



---

**SKRIPSI - SK141501**

**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI  
MONTMORILONIT TERHADAP SIFAT  
MEKANIK DAN TERMAL DARI MEMBRAN  
KOMPOSIT KITOSAN-PVA**

**IMAM HAKIM CHARIMANTO**  
NRP 1412100048

Dosen Pembimbing  
Lukman Atmaja, Ph.D

**DEPARTEMEN KIMIA**  
**Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**  
**Institut Teknologi Sepuluh Nopember**  
**Surabaya**  
**2017**



---

**SCRIPT - SK141501**

**THE EFFECT OF MONTORILLONITE  
CONCENTRATION VARIATIONS ON  
MECHANICAL AND THERMAL PROPERTIES  
OF THE COMPOSITE MEMBRANE OF  
CHITOSAN-PVA**

IMAM HAKIM CHARIMANTO  
NRP 1412100048

Advisor Lecturer  
Lukman Atmaja, Ph.D

**DEPARTMENT of CHEMISTRY  
Faculty of Mathematics and Natural Sciences  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2017**

**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI  
MONTMORILONIT TERHADAP SIFAT  
MEKANIK DAN TERMAL DARI MEMBRAN  
KOMPOSIT KITOSAN-PVA**

**SKRIPSI**

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan mata kuliah  
Tugas Akhir program S-1 Departemen Kimia,  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

**IMAM HAKIM CHARIMANTO**  
NRP 1412100048

Dosen Pembimbing  
Lukman Atmaja, Ph.D

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU  
PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2017**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**SKRIPSI**

**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI  
MONTMORILONIT TERHADAP SIFAT  
MEKANIK DAN TERMAL DARI MEMBRAN  
KOMPOSIT KITOSAN-PVA**

Disusun Oleh :  
**IMAM HAKIM CHARIMANTO**

**NRP 1412100048**


Surabaya, 7 Juni 2017

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing



**Dosen Pembimbing**  
**Lukman Atmaja, Ph.D**  
**NIP. 19610816 198903 1 001**

**Mengetahui**  
**Kepala Departemen Kimia**



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, MSc.**  
**NIP. 19710616 199703 1 002**

*Karya ini kupersembahkan kepada*  
*Keluarga tercinta*  
*Teman-teman spesial*  
*Teman-teman SPECTRA Kimia 2012*  
*Teman-teman Laboratorium KME*  
*Bapak Lukman Atmaja, Ph.D*  
*Serta semua pihak yang telah membantu*  
*Terselesaikannya Tugas Akhir ini*

**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI  
MONTMORILONIT TERHADAP SIFAT  
MEKANIK DAN TERMAL DARI MEMBRAN  
KOMPOSIT KITOSAN-PVA**

**Nama** : Imam Hakim Charimanto  
**NRP** : 1412100048  
**Departemen** : Kimia FMIPA-ITS  
**Dosen Pembimbing** : Lukman Atmaja, Ph.D.

**Abstrak**

Membran komposit yang terdiri dari campuran polimer kitosan (CS) dan polivinil alkohol (PVA) dengan variasi konsentrasi montmorilonit (MMT) sebagai *filler* telah berhasil dibuat. Kitosan yang digunakan dalam pembuatan membran memiliki derajat deasetilasi (DD) sebesar 74,21%. Variasi konsentrasi montmorilonit yang digunakan, yaitu sebesar 2, 4, 6, dan 8%. Membran komposit tersebut dibuat untuk mengetahui sifat mekanik dan termal pada empat variasi konsentrasi montmorilonit yang digunakan. Sifat-sifat membran yang dikarakterisasi adalah gugus fungsi, uji tarik untuk sifat mekanik, dan uji TGA untuk sifat termal. Penambahan MMT terhadap membran komposit CS-PVA menaikkan sifat termal dan mekanik secara signifikan. Penambahan variasi MMT terhadap membran komposit CS-PVA antara dua hingga 8 % hanya memberikan pengaruh kecil terhadap uji tarik.

**Kata kunci:** Kitosan, Polivinil Alkohol, Montmorilonit, Membran

**THE EFFECT OF MONTORILLONITE  
CONCENTRATION VARIATIONS ON  
MECHANICAL AND THERMAL PROPERTIES  
OF THE COMPOSITE MEMBRANE OF  
CHITOSAN-PVA**

Name : Imam Hakim Charimanto  
NRP : 1412100048  
Departmen : Kimia FMIPA-ITS  
Supervisor : Lukman Atmaja, Ph.D

**Abstract**

Composite membrane composing of chitosan (CS) and polivinyl alcohol (PVA) as polymer and montmorillonit (MMT) as filler has been conducted succesfully. Chitosan was used in the making of the membrane had degree of deacetylation (DD) of 74,21%. Montmorillonite concentration variation were 2, 4, 6 and 8%. The composite membrane was made to determine thermal and mechanical properties using four montmorillonite concentration variation. The properties of the membrane were characterized by FTIR, tensile testing for mechanical properties, and TGA for thermal properties. Addition of MMT to the composite membrane increased thermal and mechanical properties significantly. Variations of MMT concentrations to the composite membrane between 2 until 8% only give minor influence to the tensile behaviour.

**Keywords:** Chitosan, Polivinyl Alcohol, Montmorillonite, Membrane

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT atas segala rahmat-Nya sehingga penulist dapat menyelesaikan tugas akhir yang berjudul “**Pengaruh Variasi Konsentrasi Montmorilonit Terhadap Sifat Mekanik dan Termal Dari Membran Komposit Kitosan-PVA**” dengan lancar tanpa ada kendala yang berarti.

Penulis menyadari bahwa kelancaran penulisan naskah ini tidak lepas dari dukungan berbagai pihak. Oleh karenanya penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Lukman Atmaja, Ph.D selaku dosen pembimbing dan dosen wali atas bimbingan dan arahannya dalam melakukan penelitian ini.
2. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, MSc. selaku Kepala Departemen Kimia atas fasilitas yang telah diberikan.
3. Bapak Dr. Djoko Hartanto, M.Si selaku Kepala Laboratorium KME atas perizinan untuk melakukan penelitian di laboratorium KME beserta fasilitasnya.
4. Kedua orang tua dan keluarga yang telah memberi dukungan, doa, dan semangat yang tiada henti.
5. Teman-Teman, keluarga besar laboratorium KME dan SPECTRA Kimia 2012 yang selalu memberi semangat.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna serta masih banyak kekurangan. Oleh karena



itu, saran dan kritik yang membangun sangat penulis  
harapkan.

Surabaya, 7 Juni 2017

Penulis

## DAFTAR ISI

DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR TABEL.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	6
1.3 Batasan Masalah.....	7
1.4 Tujuan.....	7
1.5 Manfaat.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	9
2.1 Direct Methanol Fuel Cell.....	9
2.2 Membran penukar proton untuk aplikasi DMFC.....	11
2.3 Membran komposit sel bahan bakar.....	14
2.3.1 PVA untuk fabrikasi membran.....	14
2.3.2 MMT sebagai <i>filler</i> .....	15
2.4 Kitin dan Kitosan (CS) sebagai matriks membran.....	16
2.5 Karakterisasi membran.....	20
2.5.1 Karakterisasi Fourier Transform Infra Red (FTIR).....	21
2.5.2 Karakterisasi Thermo Analysis Gravimetry (TGA).....	22
2.5.3 Analisis Uji Tarik.....	24

BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....	29
3.1 Alat dan Bahan.....	29
3.1.1 Alat.....	29
3.1.2 Bahan .....	29
3.2 Prosedur Penelitian .....	30
3.2.1 Ekstraksi Kitosan .....	30
3.2.2 Fabrikasi Membran Komposit .....	32
3.2.3 Karakterisasi Fourier Transform Infra Red (FTIR) .....	34
3.2.4 Karakterisasi Uji Tarik.....	34
3.2.5 Karakterisasi TGA .....	35
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	37
4.1 Ekstrasi Kitosan dari Limbah Kulit Udang.....	37
4.1.1 Isolasi Kitin .....	37
4.1.2 Penghilangan Gugus Asetil Kitin.....	39
4.2 Sintesis Membran Komposit CS-PVA dengan Variasi MMT .....	40
4.3 Analisis FTIR.....	41
4.4 Uji Tarik.....	44
4.5 Analisis TG ( <i>Thermo Gravimetry</i> ) .....	47
BAB V KESIMPULAN.....	51
5.1 Kesimpulan .....	51
5.2 Saran	51
DAFTAR PUSTAKA .....	53

DAFTAR LAMPIRAN.....	61
----------------------	----

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema DMFC .....	10
Gambar 2.2 Skema gugus membran penukar kation.. ..	12
Gambar 2.3 Struktur Kitin dan Kitosan .....	19
Gambar 2.4 Spektra IR membran PVA murni.....	21
Gambar 2.5 Kurva TGA membran Kitosan.....	23
Gambar 2.6 Spesimen sampel tensil .....	27
Gambar 2.7 Kurva tegangan-regangan. ....	28
Gambar 4.1 Proses deproteinasi.....	38
Gambar 4.3 Grafik TG .....	48

## **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1 Kadar Kitin berbagai jenis organisme. ....	17
Tabel 4.2 Luas area kurva untuk setiap sampel .....	43
Tabel 4.3 Hasil Uji Tarik terhadap 4 Membran .....	45

## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A SKEMA PENELITIAN .....	61
LAMPIRAN B PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN .....	62
LAMPIRAN C PERHITUNGAN DERAJAT DEASETILASI KITOSAN DENGAN METODE <i>BASELINE</i> .....	64
LAMPIRAN D SPEKTRA FTIR .....	67
D.1 Serbuk Kitin .....	67
D.2 Membran Kitosan Murni.....	68
D.3 CS-PVA/MMT 2% .....	69
D.4 CS-PVA/MMT 6% .....	70
D.5 Tabel Perhitungan Luas Puncak Serapan.....	71
D5.1 CS Murni.....	71
D5.2 CS-PVA/MMT 2% .....	73
D5.3 CS-PVA/MMT 6% .....	78
LAMPIRAN E GRAFIK UJI TARIK .....	82
E.1 Kitosan Murni.....	82
E.2 CS-PVA tanpa MMT.....	83
E.3 CS-PVA/MMT 2% .....	84
E.4 CS-PVA/MMT 8% .....	85

LAMPIRAN F UJI TGA .....	86
F.1 Grafik.....	86
F.2 Tabel Data.....	87
LAMPIRAN A DOKUMENTASI .....	90







# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Masalah penipisan sumber energi fosil dan gas alam mendorong para peneliti untuk melakukan pencarian sumber energi terbarukan seperti tenaga surya, angin, ombak laut, nuklir hingga panas bumi. Namun ada sumber tenaga yang memanfaatkan reaksi kimia menghasilkan emisi atau “polusi” yang justru sangat dibutuhkan makhluk hidup, yaitu air ( $H_2O$ ). Sumber tersebut disebut sel bahan bakar atau diistilahkan *fuel cell*. Secara sederhana, sel bahan bakar merupakan rangkaian elektroda katalis dan membran polimer yang memiliki kemampuan penghasil energi listrik dengan efisiensi tinggi melalui reaksi oksidasi elektrokimia (Bakangura dkk., 2016).

Perkembangan riset sel bahan bakar yang berlangsung hampir 2 abad, menghasilkan beberapa jenis sel bahan bakar dan telah dipublikasikan secara luas ke dalam enam kategori berdasarkan elektrolit dan suhu operasi, yaitu *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC), *Phosphoric Acid Fuel Cell* (PAFC), *Alkaline Fuel Cell* (AFC), *Solid Oxide Fuel Cell* (SOFC) dan *Molten Carbonate Fuel Cell* (MCFC). Seluruh jenis sel

bahan bakar tersebut menggunakan prinsip mekanisme yang sama namun letak perbedaannya berada pada penggunaan katalis, sistem struktur dan pada aplikasi yang berbeda (Steele dan Heinzl, 2001). Saat gas metanol digunakan sebagai bahan bakar, PEMFC diistilahkan sebagai *direct methanol fuel cell* (DMFC). Salah satu keuntungan jenis sel ini adalah dapat digunakan sebagai sumber energi portabel untuk alat-alat elektronik dan kendaraan elektrik karena DMFC memiliki beberapa kelebihan seperti energi yang dihasilkan sangat efisien, kerapatan energi yang tinggi, emisi yang rendah dan bekerja pada suhu operasi rendah (Ahn dkk., 2015).

Walaupun banyak riset telah dipelajari dan dipublikasi tentang keuntungan DMFC, rendahnya performa sel bahan bakar tersebut menjadi salah satu tantangan terbesar dalam pemasaran ke masyarakat (Liu dkk., 2017). Salah satu komponen sel ini yang vital, yaitu *Polymer Electrolyte Membrane* (PEM) perlu dimodifikasi untuk meningkat performa sel bahan bakar. Membran tersebut berperan penting dalam transportasi ion karena lapisan tipis semipermeabel tersebut harus bisa melewatkan proton dan ion hidroksil dalam elektroda namun sekaligus dapat menahan gerakan bahan bakar, seperti metanol (Bakangura dkk., 2016).

Beberapa jenis membran telah diaplikasikan ke dalam DMFC, seperti Nafion<sup>®</sup>. Membran tersebut banyak digunakan dalam aplikasi sel bahan bakar. Beberapa

keunggulannya adalah nilai konduktivitas tinggi, memiliki stabilitas kimia yang baik dan kekuatan mekanik yang tinggi (Mauritz dan Moore, 2004). Namun, saat berjalan pada suhu operasi tinggi atau kelembaban rendah, konduktivitas Nafion menurun serta permeabilitas alkoholnya naik, dua hal ini dihindari dalam DMFC. Selain itu, kestabilan mekanik Nafion menurun saat berjalan pada suhu tinggi, sehingga Nafion memiliki keterbatasan pada suhu operasi. Selain itu, biaya produksi Nafion tergolong mahal (Cele dan Ray, 2009). Oleh karena itu, alternatif membran selain Nafion diperlukan untuk menutup kekurangannya. Salah satu alternatif rute penelitian para peneliti adalah membuat komposit membran yang berbasis kitosan (CS).

Beberapa keunggulan bahan berbasis kitosan adalah, memiliki permeabilitas metanol rendah, mudah dimodifikasi secara kimia, mampu menyimpan air pada suhu tinggi, dan relatif murah. Kitosan termasuk ke dalam golongan senyawa polisakarida yang berasal dari turunan senyawa kitin *poly (N-asetil-D-glukosamin)* yang dapat dijumpai pada hewan golongan *crustacea* seperti udang, kepiting dan cumi-cumi serta dapat dijumpai pada serangga dan organ *mollusca*. Kitosan dapat disintesis melalui proses deasetilasi pada kitin dengan derajat deasetilasi di atas 50% (Pillai dkk., 2009).

Kitosan yang memiliki nama *poly- $\beta$  (1,4)-2-amino-2-deoxy-D-glukosa* disebut juga kopolimer alam

yang tersusun dari amino-polisakarida linier seperti glukosamin dan unit *N-asetilglukosamin* (Bashar dan Khan, 2013). Dengan demikian, kitosan dapat terdegradasi secara alami (*biodegradable*) dan memiliki sifat biokompabilitas yang baik (Bezdrozhev dkk., 2017). Secara kimia, kitosan tidak larut dalam air dan alkali tapi larut dalam pelarut organik karena kehadiran gugus fungsi amina (-NH<sub>2</sub>) dan hidroksil (-OH). Selain itu, adanya kedua gugus fungsi tersebut menyebabkan khitosan bersifat hidrofilik sehingga mudah dimodifikasi untuk meningkatkan konduktivitas protonnya (Mukoma dkk., 2004).

Bagaimanapun kitosan memiliki kekurangan, yaitu konduktivitas proton lebih rendah dibanding Nafion sehingga performa membran tersebut berada di atas kitosan (Srinophakun dkk., 2017). Kitosan yang digunakan sebagai membran dalam rangkaian *fuel cell* memiliki 2 tipe transfer proton, yaitu mekanisme *vehicle* dan mekanisme *Grothuss* (Ramírez-Salgado, 2007). Tipe transfer proton yang pertama adalah berdifusi bersama dengan air dalam bentuk ion hidronium, seperti H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>, H<sub>5</sub>O<sub>2</sub><sup>+</sup>, dan H<sub>9</sub>O<sub>4</sub><sup>+</sup>. Sementara tipe *Grothuss* menggunakan model lompatan proton dari lokasi pembawa proton menuju tetangga sebelahnya dalam bahan membran dengan bantuan jaringan ikatan hidrogen. Di dalam matriks kitosan, volume rongga turunan kitin tersebut berukuran sama dengan H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> atau lebih kecil

dari ion-ion hidronium (contohnya,  $\text{H}_5\text{O}_2^+$  dan  $\text{H}_9\text{O}_4^+$ ) sehingga menurunkan laju transfer proton *vehicle* akibat tahanan difusi ion-ion hidronium yang tinggi. Sementara itu, gugus konduktor proton (seperti  $-\text{NH}_2$  dan  $-\text{NH}_3^+$ ) memiliki kemampuan disosiasi  $\text{H}^+$  yang lemah dan membentuk jaringan-H saat dibandingkan dengan gugus asam, seperti  $-\text{SO}_3\text{H}$  sehingga tipe transfer *Grotthuss* juga terbilang lambat. Oleh karena itu, konduktivitas proton membran berbasis kitosan sangat kecil, yaitu sebesar  $0,01 \text{ S cm}^{-1}$ , hanya sepersepuluh dari konduktivitas milik membran Nafion (Üçtuğ dan Holmes, 2011).

Penambahan *polyvinyl alcohol* (PVA) dengan kitosan merupakan salah satu solusi untuk memperbaiki membran dari sifat konduktivitas proton, permeabilitas metanol dan sifat stabilitas mekanik (Ming Yang dan Chih Chiu, 2012). PVA memiliki sifat hidrofilik yang sangat tinggi, permeabilitas air yang besar, dan permeabilitas alkohol yang rendah sehingga sifat-sifat tersebut sangat vital untuk aplikasi DMFC (Smitha dkk., 2005). Sifat mekanik dan konduktivitas meningkat disebabkan oleh ikatan hidrogen yang kuat antara gugus hidroksil dari PVA dengan gugus amino dan hidroksil dari kitosan (Buraidah dan Arof, 2011).

