



---

**SKRIPSI**

**STUDI *METHANOL UPTAKE*, DAN  
PERMEABILITAS METANOL PADA  
MEMBRAN KOMPOSIT  
KITOSAN/*MONTMORILLONITE*–ASAM  
STEARAT UNTUK APLIKASI *DIRECT  
METHANOL FUEL CELL (DMFC)***

YOGA TRY KURNIAWAN  
NRP 1412100038

Dosen Pembimbing  
Lukman Atmaja, Ph. D.

**JURUSAN KIMIA  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2016**



---

**SCRIPT**

**STUDY OF METHANOL UPTAKE, AND  
METHANOL PERMEABILITY ON  
CHITOSAN/MONMORILLONITE–STEARIC  
ACID COMPOSITE MEMBRANE FOR  
DIRECT METHANOL FUEL CELL (DMFC)  
APPLICATION**

**YOGA TRY KURNIAWAN  
NRP 1412100038**

Advisor Lecturer  
Lukman Atmaja, Ph. D.

**CHEMISTRY DEPARTMENT  
Faculty of Mathematics and Natural Sciences  
Sepuluh Nopember Institute of Technology  
Surabaya  
2016**

**STUDI *METHANOL UPTAKE*, DAN  
PERMEABILITAS METANOL PADA MEMBRAN  
KOMPOSIT KITOSAN/*MONTMORILLONITE*–ASAM  
STEARAT UNTUK APLIKASI *DIRECT METHANOL  
FUEL CELL (DMFC)***

**SKRIPSI**

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

**YOGA TRY KURNIAWAN  
NRP 1412100038**

Dosen Pembimbing  
Lukman Atmaja, Ph. D.

JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016

# LEMBAR PENGESAHAN

## SKRIPSI

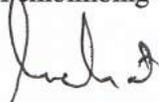
### STUDI *METHANOL UPTAKE*, DAN PERMEABILITAS METANOL PADA MEMBRAN KOMPOSIT KITOSAN/MONTMORILLONITE-ASAM STEARAT UNTUK APLIKASI *DIRECT METHANOL FUEL CELL* (DMFC)

Disusun Oleh :

**YOGA TRY KURNIAWAN**  
NRP 1412100038

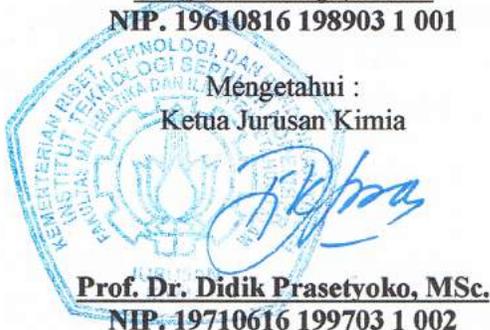
Surabaya, 18 Mei 2016

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing



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

Mengetahui :  
Ketua Jurusan Kimia



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

**STUDI *METHANOL UPTAKE*, DAN PERMEABILITAS  
METANOL PADA MEMBRAN KOMPOSIT  
KITOSAN/*MONTMORILLONITE*–ASAM STEARAT  
UNTUK APLIKASI *DIRECT METHANOL FUEL CELL*  
(*DMFC*)**

**Nama** : Yoga Try Kurniawan  
**NRP** : 1412100038  
**Jurusan** : Kimia FMIPA-ITS  
**Dosen Pembimbing** : Lukman Atmaja, Ph. D.

**Abstrak**

*Methanol uptake* dan permeabilitas metanol pada membran komposit kitosan/MMT-asam stearat telah dipelajari. Uji *methanol uptake* dan permeabilitas metanol dilakukan dengan variasi konsentrasi metanol 0, 1, 2, 3, 4 dan 5M. Hasil analisis *methanol uptake* menunjukkan penurunan *methanol uptake* pada membran seiring dengan kenaikan konsentrasi metanol. Hal yang sama terjadi untuk analisis permeabilitas metanol dimana penurunan permeabilitas metanol pada membran seiring dengan kenaikan konsentrasi metanol. Hasil analisis menunjukkan peningkatan *methanol uptake* dan penurunan permeabilitas metanol apabila dibandingkan dengan membran komposit kitosan/MMT.

