan menurunnya WAC dan berbanding terbalik dengan peningkatan jumlah AA, BPO dan MBA sebagai monomer, inisiator dan agen ikatan silang. Sedangkan penambahan PVA sebagai polimer sintetis dalam campuran tidak terlalu berpengaruh terhadap peningkatan WAC.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini didanai oleh Program Mandiri LIPI 2017.

DAFTAR PUSTAKA

- Anah, L., Astrini, N., & Haryono, A. (2016). Pengaruh suhu reaksi pada polimerisasi hidrogel berbasis kitosan. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 17(2), 63-68.
- Aguilar, M. R., Elvira, C., Gallardo, A., Vazquez, B., & Roman, J. S. (2007). Smart polymer and their applications as biomaterials. *Topics in Tissue Engineering*, 3, 1-27.
- Astrini, N., Anah, L., & Haryono, A. (2016). Pengaruh MBA pada pembuatan superabsorben hidrogel berbasis selulosa terhadap sifat penyerapan air. *Jurnal Kimia Kemasan*, 38(1), 15-20. <http://doi.org/10.24817/jkk.v38i1.1974>
- Bhattacharya, A., Ravlins, J. W., & Ray, P. (2009). *Polymer grafting and crosslinking*. New York, USA: John Wiley & Sons Inc.
- Chen, J., Liu, M., Liu, H., Ma, L., Gao, C., Zhu, S., & Zhang, S. (2010). Synthesis and properties of thermo- and pH-sensitive poly (diallyldimethylammonium chloride)/poly (N,N-diethylacrylamide) semi-IPN hydrogel. *Chemical Engineering Journal*, 159(1-3), 247-256. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.02.034>
- Garner, C. M., Nething, M., & Nguyen, P. (1997). The synthesis of a superabsorbent polymer. *Journal of Chemical Education*, 74(1), 95-96. <http://doi.org/10.1021/ed074p95>
- Hastuti, B., Masykur, A., & Hadi, S. (2016). Modification of chitosan by swelling and crosslinking using epichlorohydrin as heavy metal Cr (VI) adsorbent in batik industry wastes. *IOP Conference Series: Material Science and Engineering*, 107, 1-9. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/107/1/012020>
- Ilić-Stojanović, S. S., Nikolić, L. B., Nikolić, V. D., Petrović, S. D., Zdravković, A. S. & Stamenković, J. V. (2014). The effect of the cross-linker content on the swelling properties of intelligent gels. *Savremene tehnologije*, 3 (2), 10-15. <https://doi.org/10.5937/savteh1402010I>
- Kaith, B. S., Sharma, R., Kalia, S., & Bhatti, M. S. (2014). Response surface methodology and optimized synthesis of guar gum-based hydrogels with enhanced swelling capacity. *RSC Advances*, 4(76), 40339-40344. <http://doi.org/10.1039/C4RA05300A>

- Liu, J. Wang, W., & Wang, A. (2011). Synthesis, characterization, and swelling behaviors of chitosan-g-poly(acrylic acid)/poly(vinyl alcohol) semi-IPN superabsorbent hydrogels. *Polymers Advanced Technology*, 22 (5), 627-634. <https://doi.org/10.1002/pat.1558>
- Mahdavinia, G. R., Pourjavadi, A., & Zohuriaan-Mehr, M. J. (2006). A convenient one-step preparation of chitosan-poly (sodium acrylate-co-acrylamide) hydrogel hybrids with super-swelling properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 99(4), 1615-1619. <https://doi.org/10.1002/app.22521>
- Montgomery, D. C. (2009). *Design and analysis of experiments* (5th ed.). New York, USA: John Wiley & Sons Inc.
- Povea, M. B., Monal, W. A., Rodriguez, J. V. C., Pat, A. M., Rivero, N. B., & Covas, C. P. (2011). Interpenetrated chitosan-poly (acrylic acid-co-acrylamide) hydrogels. Synthesis, characterization and sustained protein release studies. *Material Sciences and Applications*, 2, 509-520. <http://doi.org/10.4236/msa.2011.26069>