Untuk meningkatkan kualitas kitosan, membran kitosan-PVA dapat dimodifikasi lebih lanjut melalui gugus fungsinya. Salah satu usaha untuk mencapainya adalah penambahan *filler* anorganik (Magalad dkk.,

2012). Adanya *filler* yang melekat dalam kitosan akan meningkatkan ketahanan mekanik, ketahanan termal dan dapat menekan laju metanol. Jenis *filler* anorganik yang telah diaplikasikan terhadap kitosan untuk sel bahan bakar ini berupa, silika, titania, varian logam oksida, varian logam fosfat, zeolit dan montmorilonit (Shirdast dkk., 2016). Pada penelitian ini, *filler* yang akan digunakan adalah montmorilonit (MMT) yang mengandung banyak silika ( $\text{SiO}_2$ ). Montmorilonit memiliki gugus hidrofilik yang atraktif terhadap matriks polimer, termasuk kitosan dan memiliki ketahanan termal yang baik pada suhu tinggi serta memiliki struktur silika yang berperan penting dalam menahan pergerakan metanol (Fu dkk., 2008).

Namun masih sedikit penelitian tentang adanya preparasi membran kitosan-PVA yang dicampur dengan *filler* MMT yang meliputi berbagai aspek. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dianalisis sifat termal dan sifat mekanik membran yang difabrikasi dari komposit kitosan-PVA dengan berbagai variasi konsentrasi MMT.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Sifat-sifat termal dan mekanik dari membran komposit yang tersusun atas matriks organik kitosan yang diekstraksi dari kulit udang, aditif berupa PVA, dan *filler* anorganik berupa monmorilonit K-10 belum diketahui secara lengkap.



### **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah kitosan yang digunakan berasal dari cangkang udang dan monmorillonit K-10 yang digunakan adalah pada konsentrasi 2, 4, 6 dan 8%.

### **1.4 Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini adalah mendapatkan sifat-sifat termal dan mekanik dari komposit membran kitosan-PVA-MMT yang difabrikasi dengan konsentrasi monmorillonit 2, 4, 6 dan 8%.

### **1.5 Manfaat**

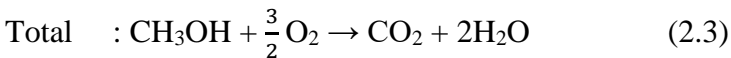
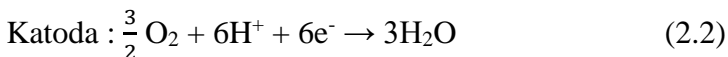
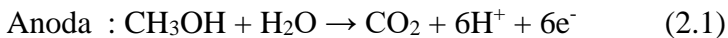
Manfaat dari penelitian ini adalah hasilnya dapat dijadikan sebagai salah satu acuan untuk meningkatkan performa sel bahan bakar sehingga akan semakin memperbesar peluang untuk memperoleh sel bahan bakar yang lebih baik.

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

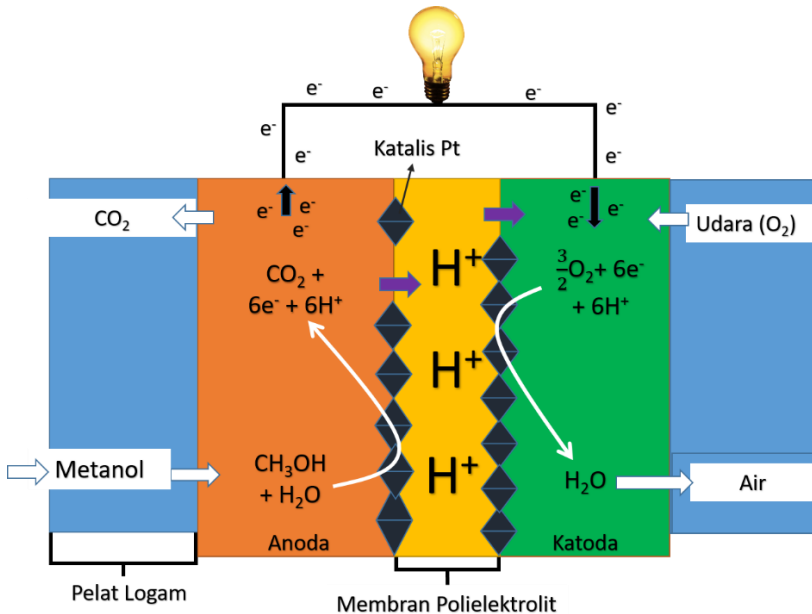
### 2.1 Direct Methanol Fuel Cell

*Direct methanol fuel cell* (DMFC) merupakan salah satu jenis sel bahan bakar yang menggunakan metanol sebagai bahan bakar secara langsung sehingga dapat menghasilkan energi listrik melalui prinsip elektrokimia (Wu dkk., 2017). Prinsip tersebut memanfaatkan metanol yang diencerkan dengan air dan dimasukkan ke dalam wadah yang berisi anoda. Oksidator (gas O<sub>2</sub> atau udara) dialirkan ke dalam katoda dari rangkaian sel bahan bakar. Di dalam anoda, metanol mengalami oksidasi dan menghasilkan proton-elektron dengan persamaan reaksi berikut:



Proton-proton tersebut akan dihantarkan menuju katoda melalui membran. Membran tersebut memiliki ketahanan elektron yang sangat tinggi, sehingga elektron-elektron akan dihantarkan menuju katoda yang sama melalui sirkuit eksternal (Ouellette dkk., 2016). Aliran

elektron yang melewati sirkuit tersebut digunakan sebagai energi listrik yang berguna untuk keperluan perangkat elektronik, mobil pintar, dan perangkat-perangkat lain. Mekanisme tersebut digambarkan sesuai dengan Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Skema Kerja Direct Methanol Fuel Cell (DMFC)

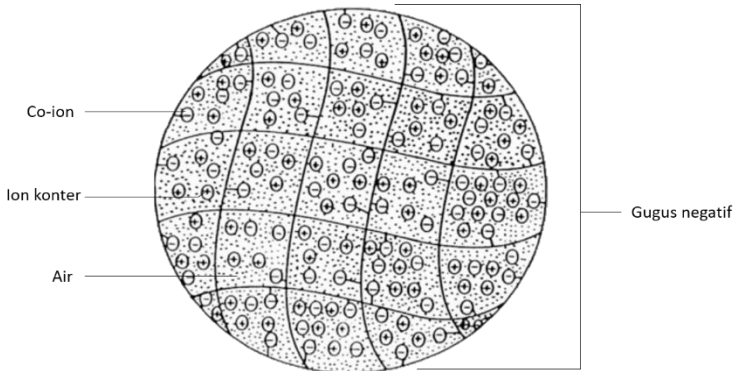
Walaupun DMFC masih memiliki performa yang rendah dibanding *fuel cell* konvensional, metanol lebih mudah disimpan dan relatif aman daripada hidrogen

sehingga aplikasinya cocok pada peralatan elektronik berukuran mini dan mudah dibawa, seperti mini genset, senter, *power bank*, dan telepon genggam.

## **2.2 Membran penukar proton untuk aplikasi DMFC**

Membran penukar ion dapat didefinisikan sebagai resin penukar ion yang dapat diregenerasi dengan arus listrik. Membran ini berguna untuk memisahkan produk selama reaksi di dalam sel elektrokimia berjalan. Membran penukar ion memiliki 2 selektivitas ionik, yaitu kation dan anion. Kemampuan penukar tersebut diaktifkan setelah matriks membran diberi gugus disosiasi asam atau basa. Gugus tersebut terdiri dari gugus bermuatan lemah (gugus amino dan karboksil) atau gugus bermuatan kuat (gugus sulfonat), sehingga distribusi muatan tergantung dari komposisi gugus bermuatan yang terikat oleh membran. Membran yang bermuatan negatif (anionik) menolak anion dan suka menarik kation sehingga muatan membran dapat dinetralkan. Membran ini bersifat selektif terhadap kation, penukar kation atau membran anionik. Sebaliknya, membran dengan muatan positif (kationik) disebut sebagai anion selektif, penukar anion atau membran kationik karena menolak kation dan suka menarik anion (Kontturi dkk., 2014). Penggunaan tipe penukar kation lebih bermanfaat untuk aplikasi *fuel cell* karena sifat stabilitas termalnya yang lebih baik (S. C. Yeo dan Eisenberg, 1977). Gambar 2.2 ini

menggambarkan skema struktur membran penukar kation.



Gambar 2.2 Skema gugus negatif dalam membran penukar kation. Garis yang memotong lingkaran di atas menunjukkan matriks membran (Kontturi dkk., 2014).

Salah satu bagian paling penting dan vital dari sel bahan bakar adalah, membran penukar proton (PEM) yang selektif terhadap kation. Peran membran yang berada di antara dua elektroda (katoda-anoda) adalah mengkonduksi proton dari anoda menuju katoda dan menahan laju elektron yang dihasilkan selama reaksi di dalam sel elektrokimia (Qin dkk., 2017). Ion-ion proton tersebut bergerak menuju katoda melalui membran elektrolit dan menghasilkan air dan panas (Peighamardoust dkk., 2010). Fungsi membran juga berperan untuk mencegah kontak antara gas  $H_2$  dan  $O_2$ , serta mencegah hubungan arus pendek di antara kedua elektroda (Tanaka, 2015).

Membran penukar ion secara umum terdiri dari struktur polimer dengan banyak gugus yang dapat terionisasi. Salah satu komponen ionik dari gugus tersebut terikat permanen (*fixed*) atau tertahan oleh matriks polimer. Sedangkan gugus komponen ionik lain bersifat sementara atau *mobile*. Gugus *mobile* ini menyatu dengan komponen *fixed* secara elektrostatis. Kemampuan ion *mobile* yang dapat tergantikan oleh ion lain di bawah kondisi tertentu memberikan sifat ion penukar terhadap material membran (R. S. Yeo, 1982).

Membran penukar ion tergolong pemisah yang sering digunakan dalam aplikasi sel elektrokimia karena kemampuannya melewatkan satu jenis ion dan menahan laju cairan *fuel* serta ion yang berlawanan.

Karakteristik membran yang dibutuhkan *fuel cell* untuk mencapai performa maksimal terdiri dari,

- a) Stabilitas kimia dan elektrokimia yang baik,
- b) Mencegah reaksi langsung antara oksigen dengan hidrogen,
- c) Kekuatan struktur dan integritas mekanik yang baik untuk memastikan stabilitas dimensional di bawah tekanan,
- d) Memiliki kemampuan untuk berikatan dengan elektroda,
- e) Permeabilitas air yang tinggi,
- f) Tahan panas,

- g) Konduktivitas proton yang tinggi,
- h) Terisolasi di antara anoda dan katoda,
- i) Biaya produksi murah,
- j) Mudah dioperasikan (Tanaka, 2015).

### **2.3 Membran komposit sel bahan bakar**

Modifikasi membran diperlukan untuk menutup kekurangan performanya. Salah satunya ialah penambahan material inorganik seperti nano-silika, yang ditujukan untuk menahan laju permeasi metanol melalui membran umum, seperti Nafion<sup>®</sup> (Manthiram dkk., 2012). Nilai permeasi metanol yang tinggi akan menurunkan densitas energi sel bahan bakar sehingga efisiensi bahan bakar menurun dan mengakibatkan katoda teroksidasi. Oksidasi tersebut menimbulkan depolarisasi pada katoda (Gurau dan Smotkin, 2002).

Penambahan *filler* anorganik merupakan pendekatan lain untuk meningkatkan konduktivitas proton terhadap membran polimer tertentu, seperti kitosan. *Filler* tersebut juga berperan penting dalam ketahanan mekanik dan ketahanan termal. Jenis *filler* ini berupa montmorilonit, silika, logam oksida, logam fosfat dan zeolit (Shirdast dkk., 2016b).

#### **2.3.1 PVA untuk fabrikasi membran**

PVA dibuat pertama kalinya oleh Herman dan Haehnel pada tahun 1924 melalui hidrolisis polivinil asetat dalam etanol dengan potasium hidroksida.



Komersial salah satu bahan baku polimer tersebut dimulai berdasarkan hidrolisis asetat oleh pertukaran ester dengan metanol dalam sodim metilat anhidrat atau larutan sodium hidroksida (Saxena, 2003). Sifat fisik PVA berupa serbuk granular putih, tidak berbau, tidak beracun dan larut dalam air. Kelarutannya dalam air bereaksi dengan agen *cross linking* (ikat silang) yang bervariasi untuk membentuk gel. Bahan ini secara ekologi, dapat tergradasi dan *biodegradable*. PVA memiliki sifat insulator sebagai material polimer dengan konduktivitas tertinggi mencapai  $10^{-10}$  S  $\text{cm}^{-1}$ . Sifat selektivitas air-alkohol yang dimiliki membran PVA dapat mengurangi permeabilitas metanol sehingga efektif untuk penggunaan aplikasi DMFC (Maiti dkk., 2012).

PVA murni tidak memiliki sifat konduktivitas proton apapun sehingga tidak dapat langsung dipakai untuk aplikasi DMFC. Sulfonasi polimer PVA dengan agen sulfonasi memungkinkan sebuah polimer dapat menghantarkan proton. Contoh agen sulfonasi, yaitu asam sulfat, asam sulfosuksinat, asam sulfoftalat, asam sulfoasetat, dan asam klorosulfonat. Beberapa agen sulfonasi seperti gugus karboksilat dapat berperan dalam proses ikat silang. Reagen khusus seperti litium organik intermediet juga dapat dipakai sebagai agen sulfonasi.

### **2.3.2 MMT sebagai *filler***

Penggunaan MMT untuk aplikasi DMFC menjadi sangat penting karena berperan sebagai penghalang

permeasi mentanol (Maiti dkk., 2012). Senyawa anorganik ini berasal dari alam dan memiliki komposisi umum, silika, alumina dan air. Rumus kimia MMT yaitu  $M^{n+}_{x/n} \cdot yH_2O[Mg_{6.0-x}Li_x(Si_{8.0})O_{20}(OH,F)_4]$  (Pinnavaia, 1983). Beberapa keuntungan MMT yang lain adalah memiliki kapasitas penukar kation yang tinggi dan memiliki luas permukaan yang besar. MMT yang berasal dari alam bersifat hidrofilik, namun kebanyakan polimer bersifat hidrofobik, sehingga permukaan lempung MMT harus diubah untuk menghasilkan lempung organofilik. MMT memiliki kemiripan dengan silika, yaitu dapat diaktifkan melalui gugus  $-SO_3H$  melalui pengaktifan silan (Maiti dkk., 2012).

#### **2.4 Kitin dan Kitosan (CS) sebagai matriks membran**

Kitin dalam bahasa Yunani berarti ‘menyelimuti’, ditemukan pada tahun 1811 sebagai substansi yang terjadi di dalam jamur. Kitin secara meluas dapat ditemukan di beberapa hewan dan juga sedikit ditemukan dalam kingdom protozoa. Kitin juga ditemukan dalam bentuk dinding sel namun hanya ada dalam kelompok fungi dan cendawan yang memerlukan nitrogen selama proses metabolisme mereka (Tharanathan dan Kittur, 2003).

Kitinous secara umum ditemukan dalam lapisan ektodermal dalam kelompok hewan multiseluler dan membentuk eksoskeleton pada kebanyakan invertebrata (Florkin dan Stotz, 1971). Kitin membentuk lebih dari setengah semua senyawa organik di dalam struktur

kitinous. Konsentrasi lebih tinggi hingga 85% ditemukan dalam filum *Arthropoda* dan sebagiannya dapat disintesis menjadi kitin. Ada beberapa kelas organisme lain yang memiliki kitin namun hanya jumlahnya sedikit seperti cangkang dari *Gastropoda* dan *Lamellibranchia* (Tharanathan dan Kittur, 2003). Tabel 2.1 menunjukkan kadar kitin yang paling banyak ditemukan dalam alam untuk organisme-organisme tertentu.

Tabel 2.1 Kadar Kitin yang berada dalam berbagai jenis organisme (Arbia dkk., 2012).

Organisme	w(kitin)/%
<b>Krustasea</b>	
<i>Cancer</i> (kepiting)	72,1 <sup>c</sup>
<i>Carcinus</i> (kepiting)	64,2 <sup>b</sup>
<i>Paralithodes</i> (kepiting raja)	35,0 <sup>b</sup>
<i>Callinectes</i> (kepiting biru)	14,0 <sup>a</sup>
<i>Crangon and Pandalus</i> (udang)	17–40
<i>Alaska</i> shrimp	28,0 <sup>d</sup>
<i>Nephro</i> (lobster)	69,8 <sup>c</sup>
<i>Homarus</i> (lobster)	60–75 <sup>c</sup>
<i>Lepas</i> (teritip)	58,3 <sup>c</sup>
<b>Serangga:</b>	
<i>Periplaneta</i> (kecoa)	2,0 <sup>d</sup>
<i>Blatella</i> (kecoa)	18,4 <sup>c</sup>
<i>Coleoptera</i> (kumbang koksi)	27–35 <sup>c</sup>
<i>Diptera</i>	54,8 <sup>c</sup>
<i>Pieris</i> (kupu-kupu)	64,0 <sup>c</sup>
<i>Bombyx</i> (ulat sutra)	44,2 <sup>c</sup>

*Galleria* (ulat lilin)

**Moluska:**

Kerang	6,1
Cangkang tiram	3,6
Cumi	41
Krill, cangkang deproteinasi	40,2

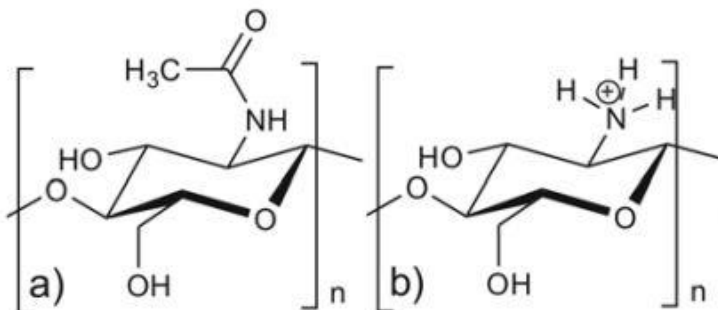
**Fungi:**

<i>Aspergillus niger</i>	42,0 <sup>e</sup>
<i>Penicillium notatum</i>	18,5 <sup>e</sup>
<i>Penicillium chrysogenum</i>	20,1 <sup>e</sup>
<i>Saccharomyces cerevisiae</i>	2,9 <sup>e</sup>
<i>Mucor rouxii</i>	44,5
<i>Lactarius vellereus</i>	19

<sup>a</sup>dibandingkan dengan massa tubuh, <sup>b</sup>massa kering, <sup>c</sup>berdasarkan massa kulit ari organik, <sup>d</sup>dibandingkan dengan massa kulit ari, <sup>e</sup>relatif terhadap massa kering dari dinding sel.