Kata kunci : *Methanol Uptake*, Permeabilitas Metanol, Kitosan, *Montmorillonite*, Asam Stearat, *Direct Methanol Fuel Cell*

**STUDY OF METHANOL UPTAKE, AND METHANOL  
PERMEABILITY ON  
CHITOSAN/MONMORILLONITE–STEARIC ACID  
COMPOSITE MEMBRANE FOR DIRECT METHANOL  
FUEL CELL (DMFC) APPLICATION**

**Name** : Yoga Try Kurniawan  
**NRP** : 1412100038  
**Department** : Chemistry, FMIPA-ITS  
**Supervisor** : Lukman Atmaja, Ph. D.

**Abstract**

Methanol uptake and methanol permeability on chitosan/montmorillonite-stearic acid have been studied. The methanol uptake and methanol permeability test was conducted using methanol concentration of 0, 1, 2, 3, 4 and 5M. The results of methanol uptake show that the methanol uptake on membrane decreases with the increase of methanol concentration. The results of methanol permeability show that the methanol permeability on membrane decrease with the increase of methanol concentration. Compared to the chitosan/MMT composite membrane, the analysis results show higher methanol uptake and lower methanol permeability.

**Keywords** : Methanol Uptake, Methanol Permeability, Chitosan, *Montmorillonite*, Stearic Acid, Direct Methanol Fuel Cell

## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
Abstrak .....	vi
Abstract .....	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR TABEL .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiv
BAB I .....	1
PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Batasan Penelitian .....	3
1.4. Tujuan Penelitian.....	3
1.5. Manfaat Penelitian.....	3
BAB II.....	5
TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Sel Bahan Bakar ( <i>Fuel Cell</i> ).....	5
2.1.1 <i>Direct Methanol Fuel Cell (DMFC)</i> .....	6
2.2 Kitosan.....	8
2.3 <i>Montmorillonite</i> .....	10
2.4 Asam Stearat.....	11
2.5 Membran.....	12

2.5.1	Membran Komposit.....	14
2.6	Karakterisasi Membran.....	15
2.6.1	Spektroskopi FTIR ( <i>Fourier Transform Infrared</i> ).....	15
2.6.2	<i>Methanol Uptake</i> .....	15
2.6.3	Permeabilitas Metanol .....	16
BAB III.....		18
METODOLOGI PENELITIAN .....		18
3.1	Alat dan Bahan .....	18
3.1.1	Alat .....	18
3.1.2	Bahan .....	18
3.2	Prosedur Kerja .....	18
3.2.1	Ekstraksi Kitosan .....	18
3.2.1.1	Preparasi Serbuk Kulit Udang .....	18
3.2.1.2	Deproteinasi.....	19
3.2.1.3	Demineralisasi .....	19
3.2.1.4	Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan.....	19
3.2.2	Modifikasi <i>Montmorillonite</i> dengan Asam Stearat.....	20
3.2.3	Pembutan Membran Komposit Kompleks Kitosan / <i>Montmorillonite</i> Termodifikasi Asam Stearat.....	20
3.2.4	Karakterisasi .....	21
3.2.4.1	Uji FT-IR .....	21
3.2.4.2	Uji <i>Methanol Uptake</i> .....	21
3.2.4.3	Uji Permeabilitas Metanol .....	21
BAB IV .....		24

HASIL DAN PEMBAHASAN .....	24
4.1 Ekstraksi Kulit Udang .....	24
4.1.1 Deproteinasi Kulit Udang .....	24
4.1.2 Demineralisasi Kulit Udang .....	25
4.1.3 Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan.....	26
4.2 Modifikasi <i>Montmorillonite</i> dengan Asam Stearat.....	27
4.3 Pembuatan Membran .....	28
4.4 Karakterisasi Membran.....	29
4.4.1 Fourier Transform Infra Red (FTIR) .....	29
4.4.2 <i>Methanol Uptake</i> .....	32
4.4.3 Permeabilitas Metanol .....	35
BAB V .....	38
KESIMPULAN DAN SARAN .....	38
5.1. Kesimpulan.....	38
5.2. Saran	38
DAFTAR PUSTAKA.....	40
BIODATA PENULIS.....	64