Walaupun kepiting memiliki kadar kitin lebih tinggi, udang yang termasuk golongan *Arthropoda* merupakan komoditas perdagangan makanan laut nomor dua paling besar, yaitu senilai 15,3% dari total pendapatan di bidang perikanan. *Crustacean* lainnya hanya menempati 6,4 %. Budidaya udang juga jauh lebih besar dari pada jenis *crustacean* lain, yaitu sebesar 6% dari total produksi komoditas laut, sedangkan *Crustacean* hanya 2,1% (FAO, 2016). Jumlah udang yang besar tersebut juga meningkatkan jumlah limbah, berupa kulit ari. Selama

proses pengolahan udang, sekitar 40-50% dari berat total udang adalah limbah. Sekitar 40% limbah tersebut merupakan kitin, lapisan kalsium karbonat, astaxanthin, sisa daging udang, dan residu lipid. Limbah tersebut sebagian besar dibuang ke laut, sedangkan sisanya dikeringkan dan digunakan sebagai bahan pakan ternak ayam (Xu dkk., 2008).



Gambar 2.3 Struktur a.) kitin dan b.) kitosan (Kumirska dkk., 2011)

Kitin dan kitosan (Gambar 2.3) merupakan polisakarida linier yang terdiri dari sejumlah residu 2-asetamido-2-deoksi-β-D-glukopiranososa (GlcNAc) dan ikatan β-(1→4)- 2-amino-2-deoksi-β-D-glukopiranososa (GlcN).

Sampel kitin mengandung jumlah unit GlcNAc (N-asetilglukosamin) yang sangat tinggi, sedangkan kitosan secara umum terdiri dari unit-unit GlcN (N-glukosamin). Keduanya merupakan campuran yang tidak

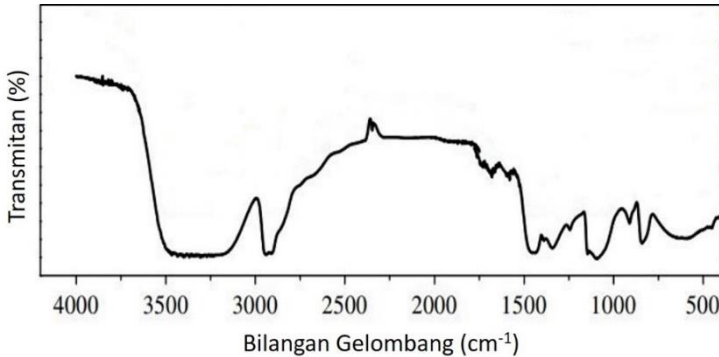
dapat larut dalam air ( $\text{pH} = 7$ ) namun mereka dapat larut dalam senyawa organik seperti asam asetat, heksafluoro-2-propanol, N,N-dimetilasetamida dan heksafluoroaseton (Kumirska dkk., 2011).

Sifat biologis campuran-campuran ini tergantung dari kelarutannya dalam air dan pelarut tertentu. Kitosan dalam bentuk kristal pada umumnya tidak larut dalam larutan *aqueous* di bawah  $\text{pH} 7$ . Namun di dalam asam yang telah diencerkan, protonasi gugus amino bebas membantu menaikkan kelarutan kitosan. Nilai  $\text{pK}_a$  gugus amino primer tergantung dari nilai derajat N-deasetilasi, sehingga kelarutan kitosan tergantung dari nilai derajat N-deasetilasi (Pillai dkk., 2009). Kitin lebih sulit diaplikasikan daripada kitosan karena senyawa tersebut susah larut dan tidak reaktif.

## **2.5 Karakterisasi membran**

Karakterisasi membran untuk sel bahan bakar pada penelitian ini diperlukan untuk mengetahui adanya gugus fungsi baru yang telah masuk dalam membran, sifat mekanik, dan sifat termal. Pengujian adanya gugus fungsi tertentu menggunakan instrumen FTIR, sedangkan sifat mekanik dan sifat termal berturut menggunakan instrumen uji tarik dan TGA. Ketiga pengujian tersebut merupakan salah satu upaya untuk mengetahui performa membran komposit dan dibandingkan dengan jenis membran yang lain.

### 2.5.1 Karakterisasi Fourier Transform Infra Red (FTIR)



Gambar 2.4 Spektra inframerah membran PVA murni (Ming Yang dan Chih Chiu, 2012)

Hasil fabrikasi suatu membran komposit perlu dikarakterisasi dengan FTIR. Karakterisasi ini melihat gugus-gugus fungsi yang terkandung dalam membran pada bilangan gelombang yang khas dengan puncak intensitas tertentu. Gugus-gugus tersebut dapat terdeteksi melalui tembakan sinar inframerah yang menimbulkan vibrasi molekul-molekul dalam membran.

Gambar 2.4 menunjukkan spektra inframerah membran PVA (Ming Yang dan Chih Chiu, 2012). Pada puncak lebar bilangan gelombang antara 3590  $\text{cm}^{-1}$  hingga 3046  $\text{cm}^{-1}$  merupakan ulur ikatan O-H dari molekul air, sedangkan pada puncak 3424  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur gugus -OH dan -NH<sub>2</sub> (de Souza

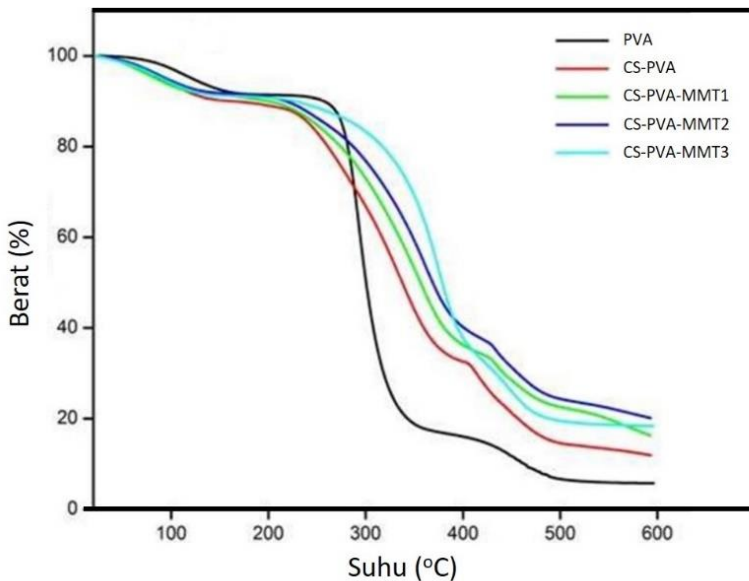
Costa-Júnior dkk., 2009). Puncak serapan sekitar 1078-1084  $\text{cm}^{-1}$  merupakan adanya gugus Si-O (Palani dkk., 2014).

### **2.5.2 Karakterisasi Thermo Analysis Gravimetry (TGA)**

Peran vital dalam DMFC yang dimiliki oleh PEM mengharuskannya memiliki daya tahan terhadap panas untuk menjaga performa sel bahan bakar stabil. TGA menguji sifat termal membran dengan menggunakan fungsi pengurangan massa sampel dengan suhu pemanasan (Hammer, 2013). Kurva dari fungsi tersebut dapat memberikan informasi mekanisme dekomposisi polimer. Profil dekomposisi memiliki karakteristik untuk setiap jenis polimer dan tergantung dari tujuan identifikasi. Kehilangan massa dari bahan didefinisikan sebagai batas atas materi dalam menjaga stabilitas termal tersebut, namun adanya degradasi ekstensif dari struktur polimer seperti proses ikat silang mungkin terjadi sebelum instrumen mendeteksi adanya perubahan massa (Price dkk., 2000). Jalur degradasi polimer secara umum dibagi menjadi 6 mekanisme, yaitu

1. Pemotongan rantai utama
2. Pemotongan gugus sekunder
3. Eliminasi
4. Depolimerisasi
5. Siklisasi
6. Ikat silang





Gambar 2.5 Kurva TGA lima variasi membran berbasis kitosan (Palani dkk., 2014)

Mekanisme siklisasi dan ikat silang tidak dapat terdeteksi oleh instrumen TGA, kecuali mekanisme 1-4. Rute tersebut menghasilkan produk volatil seiring dengan perubahan massa. Beberapa polimer dapat memberikan hasil kuantitatif dari induk monomernya jika instrumen diberi kondisi atmosfer inert. Jika berada dalam kondisi atmosfer udara komponen, sebagian jenis polimer dapat teroksidasi sempurna sehingga mempengaruhi analisis (Price dkk., 2000).

Contoh hasil analisis TG (*thermo gravimetry*) membran PVA, CS-PVA, dan beberapa variasi membran komposit CS-PVA/MMT ditunjukkan dalam Gambar 2.5. Semua sampel diuji dengan suhu berkisar 20-600<sup>0</sup>C. Hasil TG menunjukkan 3 tahapan berat seluruh variasi membran komposit berkurang secara signifikan. Pengurangan berat pertama yang berkisar 10% pada suhu 60-150<sup>0</sup>C merupakan penguapan dan pemutusan molekul dengan ikatan molekul yang lemah. Pengurangan berat kedua pada suhu 200-400<sup>0</sup>C disebabkan oleh degradasi PVA dan polimer kitosan. Pengurangan yang terakhir pada suhu 400-500<sup>0</sup>C diakibatkan oleh kerusakan struktur polimer dengan campuran matriks polimer (Palani dkk., 2014).

### 2.5.3 Analisis Uji Tarik

Salah satu pengujian sifat mekanik membran komposit adalah uji tarik. Beberapa istilah yang berhubungan data hasil uji tarik, yaitu *break elongation*, *max stress*, *load*, dan *stroke*. *Load* atau gaya secara umum merupakan gaya yang bertindak terhadap tubuh. Ada usaha untuk mengganti istilah tersebut dengan sebutan yang lebih tepat dan tidak ambigu dengan istilah ilmiah yang lain. Satuan gaya biasanya ditulis *pounds-force*, lbf dalam sistem Inggris. Satuan Newton (N) biasa dipakai untuk sistem metrik, yaitu gaya yang dibutuhkan untuk memberikan 1 kg suatu massa untuk berakselerasi sebesar 1 m/s<sup>2</sup> (1 N = 1 kg/m/s<sup>2</sup>). Satuan kilogram gaya, kgf juga

dipakai dalam data uji tarik yang berarti gaya gravitasi 1 kg oleh sebuah massa terhadap permukaan bumi (Davis, 2004). Konversi satuan gaya untuk beberapa jenis sistem, yaitu :

- 1 lbf = 4,448222 N atau 1 N = 0,2248089 lbf
- 1 kgf = 9,80665 N (Davis, 2004).

Istilah *stress* atau tegangan secara sederhana ialah jumlah gaya yang dibutuhkan terhadap luas silang massa tertentu, sehingga satuannya adalah gaya per luas (Davis, 2004). *Max stress* atau tegangan maksimal merupakan jumlah gaya paling besar yang dibutuhkan terhadap luas silang massa tertentu hingga sampel putus. Istilah ini sangat penting untuk keperluan analisis uji tarik dengan ukuran dan bentuk yang bervariasi. Istilah *load* (gaya) dalam penentuan kekuatan tarik sangat bergantung terhadap ukuran sampel, namun tidak berlaku terhadap istilah tegangan. Istilah ini dilambangkan dengan simbol Yunani, yaitu sigma,  $\sigma$ , atau *s*. Satuan yang digunakan dalam beberapa sistem dengan konversinya, yaitu

- 1 Pa = 1,45 x 10<sup>-4</sup>
- 1 Pa = 1 N/m<sup>2</sup>
- 1 kPa = 10<sup>3</sup> Pa atau 1 kPa = 0,145 psi
- 1 MPa = 0,145 ksi
- 1 N/mm<sup>2</sup> = 1 MPa (Davis, 2004).

Istilah *strain* atau regangan dan *elongation* atau perpanjangan memiliki definisi yang sama, yaitu jumlah

perubahan bentuk (memanjang) dari jumlah tekanan (*stress*) yang diberikan. Definisi menurut ASTM E 28, yaitu perubahan unit panjang akibat gaya dalam dimensi linier. *Elongation* atau perpanjangan (%) merupakan persentase perpanjangan bagian seragam spesimen dari dimensi aslinya (Davis, 2004). *Stroke* menyatakan perubahan panjang dari spesimen dengan satuan milimeter (mm). Analisis ini bertujuan untuk mengetahui sifat mekanik suatu bahan berupa film/lembaran tipis. Analisis kekuatan tarik menilai ketahanan bahan terhadap tarikan sampai bahan tersebut putus, sedangkan pengukuran *tensile strength* digunakan untuk mengetahui gaya tarikan maksimum setiap luas area bahan untung merenggang atau memanjang (Krause, 2000). Instrumen uji tarik menggunakan mesin pengukur yang disebut *autograph*.

Hasil pengujian tersebut berupa kekuatan tarik maksimal (tegangan), regangan saat sampel ditarik sampai putus (*strain*), dan perbandingan keduanya (tegangan/regangan). Persamaan tegangan didefinisikan sebagai :

$$S = \frac{F}{A_0} \quad (2.4)$$

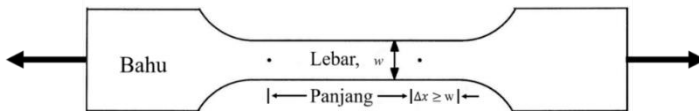
Variabel  $F$  (MPa) merupakan kekuatan tarik dan  $A_0$  (mm) ialah luas penampang spesimen tensil. Sedangkan regangan didefinisikan pada Persamaan 2.5.

$$e = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (2.5)$$

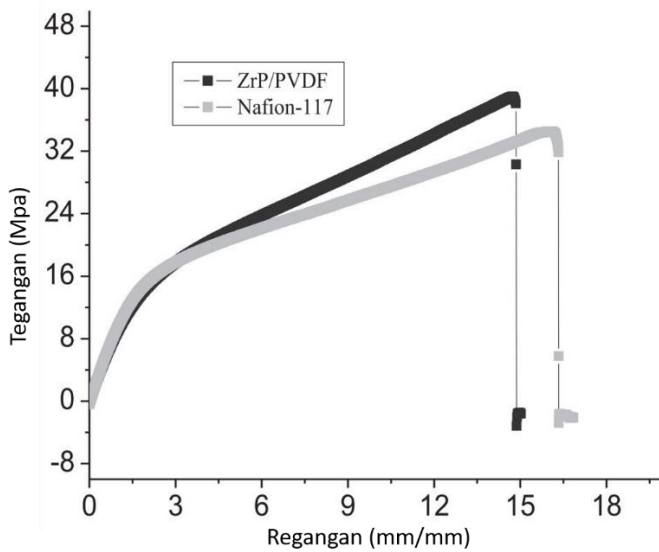
Variabel  $\Delta L$  (mm) adalah perubahan panjang spesimen dan  $L_0$  (mm) adalah panjang awal spesimen (Davis, 2004).

Sampel berupa membran atau lembaran tipis memiliki beraneka ukuran sehingga dibutuhkan standar spesimen

Spesimen sampel tensil (*tensile specimen*) yang digunakan dalam uji ini dipotong dengan alat pemotong yang secara umum ditunjukkan pada Gambar 2.6. Penentuan besar kekuatan tarik sampel saat putus direkam sebagai fungsi kekuatan tarik dengan regangan. Gambar 2.7 menunjukkan kurva fungsi tersebut (Davis, 2004).



Gambar 2.6 Spesimen sampel tensil di atas menunjukkan bagian bahu yang ditarik dan penurunan panjang. Nilai delta x berubah tergantung dari kekuatan tarik (Davis, 2004)



Gambar 2.7 Kurva tegangan-regangan sampel Nafion (Pandey dkk., 2015).

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Alat - alat yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu labu ukur, labu erlenmeyer, *beaker glass*, pipet tetes, pipet volum, spatula, timbangan analitik, pemanas elektrik, magnetik stirer, termometer, indikator universal pH, kain katun, corong *Buchner*, corong biasa, kaca arloji, cawan petri, ayakan 40 mesh, pengaduk ultrasonik, dan oven. Membran komposit dikarakterisasi dengan *Fourier Transform Infra Red (FTIR) Shimadzu, Autograph Strograph VG 10-E TOYOSEIKI*, dan TGA STA PT-1000 *LINSEIS*.

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kulit udang dari Sekardangan-Sidoarjo, lempung jenis montmorilonit K-10 dari Sigma-Aldrich, PVA dari Merck Schuchardt, larutan  $H_2SO_4$ , larutan NaOH, larutan NaOH dari Merck KGaA, larutan HCl, larutan ninhidrin, asam asetat, dari Merck KGaA dan aqua demineralisasi.

## **3.2 Prosedur Penelitian**

### **3.2.1 Ekstraksi Kitosan**

#### **3.2.1.1 Preparasi serbuk kulit udang**

Kulit udang dipisahkan dari daging dan dibersihkan untuk menghilangkan kotoran yang menempel. Kulit yang sudah bersih dikeringkan di bawah paparan sinar matahari. Setelah itu, kulit yang telah kering dikumpulkan dan digiling hingga berbentuk serbuk. Lalu hasil penggilingan kulit udang diayak dengan ayakan 40 mesh.