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Puncak penting dari spektra FTIR membran.....	31
Tabel 4.2 <i>Methanol uptake</i> dari membran.....	33
Tabel 4.3 Permeabilitas metanol dari membran .....	36

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Diagram <i>Fuel Cell</i> .....	5
Gambar 2.2 Diagram DMFC .....	7
Gambar 2.3 Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan .....	8
Gambar 2.4 Struktur <i>Monmorillonite</i> .....	10
Gambar 2.5 Struktur Molekul Asam Stearat .....	11
Gambar 2.6 Skema Transport partikel pada Membran .....	13
Gambar 3.1 Skema Alat Uji Permeabilitas Metanol .....	22
Gambar 4.1 Membran Kitosan dengan <i>filler</i> (a) MMT, (b) MMT - Asam Stearat .....	28
Gambar 4.2 Spektra IR Membran Kitosan / MMT .....	30
Gambar 4.3 Spektra IR Membran Kitosan / MMT - Asam Stearat .....	30
Gambar 4.4 Grafik <i>Methanol Uptake</i> terhadap Konsentrasi Metanol pada Membran : (A.) Kitosan/MMT, (B.) Kitosan/MMT–Asam Stearat .....	33
Gambar 4.5 Permeabilitas Metanol pada Membran Kitosan/MMT .....	35
Gambar 4.6 Permeabilitas Metanol pada Membran Kitosan/ MMT-Asam Stearat .....	36

## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A .....	44
SKEMA KERJA .....	44
LAMPIRAN B .....	49
KURVA KALIBRASI KONSENTRASI TERHADAP DENSITAS LARUTAN STANDAR METANOL .....	49
LAMPIRAN C .....	50
DATA PERHITUNGAN .....	50
LAMPIRAN D .....	63
PERHITUNGAN DERAJAT DEASETILASI KITOSAN ...	63

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Sumber energi utama dunia saat ini ialah minyak tanah dan batu bara. Namun, mengingat sifatnya yang tidak dapat diperbaharui, sumber energi tersebut dapat habis apabila terus digunakan. Berbagai upaya telah dilakukan untuk bisa mengurangi ketergantungan dunia akan minyak tanah dan batu bara. Adapun dari upaya-upaya tersebut telah menghasilkan sumber energi terbarukan, seperti bioetanol, biogas, dan *fuel cell* (Vaghari dkk, 2013).

*Fuel cell* sebagai sumber energi terbarukan memiliki keunggulan pada tingkat efisiensi konversi energi yang tinggi, dan ramah lingkungan dikarenakan emisi buangnya yang berupa air. Ada berbagai macam jenis *fuel cell*, namun yang paling banyak direkomendasikan sebagai sumber energi terbarukan ialah PEMFC (*Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell*) dikarenakan keunggulannya dalam densitas energi yang tinggi dan dapat beroperasi pada suhu yang rendah. PEMFC dengan bahan bakar metanol yang memanfaatkan secara langsung metanol tersebut dalam sistemnya merupakan jenis PEMFC yang paling jamak ditemui. Adapun jenis PEMFC tersebut lebih dikenal sebagai DMFC (*Direct Methanol Fuel Cell*).

Pada umumnya, DMFC dapat dibagi menjadi tiga komponen utama, yaitu anoda, katoda, dan membran. Metanol teroksidasi pada anoda yang kemudian menghasilkan proton. Proton tersebut dihantarkan oleh membran menuju katoda, yang kemudian digunakan untuk mereduksi oksigen pada katoda. Adapun membran disini memegang peran penting dimana dia harus bisa menghantarkan proton, dan sekaligus sebagai sekat antara ruang katoda dan anoda untuk mencegah kontak antara metanol dengan oksigen. Oleh karena itu, membran yang baik untuk digunakan pada DMFC harus

memiliki konduktivitas proton yang tinggi, permeabilitas metanol yang rendah, serta memiliki ketahanan termal yang tinggi; mengingat bahwa DMFC perlu beroperasi pada suhu sekitar 40 – 120°C (Yoonoo dkk, 2011).

Nafion® merupakan membran komersial yang sering digunakan untuk DMFC. Namun membran yang merupakan politetrafluoroetilena dengan rantai cabang yang mengandung gugus sulfonat tersebut memiliki kekurangan pada tingginya permeabilitas metanol, dan rumitnya proses pembuatan yang berujung pada naiknya biaya produksi. Oleh karena itu, telah dilakukan upaya untuk menemukan bahan alternatif yang dapat digunakan untuk mensintesis membran untuk DMFC; yang kemudian diketahui bahwa membran berbahan kitosan dapat digunakan untuk keperluan ini. Meskipun kitosan murni memiliki stabilitas termal yang rendah apabila dibuat sebagai membran, gugus amino dan hidroksil yang dimiliki oleh kitosan membuka kemungkinan baginya untuk dapat dimodifikasi; salah satu caranya adalah dengan penambahan *filler* pada matriks kitosan. Adapun *monmorillonite* (MMT) dapat digunakan sebagai *filler* dikarenakan sifatnya yang mampu meningkatkan konduktivitas proton, meningkatkan stabilitas termal, dan mengurangi flux lewatnya bahan bakar, sehingga dapat diperoleh membran komposit kitosan/*filler* yang lebih baik untuk aplikasi pada DMFC (Wang dkk, 2011).

Penelitian ini mempelajari *methanol uptake*, dan permeabilitas metanol pada membran komposit berbasis kitosan. Komposit disintesis dengan matriks dari kitosan dan *monmorillonite* termodifikasi asam stearat sebagai *filler*. Penggunaan *monmorillonite* termodifikasi asam stearat sebagai *filler* pada sintesis membran belum pernah dilaporkan.

## 1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan pada penelitian ini adalah bagaimana hubungan antara *methanol uptake* dan permeabilitas metanol membran komposit kitosan / *montmorillonite*-asam stearat

dengan variasi konsentrasi metanol, serta perbandingannya dengan membran komposit kitosan / *montmorillonite*

### **1.3 Batasan Penelitian**

Penentuan *methanol uptake*, dan permeabilitas metanol membran komposit kitosan / *montmorillonite*–asam stearat akan dilakukan dengan persentase *montmorillonite* – asam stearat 2% *b/b* untuk 1 gram komposisi kitosan. Membran komposit akan dibuat dari kitosan sebagai matriks dan *montmorillonite* termodifikasi asam stearat sebagai *filler* (Sarier dkk, 2010) .

### **1.4. Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan hubungan antara *methanol uptake* dan permeabilitas metanol membran komposit kitosan/*montmorillonite*–asam stearat dengan variasi konsentrasi metanol.

### **1.5. Manfaat Penelitian**

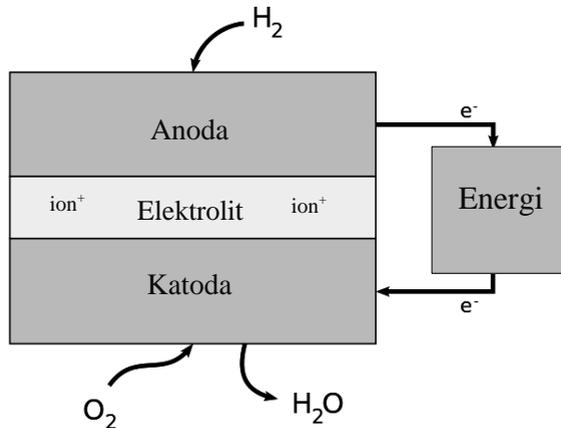
Penelitian ini bermanfaat dalam memberikan informasi lebih terperinci tentang pengaruh dari konsentrasi metanol terhadap *methanol uptake* dan permeabilitas metanol membran komposit kitosa /*montmorillonite*- asam stearat

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Sel Bahan Bakar (*Fuel Cell*)

Sel bahan bakar merupakan suatu metode elektrokimia yang mampu mengubah energi kimia menjadi energi listrik. Apabila dibandingkan dengan sistem pembakaran bahan bakar pada mesin, sel bahan bakar memiliki keunggulan dalam efisiensi konversi energi yang tinggi, dan bebas polutan. Dikatakan bebas polutan dikarenakan emisi buangnya yang hanya berupa air. Oleh karena itu, sel bahan bakar berpeluang untuk dimanfaatkan sebagai penghasil energi pada peralatan elektronik, kendaraan, dan sebagainya (Mitchell, 2004).

Sel bahan bakar terbagi menjadi tiga bagian utama, yaitu anoda, katoda, dan elektrolit, seperti pada Gambar 2.1.