#### **3.2.1.2 Deproteinasi**

Hasil ayakan 40 mesh sebanyak 500 gram dilarutkan dalam NaOH 3,5 % dengan perbandingan serbuk dengan NaOH 3,5 % sebesar 1 : 10 (b/v) (No dan Meyers, 1995). Lalu serbuk yang telah dilarutkan tersebut diaduk menggunakan magnetik stirrer selama 2 jam pada suhu 65 °C. Hasil pengadukan tersebut akan membentuk endapan dan endapan itu disaring dengan saringan kain dan corong *Buchner*.

Endapan tersebut dicuci menggunakan aqua DM sampai pH netral, lalu dikeringkan dalam oven selama 4 jam pada suhu 100 °C. Hasil pemanasan dengan oven berupa endapan kering diuji menggunakan ninhidrin untuk memastikan protein tidak ada.



### 3.2.1.3 Demineralisasi

Hasil deproteinasi berupa endapan kering dicampur dengan larutan HCl 1N dengan perbandingan sebesar 1 : 15 (b/v). Hasil pencampuran endapan dengan larutan HCl 1N diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 800 rpm selama 30 menit. Hasil pengadukan berupa campuran dibiarkan mengendap dan endapannya dipisahkan dari filtrat dengan kertas saring dan corong *Buchner*. Hasil penyaringan berupa endapan dicuci dengan aqua DM hingga pH netral, lalu dikeringkan dalam oven selama 4 jam pada suhu 100 °C. Hasil pengeringan berupa endapan kering dianalisa menggunakan spektroskopi FTIR untuk mengetahui gelombang puncak IR adalah puncak khas milik Kitin.

### 3.2.1.4 Deasetilasi Kitin menjadi Kitosan

Hasil demineralisasi berupa kitin dicampur dengan larutan NaOH 50 % dengan perbandingan 1 : 10 (b/v) sambil dipanaskan selama 4 jam pada suhu 120 °C. Hasil pencampuran berupa campuran dipisahkan dari filtratnya menggunakan corong *Buchner*. Lalu, endapan yang diperoleh dari penyaringan dicuci dengan aqua DM hingga pH netral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 4 jam. Hasil pengeringan endapan berupa kitosan dianalisa dengan spektroskopi FTIR untuk mengetahui derajat deasetilasi dan kesesuaian gelombang IR kitosan dengan standar.

### **3.2.2 Fabrikasi Membran Komposit**

#### **3.2.2.1 Membran CS Murni**

Sebanyak 2 g kitosan dicampur ke dalam 75 mL asetat 2% kemudian diaduk dan dipanaskan 80°C selama 30 menit hingga homogen. Larutan kitosan dimasukkan ke dalam *chamber* ultrasonik selama 30 menit. Larutan tersebut dituang ke cetakan *acrylic* yang telah dibilas asetat dan dibiarkan mengering di bawah suhu kamar hingga membentuk lembaran membran. Membran yang telah mengering direndam dengan larutan NaOH 1N dan dicuci dengan air deionisasi hingga pH netral. Membran dibiarkan mengering di bawah suhu kamar. Membran yang telah mengering dikarakterisasi dengan uji tarik, FTIR, dan TGA. Membran kitosan murni dinotasikan sebagai membran CS.

#### **3.2.2.2 Membran CS-PVA**

Sebanyak 0,5 g PVA dicampur ke dalam 12,5 mL aqua DM kemudian diaduk dan dipanaskan 70°C selama 2 jam hingga homogen dalam keadaan tertutup dengan plastik *wrap*. Sebanyak 1,5 g kitosan dicampur ke dalam 37,5 mL asetat 2% kemudian diaduk dan dipanaskan 70°C selama 2 jam hingga homogen. Larutan kitosan dimasukkan ke dalam *chamber* ultrasonik selama 30 menit. Larutan PVA dicampur dengan larutan kitosan sambil diaduk selama 3 jam pada suhu ruang hingga homogen, lalu larutan tersebut dituang ke cetakan *acrylic* yang telah dibilas asetat dan dibiarkan mengering di

bawah suhu kamar hingga membentuk lembaran membran. Membran yang telah mengering direndam dengan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2M dan dicuci dengan air deionisasi hingga pH netral. Membran dibiarkan mengering di bawah suhu kamar. Membran yang telah mengering dikarakterisasi dengan uji tarik, FTIR, dan TGA. Membran kitosan yang dimodifikasi dengan PVA ini dinotasikan sebagai membran CS-PVA.

### 3.2.2.3 Membran CS-PVA/MMT

Sebanyak 0,5 g PVA dicampur ke dalam 12,5 mL aqua DM kemudian diaduk dan dipanaskan  $70^\circ\text{C}$  selama 2 jam hingga homogen dalam keadaan tertutup dengan plastik *wrap*. Sebanyak 1,5 g kitosan dicampur ke dalam 37,5 mL asetat 2% kemudian diaduk dan dipanaskan  $70^\circ\text{C}$  selama 2 jam hingga homogen. Larutan kitosan dimasukkan ke dalam *chamber* ultrasonik selama 30 menit. Sebanyak 0,04 ; 0,08 ; 0,12 dan 0,16 g montmorilonit masing-masing dilarutkan ke dalam 25 mL asetat 2% hingga homogen. Larutan PVA dicampur dengan larutan kitosan sambil diaduk selama 3 jam pada suhu ruang hingga homogen. Larutan CS-PVA dicampur dengan larutan MMT sambil diaduk dan dipanaskan  $80^\circ\text{C}$  selama 30 menit, lalu dimasukkan ke dalam wadah ultrasonik selama 30 menit. Larutan tersebut dituang ke cetakan *acrylic* yang telah dibilas asetat dan dibiarkan mengering di bawah suhu kamar hingga membentuk lembaran membran. Membran yang telah mengering

direndam dengan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2M dan dicuci dengan air deionisasi hingga pH netral. Membran dibiarkan mengering pada suhu kamar. Membran yang telah mengering dikarakterisasi dengan uji tarik, FTIR, dan TGA. Membran kitosan yang dimodifikasi dengan PVA dan ditambahkan filler MMT dinotasikan sebagai membran CS-PVA/MMT.

### **3.2.3 Karakterisasi Fourier Transform Infra Red (FTIR)**

Sampel kitin, membran CS dan membran CS-PVA/MMT (membran komposit) untuk variasi MMT dikarakterisasi memakai FTIR. Setiap komposisi dijadikan serbuk dan diambil masing-masingnya dengan berat yang sama yakni sebanyak 0,0033 g lalu dicampur dengan 0,06 g KBr. Penimbangan dilakukan secara kuantitatif sehingga tinggi puncak pada bilangan gelombang yang sama untuk berbagai komposisi dapat dibandingkan. Selanjutnya, campuran tersebut digerus hingga homogen dan dicetak dalam bentuk pelet dan dianalisis dengan instrumen FTIR pada bilangan gelombang  $374 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ .

### **3.2.4 Karakterisasi Uji Tarik**

Membran CS, CS-PVA dan membran komposit untuk variasi 2% dan 8% MMT dipotong dengan ukuran sesuai spesimen standar alat *autograph*, lalu keempat sampel ditarik dengan kecepatan 5mm/menit hingga putus. Variasi MMT 4% dan 6% dilewati karena telah

diwakili oleh variasi MMT 2% dan 8%. Besar gaya tarik yang diberikan dan regangan membran akan terekam oleh komputer dan dianalisis untuk melihat kurva tegangan-regangan.

### **3.2.5 Karakterisasi TGA**

Tiga sampel membran yaitu CS, CS-PVA dan membran komposit untuk variasi 8% MMT, yakni CS-PVA/MMT-8% masing-masing diambil berkisar 22-23 mg dan selanjutnya dikarakterisasi dengan TG. Variasi MMT 2,4, dan 6% dilewati karena telah diwakili oleh variasi MMT 8%. Suhu yang digunakan adalah 30°C hingga 600°C dengan laju kenaikan suhu 10°C per menit pada atmosfer udara.

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## **BAB IV**

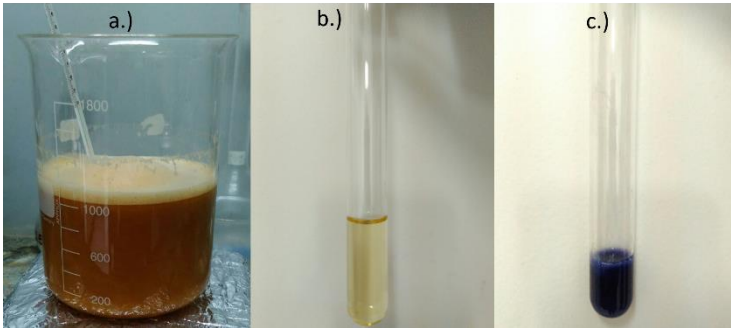
### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Ekstraksi Kitosan dari Limbah Kulit Udang**

##### **4.1.1 Isolasi Kitin**

Pengolahan serbuk limbah kulit udang menjadi serbuk kitosan secara umum memiliki 3 tahapan. Ekstraksi kitin melewati dua tahapan awal, yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Pada tahapan yang pertama, serbuk limbah kulit udang yang telah diayak dengan ukuran 40 mesh dilarutkan dalam larutan basa kuat seperti NaOH atau KOH dengan konsentrasi 3,5% sambil diaduk selama 2 jam pada suhu 65°C (No dan Meyers, 1995). Penggunaan basa kuat pada tahapan deproteinasi bertujuan untuk menghilangkan protein dari serbuk udang (Blair dan Ho, 2007). Basa kuat dapat memutuskan ikatan kovalen antara protein dan kitin, sehingga protein terpisah dari kitin dan membentuk *Na-proteinat* yang dapat larut dalam air, namun kitin tidak dapat larut dalam air. Proses deproteinasi menghasilkan larutan busa berwarna kuning kecoklatan, berbau khas

udang dan tajam seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1a.).

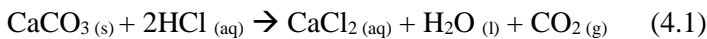


Gambar 4.1 a.) Campuran NaOH dan serbuk udang ; b.) larutan kitin yang telah ditetesi ninhidrin ; c.) larutan serbuk udang sebelum deproteinasi yang telah ditetesi ninhidrin.

Serbuk berupa kitin perlu diuji apakah masih mengandung protein ataukah telah bebas dari protein dengan analisis kualitatif ninhidrin. Reagen ini dibuat dengan melarutkan 0,2 g ninhidrin ke dalam 100 mL etanol, kemudian sebanyak 10-12 tetes ninhidrin ditambahkan ke dalam sampel larutan kitin. Gambar 4.1 b.) dan 4.1 c.) secara berturut-turut menunjukkan perbandingan hasil uji ninhidrin larutan kitin dan larutan serbuk udang sebelum melalui proses deproteinasi. Adanya protein ditandai dengan warna biru tua atau keungungan, sedangkan sampel kitin tidak menunjukkan adanya warna tersebut dan hal ini menandakan bahwa tahap deproteinasi telah berhasil dengan baik.



Komposisi kulit udang pada umumnya terdiri dari protein (30-40%), kalsium karbonat (dan kalsium fosfat) (30-50%) dan kitin (20-30%), sehingga tahapan demineralisasi bertujuan untuk melarutkan mineral-mineral tersebut (kalsium karbonat dan kalsium fosfat) dan memisahkannya dengan sampel kitin, sehingga bebas senyawa anorganik (No dan Meyers, 1995). Asam klorida (HCl) merupakan reagen yang digunakan untuk melarutkan kedua mineral dengan persamaan reaksi berikut,



Konsentrasi HCl yang digunakan dalam tahapan ini sebesar 1 N pada suhu ruang, kemudian campuran sampel dan HCl diaduk selama 30 menit (Bough dkk., 1978). Hasil pengadukan disaring dan bubur sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 4 jam.

#### **4.1.2 Penghilangan Gugus Asetil Kitin**

Kitosan merupakan turunan kitin sehingga keduanya memiliki persamaan kerangka dasar rantai biopolimer polisakarida. Letak perbedaannya adalah bahwa kitosan adalah senyawa setelah kitin mengalami penghilangan gugus asetil (-COCH<sub>3</sub>), yakni dari gugus fungsi amina menjadi -NH<sub>2</sub> pada struktur polimer tersebut. Reagen yang digunakan untuk membuang gugus asetil dari kitin adalah NaOH dengan konsentrasi 50%.

Sampel kitin dicampur dengan reagen tersebut dan diaduk selama 4 jam pada suhu 120°C, kemudian campuran disaring dan bubuk kitosan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 4 jam (Wu dan Bough, 1978).

Persentase derajat deasetilasi (DD) dari metode tersebut perlu dihitung untuk mengetahui efisiensi deasetilasi (Neugebauer dkk., 1989). Metode perhitungannya menggunakan teknik *baseline* (Khan dkk., 2002). Teknik tersebut membutuhkan data FTIR sampel, yaitu kitosan, kemudian dari spektra IR akan ditentukan besar absorbansi pada bilangan gelombang 1655  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan puncak khas kitin dan serapan gugus hidroksil sekitar 3450  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan puncak serapan khas kitosan. Hasil perhitungan DD untuk kitosan yang dihasilkan pada penelitian ini adalah sebesar 74,21% (lihat Lampiran C).

#### **4.2 Sintesis Membran Komposit CS-PVA dengan Variasi MMT**

Komposisi umum membran yang terdiri dari kitosan (CS), polivinil alkohol (PVA), montmorilonit (MMT) dan pelarutnya harus ditentukan untuk memperoleh produk membran yang baik. Sintesis membran CS murni menggunakan perbandingan (b/v) antara CS dan pelarut asetat, yaitu 2 g dan 75 mL (Umar, 2015). Membran komposit yang tersusun atas CS dan PVA menggunakan perbandingan (b/b), yaitu 3:1, sedangkan perbandingan komposisi (b/v) antara CS

dengan pelarutnya, asetat, yaitu sebesar 1:25 atau 4%. Perbandingan tersebut digunakan juga untuk komposisi antara PVA dan pelarutnya, aqua DM. Jumlah *filler* montmorilonit yang ditambahkan ke dalam membran komposit CS-PVA menggunakan persentase MMT terhadap total berat CS-PVA, namun volume pelarutnya, asetat, dijaga tetap, yaitu 25 ml. Contohnya, jika persentase MMT sebanyak 2%, maka jumlah MMT yang ditambahkan untuk total berat CS-PVA (1,5 : 0,5) sebesar 2 gram adalah 0,04 g. Tabel 4.1 di bawah memberikan detail MMT yang ditambahkan yang sesuai dengan prosentasinya.

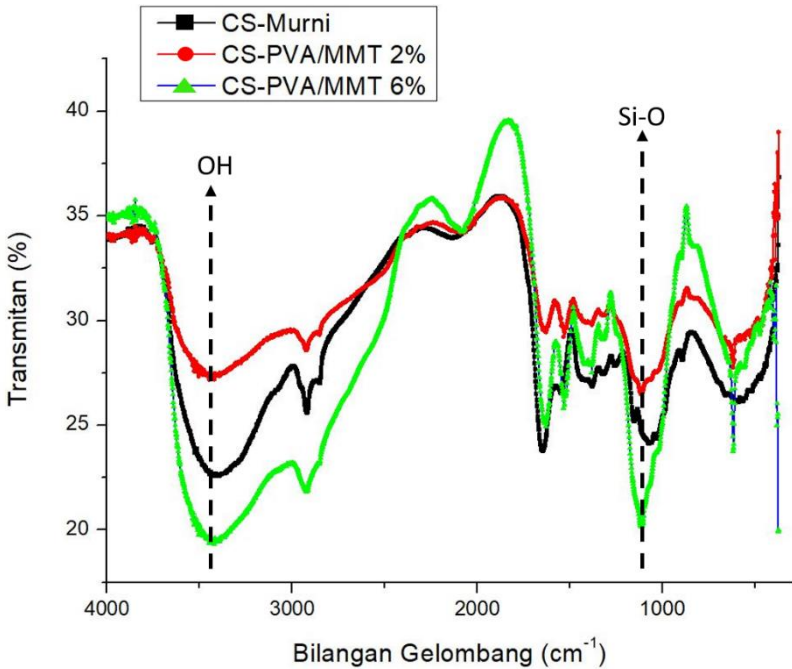
Table 4.1 Massa variasi MMT berdasarkan prosentasinya

MMT (%)	Massa (gram)
2%	0,04
4%	0,08
6%	0,12
8%	0,16

### 4.3 Analisis FTIR

Gugus fungsi khas yang dimiliki oleh membran komposit CS-PVA/MMT seperti  $-\text{NH}_2$ ,  $-\text{OH}$ ,  $\text{Si-O}$  dapat dideteksi oleh instrumen FTIR. Sampel-sampel yang diuji, yaitu membran CS murni, CS-PVA/MMT-2% dan CS-PVA/MMT-6% sedangkan sampel MMT 4% dan MMT 8% tidak diuji karena telah diwakili oleh sampel MMT 2% dan 6%. Setiap bilangan gelombang yang

menunjukkan gugus fungsi Si-O dan -OH akan dianalisis serta masing-masing luas puncak serapan yang telah dihitung dengan aplikasi *Originlab* dianalisis terhadap ketiga sampel tersebut.



Gambar 4.2 Spektra inframerah sampel CS murni, CS-PVA/MMT 2%, dan CS-PVA/MMT 6%

Serapan pada bilangan gelombang 1078-1084 cm<sup>-1</sup> menandakan adanya gugus fungsi Si-O (Palani dkk., 2014). Sampel CS-PVA/MMT 6% menunjukkan serapan

paling besar berdasarkan Gambar 4.2. Serapan tersebut diperkuat dengan perhitungan luas puncak serapan sampel ini sebesar 5064,3807 satuan luas, sedangkan CS murni dan CS-PVA/MMT 2% masing-masing sebesar 870,84194 dan 2156,70727 satuan luas berdasarkan Tabel 4.2. Serapan sampel CS-PVA/MMT 6% dengan luas terbesar menunjukkan jumlah gugus Si-O dalam *filler* montmorilonit lebih banyak dari pada sampel CS-PVA/MMT 2% sedangkan luas CS murni yang paling kecil menunjukkan tidak adanya MMT dalam sampel tersebut.