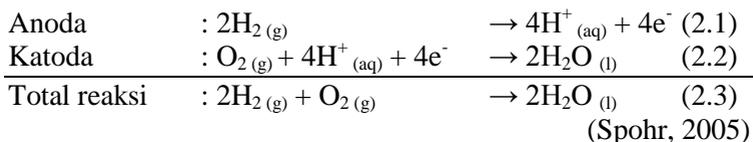


Gambar 2.1 Diagram *Fuel Cell*

Pada anoda maupun katoda terdapat katalis yang memungkinkan reaksi redoks dapat berlangsung. Sementara

itu elektrolit memiliki sifat kimia yang memungkinkannya untuk menghantarkan proton, namun tidak pada elektron, sehingga elektron dapat dihantarkan dari anoda menuju katoda sebagai arus listrik. Substansi elektrolit yang digunakan menentukan jenis sel bahan bakar tersebut. Adapun jenis-jenis sel bahan bakar tersebut ialah *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC), *Alkaline Fuel Cell* (AFC), *Phosphoric Acid Fuel Cell* (PAFC), *Solid Oxide Fuel Cell* (SOFC), dan *Molten Carbonate Fuel Cell* (MCFC).

Cara kerja sel bahan bakar dalam mengubah bahan bakar menjadi energi listrik terdiri atas beberapa tahap. Bahan bakar umumnya berupa gas hidrogen, dioksidasi pada anoda menjadi proton dan elektron. Proton yang dihasilkan dihantarkan oleh elektrolit menuju katoda, sementara elektron yang dihasilkan dihantarkan ke katoda melalui sirkuit eksternal sebagai arus listrik. Proton dan elektron yang bertemu di katoda akan digunakan untuk reaksi reduksi gas oksigen menjadi air. Adapun reaksinya dapat dituliskan sebagai berikut:

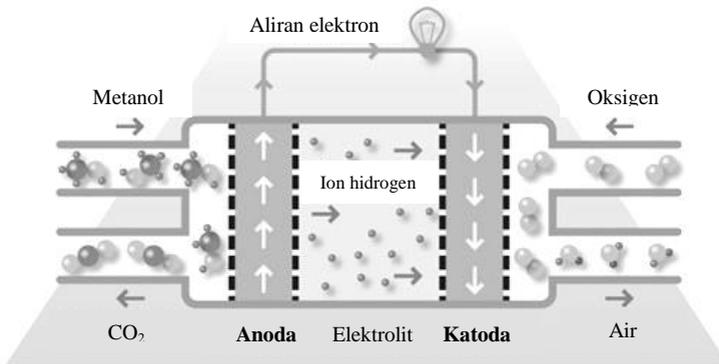


### 2.1.1 *Direct Methanol Fuel Cell* (DMFC)

Sesuai namanya, DMFC memanfaatkan metanol sebagai bahan bakarnya. Adapun DMFC merupakan sub-kategori dari PEMFC, dimana DMFC juga memanfaatkan *Proton Exchange Membrane* (PEM) sebagai elektrolitnya. DMFC memiliki keunggulan terhadap *fuel cell* jenis lainnya dalam hal keamanan, kemudahan dalam mendesain reaktor, dan biaya yang relatif lebih murah. Hal ini dapat dicapai karena sel tersebut memanfaatkan metanol sebagai bahan bakar yang relatif lebih aman untuk disimpan dan lebih mudah

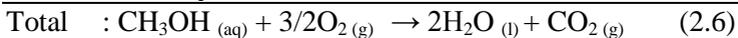
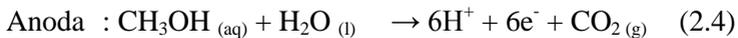
untuk diperoleh bila dibandingkan dengan gas hidrogen. Densitas energi yang tinggi pada metanol memungkinkan desain reaktor sel yang kompak sehingga memungkinkan *fuel cell* tersebut berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai sumber energi pada peralatan elektronik seperti telepon genggam.

Prinsip kerja dari DMFC kurang lebih sama dengan *fuel cell* jenis lainnya. Hanya pada DMFC (lihat Gambar 2.2), metanol yang digunakan sebagai sumber proton menggantikan gas hidrogen.