Tabel 4.2 Luas area kurva untuk setiap sampel

Sampel	Gugus Fungsi			
	Si-O		OH	
	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Luas area	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Luas area
CS murni	1068-1139	870,8	2999-3740	11217
CS-PVA/MMT 2%	1080-1284	2156	2997-3574	6586
CS-PVA/MMT 6%	910-1280	5064	2991-3533	8321

Serapan puncak lebar pada bilangan gelombang 3046-3590 cm<sup>-1</sup> menandakan adanya ikatan O-H,

sedangkan vibrasi lebar pada  $3424 \text{ cm}^{-1}$  merupakan tanda adanya gugus  $-\text{OH}$  (de Souza Costa-Júnior dkk., 2009). Sampel CS-PVA/MMT 6% menunjukkan serapan paling besar di bilangan gelombang  $3046\text{-}3590 \text{ cm}^{-1}$ . Serapan tersebut diperkuat dengan perhitungan luas puncak serapan sampel ini yang tercantum di lampiran D5, yaitu sebesar 11.217,54721 satuan luas, sedangkan CS murni dan CS-PVA/MMT 2% masing-masing sebesar 8.321,87528 dan 6.586,42569 satuan luas berdasarkan Tabel 4.2.

Perhitungan luas area di bawah kurva merupakan salah satu metode penentuan jumlah suatu gugus (Courtney dkk., 2015). Metode tersebut menunjukkan bahwa membran CS-PVA/MMT 2% memiliki intensitas gugus Si-O lebih rendah daripada membran CS-PVA/MMT 6%.

#### 4.4 Uji Tarik

Tabel 4.3 menunjukkan persentase *break elongation* (perpanjangan) saat putus paling besar dimiliki oleh sampel CS murni, sedangkan membran komposit CS-PVA memiliki nilai paling kecil. Perhitungan selisih kenaikan-penurunan yang diperlukan untuk analisis tersebut dilakukan dengan persamaan di bawah ini.

$$\text{Selisih} = \frac{\text{Data 1} - \text{data 2}}{\text{data 2}} \times 100\% \quad (4.3)$$

Penambahan MMT 2% terhadap membran komposit CS-PVA tanpa MMT menaikkan nilai pemuluran secara signifikan dengan selisih kenaikan 130,9% dengan perhitungan Persamaan 4.4.

$$\text{Selisih} = \frac{10,23 - 4,43}{4,43} \times 100\% = 130,9\% \quad (4.4)$$

Banyaknya MMT yang ditambahkan ke dalam membran untuk 2% dan 8% MMT menurunkan pemuluran namun tidak signifikan dengan selisih penurunan 2,7% dengan metode perhitungan yang sama dengan Persamaan 4.3.

Tabel 4.3 Hasil Uji Tarik terhadap 4 Membran

Membran	<i>Perpanjangan</i> (%)	Max Stress (MPa)	Gaya (N)	<i>Stroke</i> (mm)
CS Murni	31,32	88,0	60,7	18,79
CS-PVA	4,43	27,4	18,9	2,66
CS- PVA/MMT 2%	10,23	50,0	34,5	6,14
CS- PVA/MMT 8%	9,95	61,9	42,7	5,97

*Max stress* (tegangan maksimum) terbesar juga dipegang oleh CS murni dan terkecil, yaitu CS-PVA. Penambahan MMT 2% terhadap membran komposit CS-PVA tanpa MMT menaikkan nilai tegangan maksimum secara signifikan dengan selisih 82,48% melalui metode perhitungan yang sama dengan Persamaan 4.3. Banyaknya MMT yang ditambahkan ke dalam membran untuk 2% dan 8% MMT memberikan pengaruh yang cukup dengan selisih kenaikan 23,8% melalui metode perhitungan yang sama dengan Persamaan 4.3.

*Load* atau gaya (beban) terbesar juga dipegang oleh CS murni. Penambahan MMT 2% terhadap membran komposit CS-PVA tanpa MMT menaikkan nilai tarikan secara signifikan dengan selisih kenaikan 82,5% melalui metode perhitungan yang sama dengan Persamaan 4.3. Banyaknya MMT yang ditambahkan ke dalam membran antara 2% dan 8% MMT memberikan pengaruh yang cukup dengan selisih kenaikan 23,7% melalui metode perhitungan yang sama dengan Persamaan 4.3.

*Stroke* (perubahan panjang) terbesar juga dipegang oleh CS murni dan terkecil, yaitu CS-PVA. Penambahan MMT 2% terhadap membran komposit CS-PVA tanpa MMT menaikkan nilai tarikan secara signifikan dengan selisih kenaikan 130,8% melalui metode perhitungan yang sama dengan Persamaan 4.3. Banyaknya MMT yang ditambahkan ke dalam membran untuk 2% dan 8% MMT menurunkan pemuluran namun



tidak signifikan dengan selisih penurunan 2,7% melalui metode perhitungan yang sama dengan Persamaan 4.3.

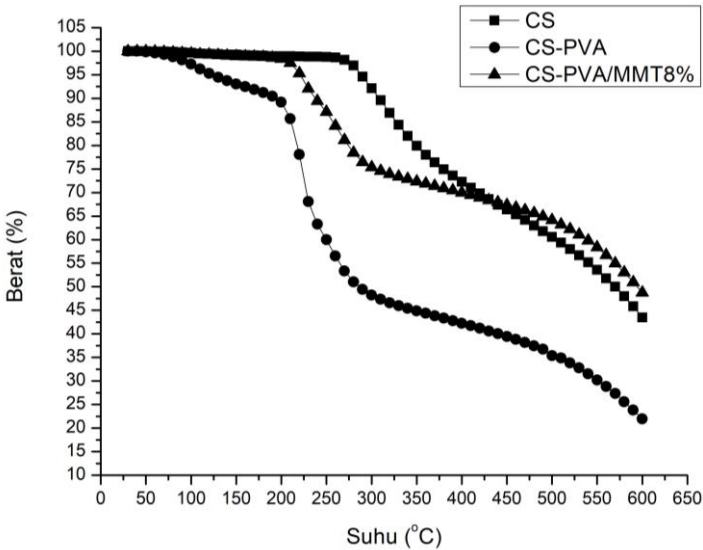
Keempat jenis data uji tarik menunjukkan stabilitas mekanik membran CS murni paling baik, sedangkan membran komposit CS-PVA paling buruk. Penambahan MMT terhadap membran komposit CS-PVA menaikkan stabilitas mekanik secara signifikan, namun jumlah MMT yang ditambahkan ke dalam membran antara 2% dan 8% MMT hanya memberikan pengaruh yang cukup terhadap uji tegangan maksimum dan gaya (*load*).

#### **4.5 Analisis TG (*Thermo Gravimetry*)**

Ketiga sampel CS, CS-PVA, dan CS-PVA/MMT 8% masing-masing diambil dengan berat yang hampir sama, yaitu 23,2 ; 22,15 dan 22,63 mg secara berturut-turut, karena uji awal untuk sampel CS-PVA dengan berat 11,827 mg hasilnya menunjukkan persentase berat sampel tersebut bernilai nol persen di suhu 450°C.

Hasil TG untuk sampel CS-PVA pada Gambar 4.3 menunjukkan tiga tahapan dekomposisi/degradasi. Dekomposisi pertama pada suhu 50-150°C merupakan penguapan molekul air yang terikat pada membran CS-PVA (Chen dkk., 2008). Untuk penelitian ini, berat membran pada tahapan tersebut menurun sebesar 8,04% di suhu 100-200 °C berdasarkan termogram pada Lampiran F. Tahapan kedua pada suhu 200-400°C disebabkan oleh degradasi PVA dan polimer kitosan

(Chen dkk., 2008). Untuk penelitian ini, berat membran pada tahapan tersebut menurun sebesar 38,33% di suhu 210-310 °C berdasarkan termogram pada Lampiran F. Pengurangan yang terakhir pada suhu 400-500°C diakibatkan oleh kerusakan struktur polimer dengan campuran matriks polimer (Palani dkk., 2014). Untuk penelitian ini, berat membran pada tahapan tersebut menurun sebesar 11,06% di suhu 510-590 °C berdasarkan termogram pada Lampiran F.



Gambar 4.3 Grafik TG untuk sampel CS, CS-PVA, dan CS-PVA/MMT 8%

Membran CS-PVA/MMT 8% memiliki sebagian tahapan dekomposisi/degradasi yang sama dengan sampel

CS-PVA. Dekomposisi pada suhu 210-290°C merupakan degradasi PVA dan polimer kitosan pada sampel tersebut dengan penurunan berat sebesar 21,08%. Pengurangan yang terakhir pada suhu 500-590°C diakibatkan oleh kerusakan struktur polimer dengan campuran matriks polimer dengan penurunan berat sebesar 13,21%. Kedua tren tersebut menandakan kedua sampel memiliki komposisi yang sama, yaitu PVA dan polimer kitosan. Adanya *filler* MMT membuat perbedaan dengan sampel tanpa MMT, yaitu nilai berat (%) sampel CS-PVA/MMT 8% lebih besar daripada CS-PVA di suhu 600°C dan pada suhu 100-200 °C sampel MMT 8% hanya berkurang sebesar 1,1%. Selain itu, berat (%) sampel dengan MMT tetap terjaga di atas 90% pada suhu 230°C sedangkan berat sampel tanpa MMT di suhu yang sama telah berkurang menjadi 68%, sehingga MMT membantu menaikkan stabilitas termal membran sampel CS-PVA.

Hasil TG yang berbeda ditunjukkan oleh sampel kitosan murni (CS) dengan kedua sampel lainnya. Berat (%) membran CS murni masih berada di atas 90% atau hanya berkurang sebesar 7,89% setelah mencapai suhu 300°C sedangkan membran CS-PVA dan CS-PVA/MMT 8% berkurang sebesar 51,74% dan 24,66% secara berturut-turut dengan perlakuan yang sama. Salah satu faktor yang menyebabkan hasil TG sampel CS murni berbeda adalah komposisi CS murni (2 g kitosan) yang

berbeda dengan kedua sampel, yaitu CS-PVA (1,5 g kitosan) dan CS-PVA/MMT 8% (1,5 g kitosan).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Hasil sintesis membran komposit CS-PVA-MMT telah dilakukan dan sifat termal-mekanik sampel telah dianalisis. Penambahan MMT ke dalam membran komposit CS-PVA meningkatkan sifat mekanik melalui uji tarik dengan kenaikan perpanjangan (*elongation*) sebesar 130,9%, tegangan maksimal sebesar 82,48%, gaya sebesar 82,5%, dan perubahan panjang (*stroke*) sebesar 130,8%. Berat sampel membran CS-PVA-MMT hanya berkurang 10% pada suhu 230°C dibandingkan berat CS-PVA tanpa MMT yang berkurang 32%.

#### **5.2 Saran**

Penelitian ini membutuhkan uji konduktivitas proton untuk mengetahui performa membran komposit sehingga pengaruh penambahan *filler* MMT terhadap membran CS-PVA dapat diketahui dan dianalisis.

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## DAFTAR PUSTAKA

- Ahn, K., Kim, M., Kim, K., Oh, I., Ju, H., & Kim, J. (2015). Low methanol permeable crosslinked sulfonated poly(phenylene oxide) membranes with hollow glass microspheres for direct methanol fuel cells. *Polymer*, *56*, 178–188.
- Arbia, W., Arbia, L., Adour, L., & Amrane, A. (2012). Chitin Extraction from Crustacean Shells Using Biological Methods. *Food Technol. Biotechnol*, *51*, 12–25.
- Bakangura, E., Wu, L., Ge, L., Yang, Z., & Xu, T. (2016). Mixed matrix proton exchange membranes for fuel cells: State of the art and perspectives. *Progress in Polymer Science*, *57*, 103–152.
- Bashar, M. M., & Khan, M. A. (2013). An Overview on Surface Modification of Cotton Fiber for Apparel Use. *Journal of Polymers and the Environment*, *21*(1), 181–190.
- Bezdrozhev, O., Kolodiazhnyi, T., & Vasylykiv, O. (2017). Precipitation synthesis and magnetic properties of self-assembled magnetite-chitosan nanostructures. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, *428*, 406–411.
- Blair, H. S., & Ho, T.-C. (2007). Studies in the adsorption and diffusion of ions in chitosan. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, *31*(1), 6–10.
- Bough, W. A., Salter, W. L., Wu, A. C. M., & Perkins, B. E. (1978). Influence of manufacturing variables on the characteristics and effectiveness of chitosan products. I. Chemical composition, viscosity, and molecular-weight distribution of chitosan

- products. *Biotechnology and Bioengineering*, 20(12), 1931–1943.
- Buraidah, M. H., & Arof, A. K. (2011). Characterization of chitosan/PVA blended electrolyte doped with NH<sub>4</sub>I. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357(16–17), 3261–3266.
- Cele, N., & Ray, S. S. (2009). Recent Progress on Nafion-Based Nanocomposite Membranes for Fuel Cell Applications. *Macromolecular Materials and Engineering*, 294(11), 719–738.
- Chen, C.-H., Wang, F.-Y., Mao, C.-F., Liao, W.-T., & Hsieh, C.-D. (2008). Studies of chitosan: II. Preparation and characterization of chitosan/poly(vinyl alcohol)/gelatin ternary blend films. *International Journal of Biological Macromolecules*, 43(1), 37–42.
- Courtney, T. D., Chang, C.-C., Gorte, R. J., Lobo, R. F., Fan, W., & Nikolakis, V. (2015). Effect of water treatment on Sn-BEA zeolite: Origin of 960 cm<sup>-1</sup> FTIR peak. *Microporous and Mesoporous Materials*, 210, 69–76.
- Davis, J. R. (2004). *Tensile Testing, 2nd Edition*: ASM International. hal p1-5.
- de Souza Costa-Júnior, E., Pereira, M. M., & Mansur, H. S. (2009). Properties and biocompatibility of chitosan films modified by blending with PVA and chemically crosslinked. *Journal of Materials Science. Materials in Medicine*, 20(2), 553–561.
- FAO. (2016). *The State of World Fisheries and Aquaculture 2016* (hal. 67). Rome: Food and Agriculture Organization.



- Florkin, M., & Stotz, E. H. (1971). *Comprehensive Biochemistry* (Vol. 26C). Elsevier Publishing Company (Amsterdam).
- Fu, T., Cui, Z., Zhong, S., Shi, Y., Zhao, C., Zhang, G., ... Xing, W. (2008). Sulfonated poly(ether ether ketone)/clay-SO<sub>3</sub>H hybrid proton exchange membranes for direct methanol fuel cells. *Journal of Power Sources*, 185(1), 32–39.
- Gurau, B., & Smotkin, E. S. (2002). Methanol crossover in direct methanol fuel cells: a link between power and energy density. *Journal of Power Sources*, 112(2), 339–352.
- Hammer, A. (2013). *Thermal Analysis of Polymers Selected Applications*. Switzerland: Mettler-Toledo AG.
- Khan, T. A., Peh, K. K., & Ch'ng, H. S. (2002). Reporting degree of deacetylation values of chitosan: the influence of analytical methods. *J Pharm Pharmaceut Sci*, 5, 205–212.
- Kontturi, K., Murtomäki, L., & Manzanares, J. A. (2014). *Ionic Transport Processes: in Electrochemistry and Membrane Science*. Oxford, New York: Oxford University Press.
- Krause, S. (2000). Polymer Chemistry: An Introduction, 3rd Edition (Stevens, Malcolm P.). *Journal of Chemical Education*, 77(1), 35.
- Kumirska, J., Weinhold, M. X., Thöming, J., & Stepnowski, P. (2011). Biomedical Activity of Chitin/Chitosan Based Materials—Influence of Physicochemical Properties Apart from Molecular Weight and Degree of N-Acetylation. *Polymers*, 3(4), 1875–1901.