Gambar 2.2 Diagram DMFC

Adapun reaksi yang terjadi pada DMFC dapat ditulis sebagai berikut:

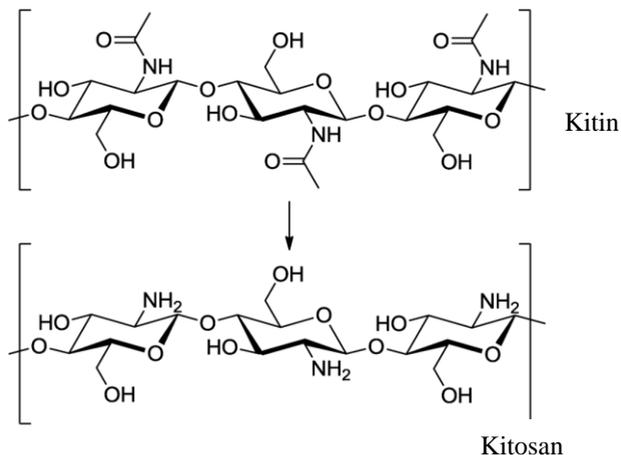


Dikarenakan penggunaan metanol pada DMFC, maka PEM yang digunakan pada DMFC harus memiliki permeabilitas metanol yang rendah untuk meminimalkan terjadinya difusi metanol ke ruang katoda. Apabila metanol

terdifusi ke ruang katoda, metanol tersebut akan bereaksi dengan oksigen yang berakibat menurunnya kinerja sel tersebut (Zaidi & Matsuura, 2009).

## 2.2 Kitosan

Kitosan merupakan senyawa polisakarida alami yang dihasilkan dari deasetilasi kitin (lihat Gambar 2.3), yang merupakan senyawa penyusun dari kulit hewan *crustacean*; seperti udang dan ranjungan, dan dinding sel jamur. Pemanfaatan kitosan jamak dijumpai, terutama pada industri farmasi, pangan, hingga pengolah limbah, manufaktur kertas (Billmeyer, 1984).



Gambar 2.3 Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan

Perhitungan derajat deasetilasi kitosan umumnya berdasarkan hasil spektra FTIR kitosan menggunakan metode *baseline*, yaitu menggunakan spektrum gugus amida yang berada di daerah serapan sekitar  $1655\text{ cm}^{-1}$  dan puncak spektrum gugus hidroksil yang berada di daerah serapan sekitar  $3450\text{ cm}^{-1}$ . Perbandingan intensitas puncak spektrum dari dua gugus tersebut ditentukan dengan membuat garis

lurus dari 1800-1600  $\text{cm}^{-1}$  sebagai garis dasar pita gugus amida, dan membuat garis lurus dari 4000 – 2500  $\text{cm}^{-1}$  sebagai garis dasar pita gugus hidroksil. Selanjutnya, derajat deasetilasi dihitung dengan persamaan berikut (Ebewele, 2000):

$$\%DD = 1 - \left( \frac{A_{1660}}{A_{3450}} \times \frac{1}{1.33} \right) \times 100 \quad (2.7)$$

dimana %DD merupakan persentase derajat deasetilasi,  $A_{1660}$  dan  $A_{3450}$  merupakan absorbansi pada bilangan gelombang 1650  $\text{cm}^{-1}$  dan 3450  $\text{cm}^{-1}$ .

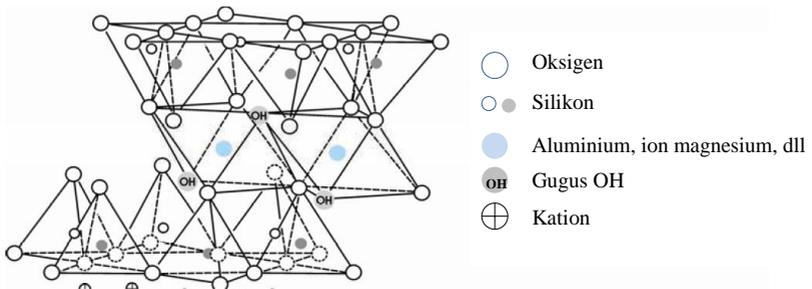
Kelarutan kitosan bergantung pada konsentrasi ionik, pH, protonasi senyawa asam, distribusi gugus asetil, dan kondisi isolasi kitosan. Kitosan dapat larut dalam media asam; menjadikannya suatu senyawa polielektrolit, apabila memiliki derajat deasetilasi diatas 50%. Hal ini dikarenakan kelarutan tersebut bergantung pada adanya protonasi dari gugus hidroksil dan amina yang dimiliki oleh kitosan. Sifat polielektrolit yang diperoleh ketika berada pada media asam tersebut memungkinkannya untuk menghantarkan proton, sehingga kitosan dapat digunakan untuk bahan baku membran penukar ion pada *fuel cell*.