- Liu, G., Yang, Z., Halim, M., Li, X., Wang, M., Kim, J. Y., ... Lee, J. K. (2017). A gradient activation method for direct methanol fuel cells. *Energy Conversion and Management*, *138*, 54–60.
- Magalad, V. T., Pattanashetti, S. S., Gokavi, G. S., Nadagouda, M. N., & Aminabhavi, T. M. (2012). Proton conducting properties of nanocomposite membranes of chitosan. *Chemical Engineering Journal*, *189–190*, 1–4.
- Maiti, J., Kakati, N., Lee, S. H., Jee, S. H., Viswanathan, B., & Yoon, Y. S. (2012). Where do poly(vinyl alcohol) based membranes stand in relation to Nafion® for direct methanol fuel cell applications? *Journal of Power Sources*, *216*, 48–66.
- Manthiram, A., Zhao, X., & Li, W. (2012). 11 - Developments in membranes, catalysts and membrane electrode assemblies for direct methanol fuel cells (DMFCs). In *Functional Materials for Sustainable Energy Applications* (hal. 312–369). Woodhead Publishing.
- Mauritz, K. A., & Moore, R. B. (2004). State of Understanding of Nafion. *Chemical Reviews*, *104*(10), 4535–4586.
- Ming Yang, J., & Chih Chiu, H. (2012a). Preparation and characterization of polyvinyl alcohol/chitosan blended membrane for alkaline direct methanol fuel cells. *Journal of Membrane Science*, *419–420*, 65–71.
- Ming Yang, J., & Chih Chiu, H. (2012b). Preparation and characterization of polyvinyl alcohol/chitosan blended membrane for alkaline direct methanol

- fuel cells. *Journal of Membrane Science*, 419–420, 65–71.
- Mukoma, P., Jooste, B. R., & Vosloo, H. C. M. (2004). Synthesis and characterization of cross-linked chitosan membranes for application as alternative proton exchange membrane materials in fuel cells. *Journal of Power Sources*, 136(1), 16–23.
- Neugebauer, W. A., Neugebauer, E., & Brzezinski, R. (1989). Determination of the degree of N-acetylation of chitin-chitosan with picric acid. *Carbohydrate Research*, 189, 363–367.
- No, H. K., & Meyers, S. P. (1995). Preparation and Characterization of Chitin and Chitosan—A Review. *Journal of Aquatic Food Product Technology*, 4(2), 27–52.
- Ouellette, D., Gencalp, U., & Colpan, C. O. (2016). Effect of cathode flow field configuration on the performance of flowing electrolyte-direct methanol fuel cell. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(4).
- Palani, P. B., Abidin, K. S., Kannan, R., Sivakumar, M., Wang, F.-M., Rajashabala, S., & Velraj, G. (2014). Improvement of proton conductivity in nanocomposite polyvinyl alcohol (PVA)/chitosan (CS) blend membranes. *RSC Advances*, 4(106), 61781–61789.
- Pandey, J., Seepana, M. M., & Shukla, A. (2015). Zirconium phosphate based proton conducting membrane for DMFC application. *International Journal of Hydrogen Energy*, 40(30), 9410–9421.
- Peighambaroust, S. J., Rowshanzamir, S., & Amjadi, M. (2010). Review of the proton exchange

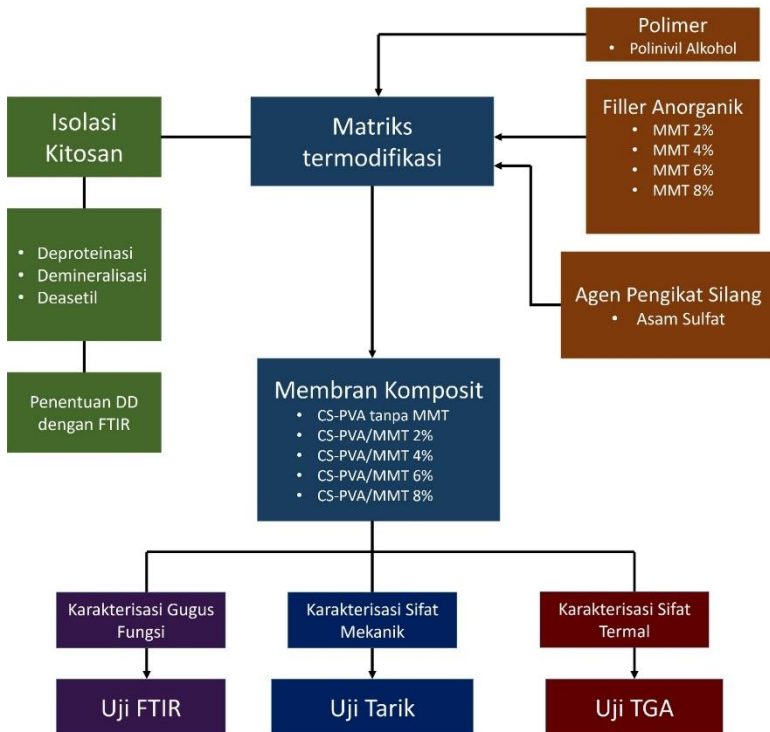
- membranes for fuel cell applications. *International Journal of Hydrogen Energy*, 35(17), 9349–9384.
- Pillai, C. K. S., Paul, W., & Sharma, C. P. (2009a). Chitin and chitosan polymers: Chemistry, solubility and fiber formation. *Progress in Polymer Science*, 34(7), 641–678.
- Pillai, C. K. S., Paul, W., & Sharma, C. P. (2009b). Chitin and chitosan polymers: Chemistry, solubility and fiber formation. *Progress in Polymer Science*, 34(7), 641–678.
- Pinnavaia, T. J. (1983). Intercalated clay catalysts. *Science (New York, N.Y.)*, 220(4595), 365–371.
- Price, D. M., Hourston, D. J., & Dumont, F. (2000). *Thermogravimetry of Polymers*. Chichester: John Wiley & Sons, Inc.
- Qin, H., Hu, Y., Zhu, C., Chu, W., Sheng, H., Dong, Z., ... Liu, J. (2017). Functionalization of polyvinyl alcohol composite membrane by CoOOH for direct borohydride fuel cells. *Electrochemistry Communications*, 77, 1–4.
- Ramírez-Salgado, J. (2007). Study of basic biopolymer as proton membrane for fuel cell systems. *Electrochimica Acta*, 52(11), 3766–3778.
- Saxena, S. K. (2003). Polyvinyl Alcohol (PVA) Chemical and Technical Assessment. *The Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives*, 1–3.
- Shirdast, A., Sharif, A., & Abdollahi, M. (2016a). Effect of the incorporation of sulfonated chitosan/sulfonated graphene oxide on the proton conductivity of chitosan membranes. *Journal of Power Sources*, 306, 541–551.

- Shirdast, A., Sharif, A., & Abdollahi, M. (2016b). Effect of the incorporation of sulfonated chitosan/sulfonated graphene oxide on the proton conductivity of chitosan membranes. *Journal of Power Sources*, *306*, 541–551.
- Smitha, B., Sridhar, S., & Khan, A. A. (2005). Synthesis and characterization of poly(vinyl alcohol)-based membranes for direct methanol fuel cell. *Journal of Applied Polymer Science*, *95*(5), 1154–1163.
- Srinophakun, P., Thanapimmetha, A., Plangsri, S., Vetchayakunchai, S., & Saisriyoot, M. (2017). Application of modified chitosan membrane for microbial fuel cell: Roles of proton carrier site and positive charge. *Journal of Cleaner Production*, *142, Part 3*, 1274–1282.
- Steele, B. C., & Heinzl, A. (2001). Materials for fuel-cell technologies. *Nature*, *414*(6861), 345–352.
- Tanaka, Y. (2015). 22 - Fuel Cell. In *Ion Exchange Membranes (Second Edition)* (hal. 459–470). Amsterdam: Elsevier.
- Tharanathan, R. N., & Kittur, F. S. (2003). Chitin--the undisputed biomolecule of great potential. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, *43*(1), 61–87.
- Üçtuğ, F. G., & Holmes, S. M. (2011). Characterization and fuel cell performance analysis of polyvinylalcohol–mordenite mixed-matrix membranes for direct methanol fuel cell use. *Electrochimica Acta*, *56*(24), 8446–8456.
- Umar, S. (2015). *Pengaruh Variasi Konsentrasi Glutaraldehyd Terhadap Sifat dan Kinerja Membran Komposit (Kitosan-Montmorilonit)*

- untuk Aplikasi Direct Methanol Fuel Cell (DMFC)*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Wu, & Bough. (1978). A Study of Variables In The Chitosan Manufacturing Process In Relation To Molecular-Weight Distribution, Chemical Characteristics And Waste-Treatment Effectiveness. *MIT Sea Grant Program*, 88.
- Wu, C., Liu, L., Tang, K., & Chen, T. (2017). Studies on an ultrasonic atomization feed direct methanol fuel cell.
- Xu, Y., Gallert, C., & Winter, J. (2008). Chitin purification from shrimp wastes by microbial deproteination and decalcification. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 79(4), 687–697.
- Yeo, R. S. (1982). Applications of Perfluorosulfonated Polymer Membranes in Fuel Cells, Electrolyzers, and Load Leveling Devices. In *Perfluorinated Ionomer Membranes* (Vol. 180, hal. 453–473). AMERICAN CHEMICAL SOCIETY.
- Yeo, S. C., & Eisenberg, A. (1977). Effect of ion placement and structure on properties of plasticized polyelectrolytes. *Journal of Macromolecular Science, Part B*, 13(3), 441–484.

# LAMPIRAN A

## SKEMA PENELITIAN



Gambar A.4 Bagan Prosedur Penelitian

## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

**1. Pembuatan Larutan NaOH 3,5% sebanyak 1000 mL**

Ditimbang 35,0070 gram padatan NaOH dengan neraca analitik, kemudian dilarutkan dan diencerkan dengan aquaDM sampai batas dalam labu takar 1000 mL.

**2. Pembuatan Larutan NaOH 50% sebanyak 500 mL**

Ditimbang 249,9974 gram padatan NaOH dengan neraca analitik, kemudian dilarutkan dan diencerkan dengan aquaDM sampai tanda batas dalam labu takar 500 mL

**3. Pembuatan Larutan NaOH 1,0 M sebanyak 100 mL**

Ditimbang 4,0100 gram padatan NaOH dengan neraca analitik, kemudian dilarutkan dan diencerkan dengan aquaDM sampai tanda batas dalam labu takar 100 mL.



**4. Pembuatan Larutan HCl 1,0 N sebanyak 1000 mL**

Dipipet HCl pekat (konsentrasi = 37%,  $\rho = 1,12$  gr/mL) sebanyak 88 mL, lalu diencerkan dengan aquaDM sampai tanda batas dalam labu takar 1000 mL.

**5. Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2M sebanyak 500 mL**

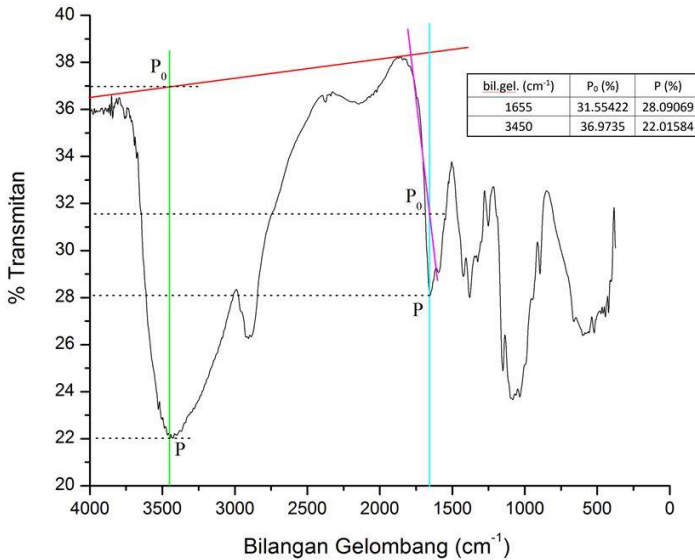
Dipipet HCl pekat (konsentrasi = 98%,  $\rho = 1,84$  gr/mL) sebanyak 54,35 mL, lalu diencerkan dengan aquaDM sampai tanda batas dalam labu takar 500 mL.

**6. Pembuatan Larutan CH<sub>3</sub>COOH 2% sebanyak 500 mL**

Dipipet 10 mL CH<sub>3</sub>COOH pekat (konsentrasi = 100%), lalu diencerkan dengan aqua DM sampai tanda batas dalam labu takar 500 mL.

## LAMPIRAN C

### PERHITUNGAN DERAJAT DEASETILASI KITOSAN DENGAN METODE *BASELINE*



Gambar C.1 Penentuan Derajat Deasetilasi Kitosan Dengan Metode *Baseline* FTIR

Rumus perhitungan derajat deasetilasi berdasarkan yang dikemukakan oleh (Khan dkk., 2002) adalah :

$$A = \log \frac{P_0}{P} \text{ dan } \%DD = \left\{ 100 - \left[ \frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times 115 \right] \right\}$$

Dimana: A = absorban

P<sub>0</sub> = % Transmitan pada garis dasar

P = Transmitan pada puncak maksimum

A<sub>1655</sub> = serapan gugus amida

A<sub>3450</sub> = serapan gugus hidroksil

Berdasarkan spektra FTIR kitosan di atas, maka prosentase DD dapat dihitung sebagai berikut:

$$A_{3450} = \log \frac{36,9735}{22,01584} = 0,05049$$

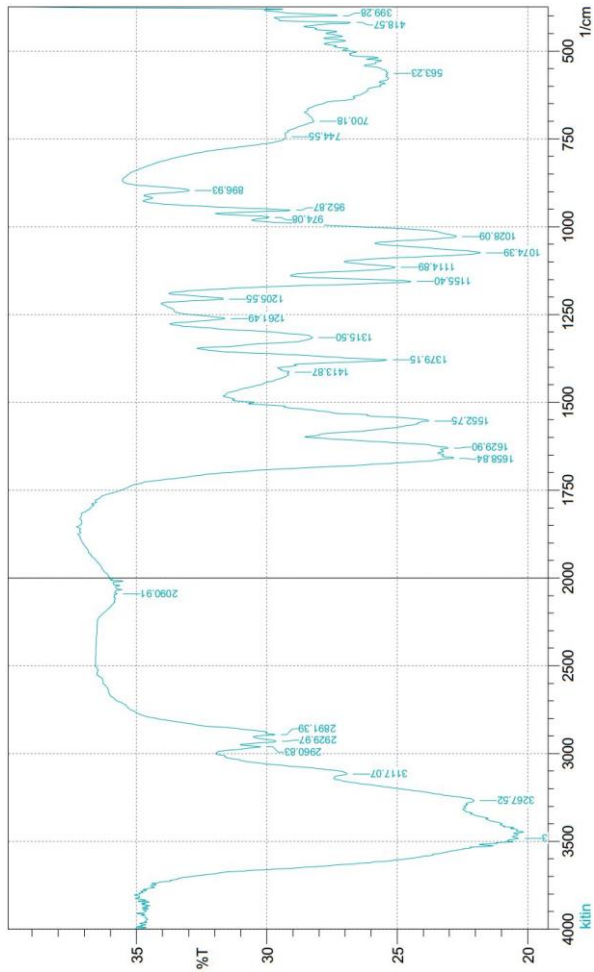
$$A_{1655} = \log \frac{31,55422}{28,09069} = 0,2251$$

$$\begin{aligned}\text{Sehingga: \%DD} &= \left\{ 100 - \left[ \frac{0,05049}{0,2251} \times 115 \right] \right\} \\ &= \{100 - 25.79\} \\ &= 74.209\%\end{aligned}$$

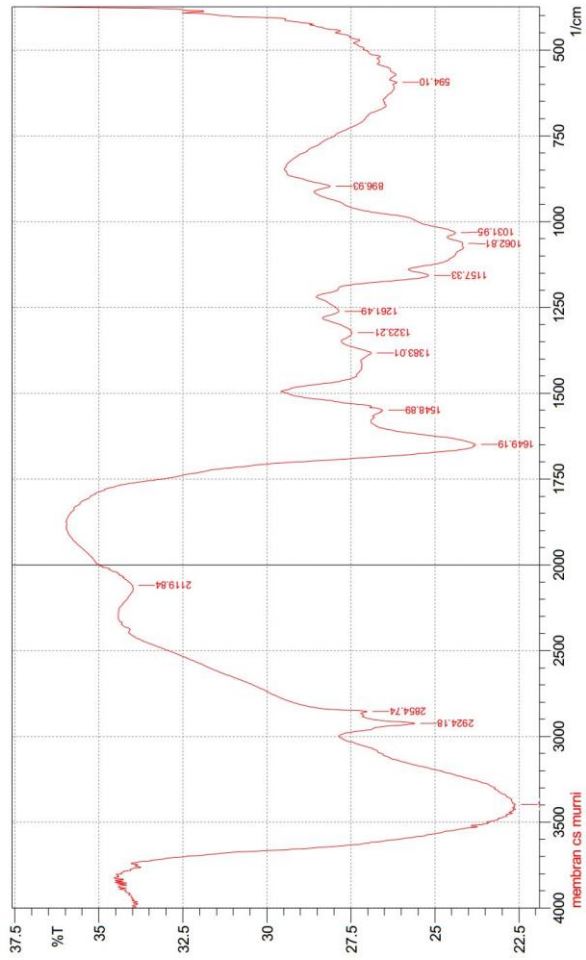
# LAMPIRAN D

## SPEKTRA FTIR

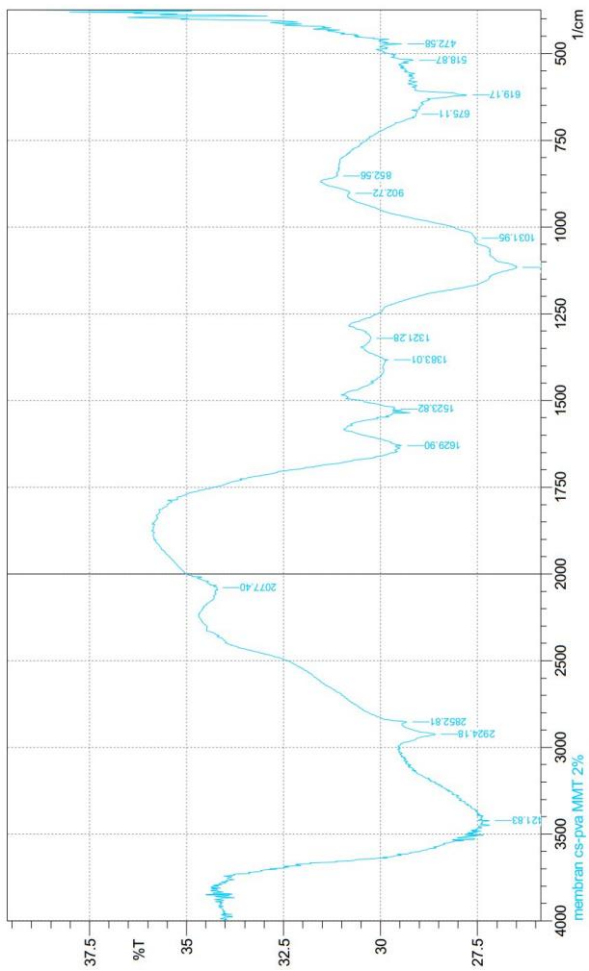
### D.1 Serbuk Kitin



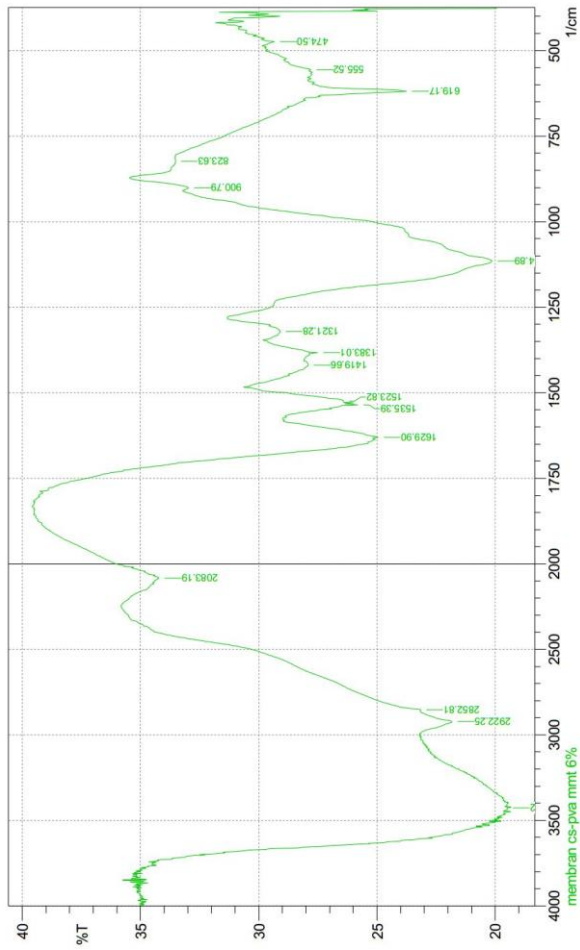
## D.2 Membran Kitosan Murni



### D.3 CS-PVA/MMT 2%



## D.4 CS-PVA/MMT 6%





## D.5 Tabel Perhitungan Luas Puncak Serapan

### D5.1 CS Murni

No	Integral Result of "Transmitan"				
	Area	Area (%)	Begin X	End X	Center
1	-67,34574	-0,24509	374,2027	391,5626	387,7049
2	-129,0808	-0,46975	391,5626	412,7803	408,9226
3	-105,956	-0,3856	412,7803	426,2825	424,3536
4	-200,0819	-0,72814	426,2825	449,429	443,6424
5	-270,8904	-0,98583	449,429	478,3622	472,5756
6	-185,4718	-0,67497	478,3622	497,651	493,7933
7	-269,8756	-0,98213	497,651	524,6554	518,8687
8	-58,97811	-0,21463	524,6554	530,442	528,5131
9	-98,38623	-0,35805	530,442	540,0864	534,2998
10	-487,201	-1,77303	540,0864	586,3795	570,9485
11	-143,7941	-0,5233	586,3795	599,8817	594,095
12	-487,5832	-1,77442	599,8817	646,1748	609,5261
13	-1805,042	-6,56893	646,1748	848,7072	661,6058
14	-71,66365	-0,2608	848,7072	858,3516	856,4227
15	-456,36	-1,66079	858,3516	914,2891	896,9292
16	-1371,283	-4,99039	914,2891	1045,453	1031,951
17	-289,737	-1,05441	1045,453	1068,6	1062,813
18	-870,8419	-3,16918	1068,6	1139,968	1076,315
19	-792,3862	-2,88366	1139,968	1219,052	1157,328
20	-539,7468	-1,96425	1219,052	1280,776	1261,488
21	-615,6095	-2,24033	1280,776	1348,287	1323,212
22	-555,997	-2,02339	1348,287	1406,154	1383,007
23	-186,8336	-0,67993	1406,154	1425,442	1417,727
24	-615,6956	-2,24065	1425,442	1494,882	1429,3
25	-650,4693	-2,3672	1494,882	1566,251	1548,891