Meskipun dapat menghantarkan proton, kemampuan penghantaran proton oleh membran kitosan dalam bentuk murni terbilang rendah. Membran kitosan juga memiliki permeabilitas metanol yang relatif tinggi sehingga kurang cocok untuk *fuel cell* yang memanfaatkan metanol sebagai bahan bakarnya seperti DMFC. Untuk dapat meningkatkan konduktivitas proton dan menurunkan permeabilitas metanolnya, membran kitosan dapat dimodifikasi. Adapun modifikasi kitosan tersebut dapat berupa *cross-linking* struktur kitosan dengan cara merendamnya pada asam sulfat, atau dapat berupa penambahan filler seperti silika, atau zeolit. Pemodelifikan membran kitosan diharapkan mampu

menghasilkan membran penukar ion dengan performa seoptimal mungkin (Wu dkk, 2007).

### 2.3 *Montmorillonite*

*Montmorillonite* adalah mineral dari kelompok *smectite*, memiliki 2 lapisan tetrahedral yang mengapit satu lembar oktahedral pusat. Partikel-partikel *montmorillonite* berbentuk seperti piring dengan diameter rata-rata sekitar 1µm.



Gambar 2.4 Struktur *Monmorillonite*

*Montmorillonite* merupakan anggota kelompok *mineral clay*. Umumnya *montmorillonite* membentuk kristal mikroskopik atau setidaknya kristal *micaceous* berlapis sangat kecil. *Montmorillonite* juga merupakan konstituen utama abu vulkanik yang disebut bentonit. Secara alami, struktur *montmorillonite* mengalami proses substitusi isomorfis, posisi  $Al^{3+}$  digantikan oleh  $Mg^{2+}/Fe^{3+}/Fe^{2+}$  dan  $Si^{4+}$  digantikan  $Al^{3+}$ . Sebagai konsekuensinya terdapat muatan negatif pada permukaan dan harus dinetralkan oleh kation lain (lihat Gambar 2.4), kation ini disebut kation *interlayer* (Laird, 1996).

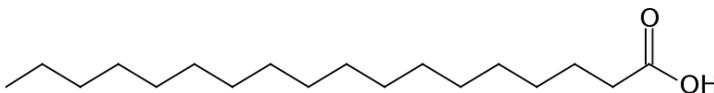
Kapasitas penukar kation yang besar memungkinkan *monmorillonite* memiliki kemampuan sebagai penghantar proton. Adapun kandungan utama dari *montmorillonite* yang berupa silikat memungkinkan dia untuk bisa bersifat hidrofilik yang atraktif terhadap matriks polimer, dan memiliki stabilitas

mekanik dan termal yang tinggi. Sifat-sifat yang dimiliki oleh *montmorillonite* tersebut memungkinkannya untuk dimanfaatkan sebagai *filler* pada membran penukar ion dengan tujuan untuk meningkatkan performa dari membran penukar ion tersebut.

Pemanfaatan *montmorillonite* sebagai *filler* masih memiliki kendala dimana ikatan antara *montmorillonite* dan matriks polimer terbilang lemah sehingga diperlukan upaya untuk memodifikasi *montmorillonite* untuk memperbaiki interaksi antar muka antara *montmorillonite* dengan matriks polimer. Salah satu upaya modifikasi tersebut ialah penambahan agen pengopleting terhadap *montmorillonite*. Agen pengopleting dapat memodifikasi permukaan *montmorillonite* sehingga memiliki gugus kimia yang cocok dengan gugus kimia pada matriks membran dan membentuk ikatan kimia yang berakibat pada peningkatan interaksi antar muka antara *montmorillonite* dengan matriks polimer (Doyle dkk, 2010).