26	-173,6904	-0,6321	1566,251	1583,61	1570,108
27	-1788,24	-6,50778	1583,61	1874,871	1649,192
28	-458,5468	-1,66875	1874,871	2121,768	2119,839
29	-494,8421	-1,80083	2121,768	2308,869	2139,128
30	-2860,105	-10,4085	2308,869	2864,387	2854,742
31	-168,6215	-0,61365	2864,387	2881,747	2874,031
32	-1179,073	-4,2909	2881,747	2999,408	2924,182
33	-3420,982	-12,4497	2999,408	3304,171	3300,314
34	-966,5498	-3,51748	3304,171	3373,611	3365,896
35	-81,90093	-0,29805	3373,611	3379,398	3377,469
36	-356,2623	-1,29651	3379,398	3404,473	3396,758
37	-164,5237	-0,59874	3404,473	3416,046	3412,189
38	-164,5518	-0,59884	3416,046	3427,62	3423,762
39	-218,4095	-0,79484	3427,62	3443,051	3431,478
40	-190,3131	-0,69259	3443,051	3456,553	3448,837
41	-348,5988	-1,26862	3456,553	3481,628	3464,268
42	-236,4132	-0,86036	3481,628	3498,988	3485,486
43	-281,944	-1,02605	3498,988	3520,206	3502,846
44	-1891,426	-6,8833	3520,206	3740,098	3527,922
45	-39,80519	-0,14486	3740,098	3753,6	3747,814
46	-190,1284	-0,69192	3753,6	3824,969	3761,316
47	-330,0401	-1,20109	3824,969	3950,346	3944,56
48	-22,27151	-0,08105	3950,346	3958,062	3954,204
49	-34,23289	-0,12458	3958,062	3969,635	3965,777
50	-51,39936	-0,18705	3969,635	3986,995	3975,422
51	-39,29989	-0,14302	3986,995	4000,497	3992,782

## D5.2 CS-PVA/MMT 2%

No	Integral Result of "Transmitan"				
	Area	Area (%)	Begin X	End X	Center
1	-72,6551	-0,25358	374,2027	395,4204	391,5626
2	-76,5413	-0,26715	395,4204	410,8514	408,9226
3	-50,7676	-0,17719	410,8514	418,567	414,7092
4	-85,2596	-0,29758	418,567	430,1402	426,2825
5	-29,7039	-0,10367	430,1402	433,998	432,0691
6	-259,848	-0,90693	433,998	464,8601	459,0734
7	-141,091	-0,49244	464,8601	480,2911	472,5756
8	-70,2419	-0,24516	480,2911	488,0066	482,22
9	-212,485	-0,74163	488,0066	511,1532	503,4377
10	-129,789	-0,453	511,1532	524,6554	518,8687
11	-73,9204	-0,258	524,6554	532,3709	526,5842
12	-316,834	-1,10583	532,3709	565,1618	557,4463
13	-132,323	-0,46184	565,1618	578,664	570,9485
14	-75,8368	-0,26469	578,664	586,3795	580,5929
15	-94,9835	-0,33152	586,3795	596,0239	592,1662
16	-480,058	-1,67553	596,0239	642,317	619,1705
17	-135,677	-0,47355	642,317	655,8192	646,1748
18	-1349,76	-4,71101	655,8192	806,2718	657,7481
19	-107,315	-0,37456	806,2718	819,774	813,9874
20	-107,067	-0,37369	819,774	833,2762	823,6318
21	-106,697	-0,3724	833,2762	846,7783	835,205
22	-178,433	-0,62278	846,7783	869,9249	848,7072
23	-320,586	-1,11893	869,9249	910,4314	898,8581
24	-1299,28	-4,53481	910,4314	1041,595	1031,951
25	-337,508	-1,17799	1041,595	1070,528	1064,742
26	-114,016	-0,39795	1070,528	1080,173	1078,244

27	-2156,707	-7,527	1080,173	1284,634	1116,822
28	-531,016	-1,853	1284,634	1346,358	1321,283
29	-340,151	-1,187	1346,358	1384,936	1383,007
30	-175,410	-0,612	1384,936	1404,225	1388,794
31	-364,801	-1,273	1404,225	1444,731	1411,940
32	-326,620	-1,140	1444,731	1483,309	1448,589
33	-93,968	-0,328	1483,309	1494,882	1491,024
34	-292,255	-1,020	1494,882	1527,673	1523,815
35	-36,412	-0,127	1527,673	1531,531	1529,602
36	-126,446	-0,441	1531,531	1545,033	1535,388
37	-200,721	-0,701	1545,033	1568,179	1546,962
38	-125,906	-0,439	1568,179	1583,610	1572,037
39	-425,864	-1,486	1583,610	1631,832	1629,904
40	-109,201	-0,381	1631,832	1643,406	1637,619
41	-876,259	-3,058	1643,406	1780,356	1647,264
42	-69,995	-0,244	1780,356	1799,645	1784,214
43	-53,004	-0,185	1799,645	1815,076	1803,503
44	-56,925	-0,199	1815,076	1832,436	1818,934
45	-74,155	-0,259	1832,436	1855,583	1838,223
46	-36,495	-0,127	1855,583	1867,156	1857,511
47	-24,216	-0,085	1867,156	1874,871	1871,014
48	-30,299	-0,106	1874,871	1884,516	1880,658
49	-60,974	-0,213	1884,516	1903,805	1901,876
50	-399,896	-1,396	1903,805	2013,751	2009,893
51	-33,031	-0,115	2013,751	2021,466	2017,608
52	-119,247	-0,416	2021,466	2048,471	2042,684
53	-97,974	-0,342	2048,471	2069,688	2065,830
54	-82,729	-0,289	2069,688	2087,048	2081,262
55	-46,056	-0,161	2087,048	2096,693	2090,906

56	-45,731	-0,160	2096,693	2106,337	2100,550
57	-27,406	-0,096	2106,337	2112,124	2108,266
58	-72,927	-0,255	2112,124	2127,555	2115,981
59	-292,545	-1,021	2127,555	2191,208	2137,199
60	-59,737	-0,209	2191,208	2204,710	2193,137
61	-92,695	-0,324	2204,710	2225,928	2206,639
62	-41,751	-0,146	2225,928	2235,572	2227,856
63	-366,733	-1,280	2235,572	2318,514	2303,083
64	-26,139	-0,091	2318,514	2324,300	2320,443
65	-172,246	-0,601	2324,300	2360,949	2357,091
66	-3665,439	-12,793	2360,949	2864,387	2852,814
67	-1253,528	-4,375	2864,387	2991,693	2924,182
68	-54,767	-0,191	2991,693	2997,480	2995,551
69	-109,632	-0,383	2997,480	3009,053	3005,195
70	-109,593	-0,383	3009,053	3020,626	3012,911
71	-73,238	-0,256	3020,626	3028,342	3026,413
72	-91,832	-0,321	3028,342	3037,986	3032,199
73	-147,127	-0,514	3037,986	3053,417	3049,559
74	-74,074	-0,259	3053,417	3061,133	3057,275
75	-129,970	-0,454	3061,133	3074,635	3066,919
76	-111,743	-0,390	3074,635	3086,208	3080,421
77	-130,711	-0,456	3086,208	3099,710	3095,852
78	-56,465	-0,197	3099,710	3105,497	3101,639
79	-245,565	-0,857	3105,497	3130,572	3122,857
80	-57,135	-0,199	3130,572	3136,359	3134,430
81	-465,027	-1,623	3136,359	3182,652	3178,794
82	-219,021	-0,764	3182,652	3203,870	3200,012
83	-222,758	-0,777	3203,870	3225,087	3221,230
84	-246,869	-0,862	3225,087	3248,234	3246,305
85	-229,613	-0,801	3248,234	3269,452	3263,665

86	-147,810	-0,516	3269,452	3282,954	3277,167
87	-42,338	-0,148	3282,954	3286,812	3284,883
88	-212,855	-0,743	3286,812	3306,100	3298,385
89	-150,491	-0,525	3306,100	3319,602	3317,674
90	-151,544	-0,529	3319,602	3333,105	3327,318
91	-87,280	-0,305	3333,105	3340,820	3338,891
92	-219,293	-0,765	3340,820	3360,109	3356,251
93	-132,790	-0,463	3360,109	3371,682	3367,824
94	-222,171	-0,775	3371,682	3390,971	3385,184
95	-44,734	-0,156	3390,971	3394,829	3392,900
96	-67,226	-0,235	3394,829	3400,615	3398,687
97	-201,287	-0,703	3400,615	3417,975	3414,118
98	-90,191	-0,315	3417,975	3425,691	3421,833
99	-223,942	-0,782	3425,691	3444,980	3431,478
100	-156,946	-0,548	3444,980	3458,482	3448,837
101	-155,859	-0,544	3458,482	3471,984	3462,340
102	-88,185	-0,308	3471,984	3479,700	3475,842
103	-66,586	-0,232	3479,700	3485,486	3481,628
104	-87,939	-0,307	3485,486	3493,202	3489,344
105	-87,106	-0,304	3493,202	3500,917	3497,059
106	-66,409	-0,232	3500,917	3506,704	3504,775
107	-151,320	-0,528	3506,704	3520,206	3510,562
108	-151,751	-0,530	3520,206	3533,708	3527,922
109	-230,258	-0,804	3533,708	3554,926	3537,566
110	-203,587	-0,711	3554,926	3574,215	3558,784
111	-426,155	-1,487	3574,215	3616,650	3578,072
112	-109,367	-0,382	3616,650	3628,223	3620,508
113	-325,405	-1,136	3628,223	3666,801	3630,152
114	-81,173	-0,283	3666,801	3678,374	3670,659

115	-52,247	-0,182	3678,374	3686,090	3682,232
116	-158,495	-0,553	3686,090	3711,165	3688,019
117	-66,871	-0,233	3711,165	3722,738	3713,094
118	-102,677	-0,358	3722,738	3742,027	3724,667
119	-68,665	-0,240	3742,027	3755,529	3745,885
120	-59,369	-0,207	3755,529	3767,103	3761,316
121	-38,766	-0,135	3767,103	3774,818	3770,960
122	-66,699	-0,233	3774,818	3788,320	3780,605
123	-27,868	-0,097	3788,320	3794,107	3790,249
124	-54,825	-0,191	3794,107	3805,680	3797,965
125	-36,609	-0,128	3805,680	3813,396	3809,538
126	-54,857	-0,191	3813,396	3824,969	3817,254
127	-74,061	-0,258	3824,969	3840,400	3832,685
128	-37,865	-0,132	3840,400	3848,116	3846,187
129	-56,667	-0,198	3848,116	3859,689	3853,902
130	-66,840	-0,233	3859,689	3873,191	3865,476
131	-18,974	-0,066	3873,191	3877,049	3875,120
132	-65,617	-0,229	3877,049	3890,551	3882,835
133	-28,178	-0,098	3890,551	3896,338	3894,409
134	-75,246	-0,263	3896,338	3911,769	3898,266
135	-37,742	-0,132	3911,769	3919,484	3915,626
136	-94,597	-0,330	3919,484	3938,773	3936,844
137	-47,803	-0,167	3938,773	3948,417	3944,560
138	-57,585	-0,201	3948,417	3959,991	3956,133
139	-29,385	-0,103	3959,991	3965,777	3961,920
140	-77,590	-0,271	3965,777	3981,208	3975,422
141	-28,593	-0,100	3981,208	3986,995	3983,137
142	-57,496	-0,201	3986,995	3998,568	3990,853

### D5.3 CS-PVA/MMT 6%

No	Integral Result of "Transmitan"				
	Area	Area (%)	Begin X	End X	Center
1	-69,22905	-0,18042	381,91824	387,7049	383,8471
2	-90,71091	-0,23641	387,70488	397,3493	393,4915
3	-124,14823	-0,32355	397,34928	410,8514	399,2782
4	-66,3093	-0,17281	410,85144	418,567	414,7092
5	-164,08982	-0,42764	418,56696	437,8558	430,1402
6	-86,70639	-0,22597	437,85576	447,5002	441,7135
7	-182,04462	-0,47444	447,50016	466,789	464,8601
8	-191,4223	-0,49887	466,78896	486,0778	474,5045
9	-56,89496	-0,14828	486,07776	491,8644	489,9355
10	-95,4176	-0,24867	491,8644	501,5088	497,651
11	-260,6142	-0,6792	501,5088	526,5842	524,6554
12	-365,09003	-0,95148	526,58424	559,3752	555,5174
13	-90,88928	-0,23687	559,3752	567,0907	563,233
14	-136,20112	-0,35496	567,09072	578,664	570,9485
15	-90,37304	-0,23553	578,664	586,3795	582,5218
16	-136,51253	-0,35577	586,37952	597,9528	594,095
17	-582,01087	-1,51681	597,9528	642,317	619,1705
18	-1507,2103	-3,92801	642,31704	813,9874	646,1748
19	-185,04493	-0,48225	813,98736	844,8494	823,6318
20	-140,33054	-0,36572	844,84944	871,8538	846,7783
21	-218,86491	-0,57039	871,85376	910,4314	900,787
22	-5064,3807	-13,1985	910,43136	1280,776	1114,893
23	-644,94006	-1,68081	1280,7763	1346,358	1321,283
24	-638,63415	-1,66438	1346,3582	1404,225	1383,007
25	-463,63441	-1,2083	1404,2246	1444,731	1419,656
26	-387,92038	-1,01098	1444,7311	1483,309	1448,589



27	-499,48616	-1,30173	1483,3087	1527,673	1523,815
28	-51,60686	-0,1345	1527,673	1531,531	1529,602
29	-444,28196	-1,15786	1531,5307	1568,179	1535,388
30	-82,36611	-0,21466	1568,1794	1575,895	1572,037
31	-61,48189	-0,16023	1575,895	1581,682	1579,753
32	-667,00893	-1,73832	1581,6816	1633,761	1629,904
33	-1039,4141	-2,70887	1633,7614	1815,076	1637,619
34	-301,09741	-0,7847	1857,5114	2021,466	2019,537
35	-103,12773	-0,26877	2021,4662	2044,613	2042,684
36	-123,1804	-0,32103	2044,6128	2069,688	2065,83
37	-221,54711	-0,57738	2069,6882	2112,124	2083,19
38	-598,30673	-1,55928	2112,1236	2249,074	2115,981
39	-5957,3134	-15,5256	2249,0741	2862,458	2852,814
40	-2197,0537	-5,72585	2862,4579	2991,693	2922,253
41	-158,02147	-0,41183	2991,6929	3001,337	2995,551
42	-126,42906	-0,32949	3001,3373	3009,053	3005,195
43	-190,05143	-0,4953	3009,0528	3020,626	3014,839
44	-126,80678	-0,33048	3020,6261	3028,342	3026,413
45	-159,06076	-0,41454	3028,3416	3037,986	3032,199
46	-127,42072	-0,33208	3037,986	3045,702	3043,773
47	-127,7114	-0,33283	3045,7015	3053,417	3049,559
48	-160,17414	-0,41744	3053,417	3063,061	3057,275
49	-128,6732	-0,33534	3063,0614	3070,777	3066,919
50	-257,89625	-0,67212	3070,777	3086,208	3082,35
51	-226,31379	-0,58981	3086,208	3099,71	3095,852
52	-97,46766	-0,25402	3099,7102	3105,497	3101,639
53	-1329,1543	-3,46397	3105,4968	3182,652	3178,794
54	-766,64779	-1,998	3182,652	3225,087	3221,23
55	-465,0211	-1,21191	3225,0874	3250,163	3246,305

56	-545,6179	-1,42196	3250,1628	3279,096	3277,167
57	-294,48639	-0,76748	3279,096	3294,527	3292,598
58	-708,68725	-1,84694	3294,527	3331,176	3329,247
59	-188,86648	-0,49221	3331,1758	3340,82	3336,962
60	-75,79029	-0,19752	3340,8202	3344,678	3342,749
61	-534,14424	-1,39206	3344,6779	3371,682	3367,824
62	-230,4431	-0,60057	3371,6822	3383,256	3379,398
63	-154,12523	-0,40167	3383,2555	3390,971	3387,113
64	-77,40157	-0,20172	3390,971	3394,829	3392,9
65	-232,40958	-0,60569	3394,8288	3406,402	3398,687
66	-232,13993	-0,60499	3406,4021	3417,975	3412,189
67	-155,29128	-0,40471	3417,9754	3425,691	3421,833
68	-386,81417	-1,00809	3425,6909	3444,98	3433,406
69	-308,64176	-0,80437	3444,9797	3460,411	3448,837
70	-230,62144	-0,60103	3460,4107	3471,984	3462,34
71	-152,5564	-0,39758	3471,984	3479,7	3475,842
72	-114,5569	-0,29855	3479,6995	3485,486	3481,628
73	-151,73809	-0,39545	3485,4862	3493,202	3489,344
74	-150,55797	-0,39238	3493,2017	3500,917	3497,059
75	-150,80027	-0,39301	3500,9172	3508,633	3504,775
76	-223,36815	-0,58213	3508,6327	3520,206	3510,562
77	-110,83176	-0,28884	3520,206	3525,993	3524,064
78	-147,89274	-0,38543	3525,9926	3533,708	3529,85
79	-1212,9145	-3,16103	3533,7082	3601,219	3537,566
80	-1091,9017	-2,84566	3601,219	3686,09	3603,148
81	-257,28066	-0,67051	3686,0897	3722,738	3688,019
82	-55,01785	-0,14338	3722,7384	3732,383	3724,667
83	-50,43468	-0,13144	3732,3828	3742,027	3736,241
84	-68,85027	-0,17943	3742,0272	3755,529	3745,885

85	-58,88666	-0,15347	3755,5294	3767,103	3761,316
86	-37,45572	-0,09762	3767,1026	3774,818	3770,96
87	-54,30394	-0,14152	3774,8182	3786,391	3780,605
88	-35,02813	-0,09129	3786,3914	3794,107	3790,249
89	-51,56373	-0,13438	3794,107	3805,68	3797,965
90	-34,16446	-0,08904	3805,6802	3813,396	3809,538
91	-50,6922	-0,13211	3813,3958	3824,969	3817,254
92	-67,82956	-0,17677	3824,969	3840,4	3832,685
93	-34,55166	-0,09005	3840,4001	3848,116	3846,187
94	-50,97564	-0,13285	3848,1156	3859,689	3853,902
95	-51,85418	-0,13514	3859,6889	3871,262	3865,476
96	-25,77744	-0,06718	3871,2622	3877,049	3875,12
97	-51,42066	-0,13401	3877,0488	3888,622	3882,835
98	-34,06463	-0,08878	3888,6221	3896,338	3894,409
99	-69,257	-0,18049	3896,3376	3911,769	3904,053
100	-34,67033	-0,09036	3911,7686	3919,484	3915,626
101	-87,13096	-0,22708	3919,4842	3938,773	3936,844
102	-98,22403	-0,25599	3938,773	3959,991	3958,062
103	-36,22643	-0,09441	3959,9906	3967,706	3963,848
104	-53,71962	-0,14	3967,7062	3979,279	3975,422
105	-35,72897	-0,09311	3979,2794	3986,995	3983,137
106	-26,64862	-0,06945	3986,995	3992,782	3990,853
107	-35,70093	-0,09304	3992,7816	4000,497	3996,639

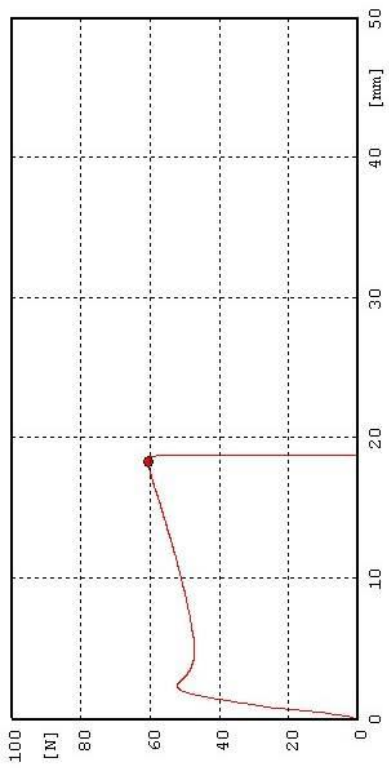
# LAMPIRAN E

## GRAFIK Uji TARIK

### E.1 Kitosan Murni

Lot name Kitosan Murni                      L.Range    200 N    P1 5 %                      03/11/2010 12:21:50 AM  
 Grade name 120417                            T.Speed 100 mm/min    P2 10 %                      Lot No. 28  
 Sample Shape  
 Operator    Erfan

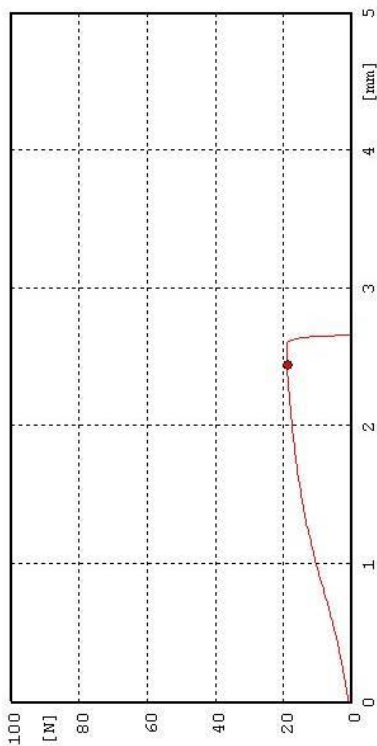
Sample No.	J	Break Elong %	Max. Force Kgf	Modul. MPa	Yield Stress MPa	Yield Elong %	Max. Stress MPa	Max. Energy M/cm	Max. Stress MPa	Break Stress MPa	Break Width mm	Thick mm
1	31.32	6.19	3344.5	75.7	3.8	88.0	89.83	26.2	6.9	0.1		
Ave.	31.32	6.19	3344.5	75.7	3.8	88.0	89.83	26.2	6.9	0.1		
Std dev.	0.00	0.00	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.0	0.0	0.0		



## E.2 CS-PVA tanpa MMT

Lot name PVA 4% 3CS 4% TanpaMMTRange 200 N P1 5 % 03/11/2010 12:31:37 AM  
 Grade name 120417 T.Speed 100 mm/min P2 10 %  
 Sample Shape Operator Erfan Lot No. 30

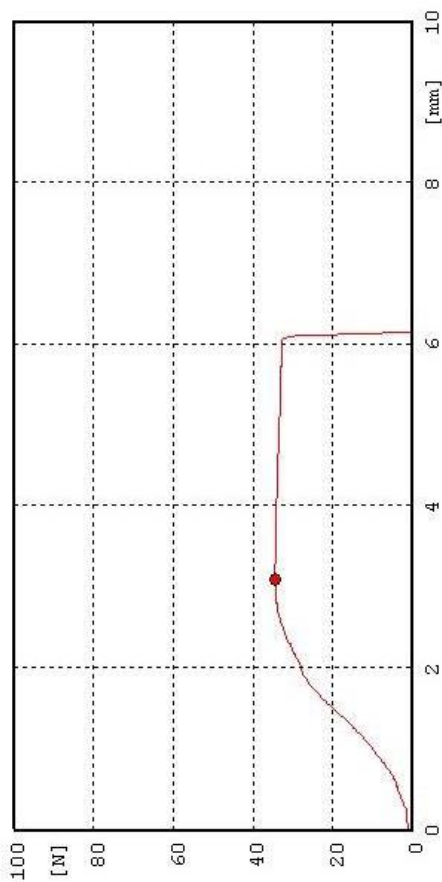
Sample No.	J	Break Elon %	Max. Force kgf	Modu. MPa	Yield Stress MPa	Yield Elon %	Max. Yield Stress MPa	Max. Energy N*cm	Break Stress MPa	Break Width mm	Thick mm
1		4.43	1.93	0.0	27.4	4.1	27.4	2.69	0.0	6.9	0.1
Ave.		4.43	1.93	0.0	27.4	4.1	27.4	2.69	0.0	6.9	0.1
Std dev.		0.00	0.00	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.0	0.0	0.0



### E.3 CS-PVA/MMT 2%

Lot name PVA 4 0,5 CS 4 1,5 L.range 200 N P1 5 03/11/2010 12:16:44 AM  
 Grade name 120417 T.Speed 100 mm/min P2 10 27  
 Sample Shape Operator Erfan  
 Lot No. 27

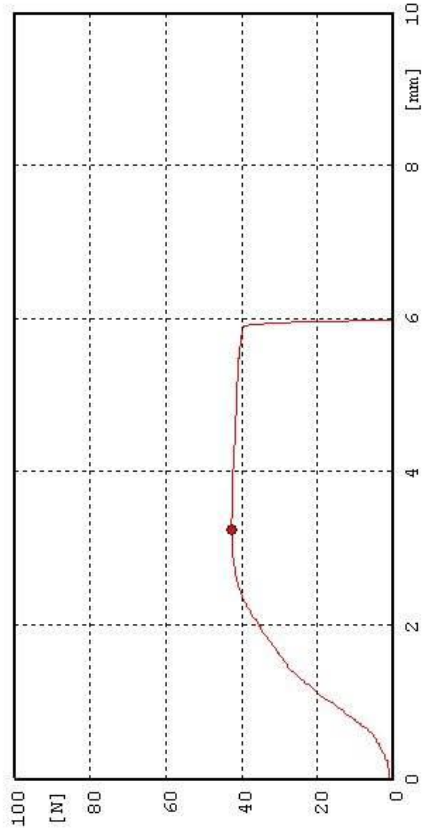
Sample No.	J	Break Elong %	Max. Force kgf	Modu. MPa	Yield Stress MPa	Elon %	Yield Stress MPa	Max. Elong %	Max. Energy N?cm	Break Stress MPa	Width mm	Thick mm
1	10.23	10.23	3.52	1721.7	50.0	5.2	50.0	50.0	5.90	0.0	6.9	0.1
Ave.	10.23	10.23	3.52	1721.7	50.0	5.2	50.0	50.0	5.90	0.0	6.9	0.1
Std dev.	0.00	0.00	0.00	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.0	0.0	0.0



## E.4 CS-PVA/MMT 8%

Lot name CS\_PVA\_mmt 8% L.range 200 N P1 5 % 03/11/2010 12:27:00 AM  
 Grade name 120417 T.Speed 100 mm/min P2 10 % Lot No. 29  
 Sample Shape  
 Operator Erfan

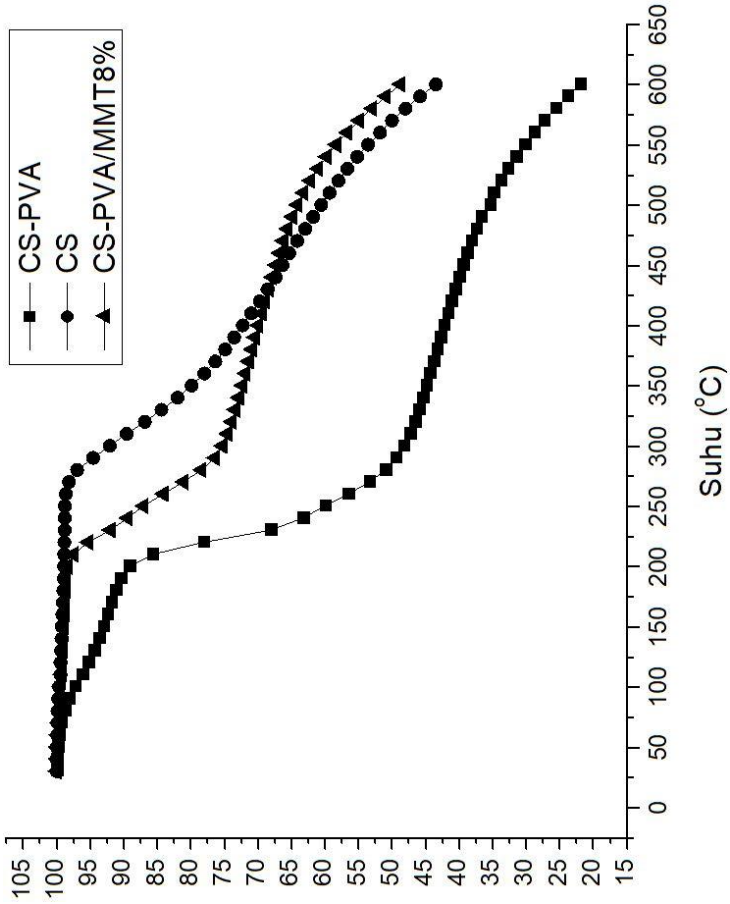
Sample No.	J	Break Elong %	Max. Force kgf	Modu. MPa	Yield Stress MPa	Yield Elong %	Max. Stress MPa	Max. Energy N/cm	Break Stress MPa	Break Width mm	Thick mm
1	9.95	4.35	2350.2	61.9	61.9	5.4	61.9	8.18	0.3	6.9	0.1
Ave.	9.95	4.35	2350.2	61.9	61.9	5.4	61.9	8.18	0.3	6.9	0.1
Std dev.	0.00	0.00	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.00	0.0	0.0	0.0



# LAMPIRAN F

## UJI TGA

### F.1 Grafik





## F.2 Tabel Data

Suhu	Berat	Berat	Berat
C°	%	%	%
	CS-PVA	CS	CS-PVA MMT 8%
30	100	100	100
40	100	100	100
50	99,86456	100	100
60	99,63883	99,9569	99,91162
70	99,3228	99,91379	99,82324
80	98,82619	99,87069	99,69068
90	98,14898	99,78448	99,6023
100	97,24605	99,65517	99,51392
110	96,20767	99,48276	99,33716
120	95,30474	99,43966	99,29297
130	94,44695	99,35345	99,16041
140	93,7246	99,26724	99,07203
150	93,0474	99,26724	98,93946
160	92,4605	99,18103	98,89527
170	91,87359	99,09483	98,80689
180	91,24153	99,05172	98,7627
190	90,47404	98,96552	98,63014
200	89,20993	98,92241	98,40919
210	85,68849	98,92241	97,52541
220	78,10384	98,87931	95,31595
230	68,08126	98,83621	92,04596
240	63,29571	98,83621	89,4388
250	60	98,7931	87,09677

260	56,5237	98,66379	84,1361
270	53,36343	98,18966	81,13124
280	51,0158	96,98276	78,4357
290	49,43567	94,61207	76,44719
300	48,26185	92,11207	75,34247
310	47,35892	89,61207	74,59125
320	46,59142	86,89655	73,92841
330	46,00451	84,39655	73,39814
340	45,41761	82,02586	72,86787
350	44,89391	79,91379	72,3376
360	44,37472	78,01724	71,89571
370	43,84199	76,37931	71,40963
380	43,32731	74,91379	70,92355
390	42,81716	73,57759	70,48166
400	42,2754	72,28448	69,95139
410	41,73815	71,03448	69,46531
420	41,19187	69,78448	68,93504
430	40,62302	68,57759	68,40477
440	40,04966	67,37069	67,91869
450	39,44921	66,37931	67,34423
460	38,82619	65,34483	66,81396
470	38,18962	64,18103	66,23951
480	37,45372	62,97414	65,62086
490	36,72686	61,81034	64,91383
500	35,39503	60,60345	64,16262
510	34,88488	59,35345	63,23464
520	33,81941	58,01724	62,21829

530	32,79458	56,68103	61,06938
540	31,5395	55,21552	59,78789
550	30,22122	53,62069	58,37384
560	28,83521	51,81034	56,73884
570	27,36343	50,0431	54,97128
580	25,62077	48,01724	53,02696
590	23,81941	45,86207	50,95007
600	21,94131	43,49138	48,7848

## LAMPIRAN G

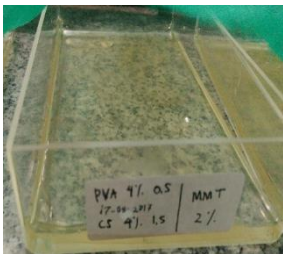
### DOKUMENTASI



Serbuk udang  
Deproteinasi



Sampel Kitin  
Demineralisasi



Percetakan  
Membran



Membran  
CS-PVA



Membran CS-  
PVA/MMT 2%



Membran CS-  
PVA/MMT 4%



Membran CS-  
PVA/MMT 6%



Membran CS-  
PVA/MMT 8%



Uji FTIR



Uji Tarik



Uji TGA

## BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Imam Hakim Charimanto, dilahirkan di Probolinggo pada tanggal 13 Nopember 1994, merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK An-Nur Probolinggo (1998), SD Negeri Kedungdalem II Dringu (1999), SD Negeri Tisnonegaran II Probolinggo (2000), SMP Negeri 1 Probolinggo (2006), dan SMA Negeri 3 Probolinggo (2009). Pada tahun 2012, penulis diterima di Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya dengan NRP 1412100048. Penulis mengambil bidang minat kimia fisik dalam riset polimer di bawah bimbingan Bapak Lukman Atmaja, Ph.D. Selama menjadi mahasiswa sarjana, penulis pernah melakukan kerja praktik di laboratorium PT DAHANA Subang, Jawa Barat untuk mempelajari bahan baku peledak pada tahun 2015 dan penulis banyak mendapat pengetahuan dan wawasan dari Bapak/Ibu dosen yang dengan tulus telah memberi ilmu serta cerita pengalaman berharga dari kerabat Civitas Akademika ITS Surabaya.

# LEMBAR PENGESAHAN



**ABSTRAK**

## ABSTRACT

## KATA PENGANTAR

## DAFTAR ISI

## DAFTAR GAMBAR

## DAFTAR TABEL

## DAFTAR LAMPIRAN

**BAB I**  
**PENDAHULUAN**



**BAB II**  
**TINJAUAN PUSTAKA**

**BAB III**  
**METODOLOGI PENELITIAN**

**BAB IV**  
**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**BAB V**  
**KESIMPULAN**

## DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

## **BIODATA PENULIS**