## 2.4 Asam Stearat

Asam stearat merupakan senyawa asam lemak jenuh dengan rumus kimia  $C_{17}H_{35}CO_2H$  (lihat Gambar 2.5). Senyawa ini memiliki nama IUPAC asam oktadekanoat. Asam stearat merupakan asam lemak jenuh yang paling banyak ditemui di alam setelah asam palmitat. Senyawa ini dapat diperoleh dari lemak dan minyak melalui proses saponifikasi dari trigliserida dengan menggunakan air bersuhu  $200\text{ }^{\circ}C$ . Proses tersebut akan menghasilkan campuran yang kemudian didistilasi untuk memperoleh asam stearat.



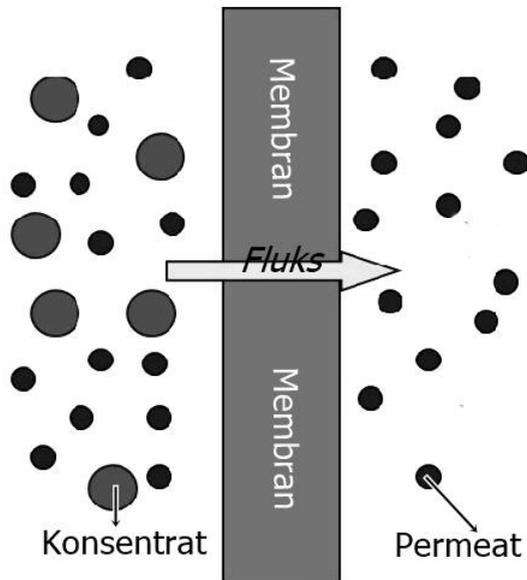
Gambar 2.5 Struktur Molekul Asam Stearat

Asam stearat memiliki massa relatif ( $M_r$ ) sebesar 284.84 g/mol. Senyawa ini berwujud padatan berwarna putih pada suhu kamar. Titik leleh asam stearat berada pada suhu 69.3 °C, dan terdekomposisi pada suhu 361 °C. Senyawa ini sukar larut dalam air dimana harga kelarutannya sebesar 0.34 g/L pada suhu 25 °C.

Asam stearat memiliki gugus karboksil yang dapat berinteraksi dengan kation, seperti  $\text{Na}^+$  yang biasa ditemui pada *montmorillonite*. Asam stearat dalam bentuk garamnya dapat menjadi agen interkalasi yang cocok dengan *montmorillonite* dikarenakan bentuk rantai panjangnya dengan gugus karboksil yang hidrofilik sebagai kepala, dan memiliki ekor alkil yang bersifat non polar. Kestabilan dan kemudahan memperoleh asam stearat semakin mendukungnya untuk dapat digunakan sebagai pemodifikasi *montmorillonite* sehingga *montmorillonite* dapat berinteraksi dengan lebih baik dengan matriks polimer dari PEM untuk keperluan DMFC (Stuart, 2002).

## 2.5 Membran

Membran adalah suatu lapisan tipis semipermeabel yang digunakan untuk memisahkan dua larutan. Membran bersifat selektif dimana mengizinkan suatu benda untuk lewat, namun menghentikan benda yang lainnya; benda tersebut dapat berupa molekul, ion, atau partikel-partikel kecil. Membran tersebut memisahkan dua fasa, yaitu fasa permeat; yaitu komponen yang melewati membran, dan fasa umpan atau konsentrat; yaitu komponen yang tertahan pada membran (lihat Gambar 2.6). Adapun sistem transport partikel pada membran dapat bersifat aktif, atau pasif. Sistem transport pasif memanfaatkan tekanan, konsentrasi, dan atau potensial listrik untuk dapat terjadinya perpindahan benda tersebut.



Gambar 2.6 Skema Transport partikel pada Membran

Membran juga dapat dibedakan berdasarkan muatannya, yaitu bermuatan; biasa disebut sebagai polielektrolit, dan tidak bermuatan (netral). Membran polielektrolit memiliki gugus bermuatan yang dapat berinteraksi secara kuat dengan ion berlawanan dengan gugus tersebut. Polielektrolit dapat terionisasi apabila diletakkan di dalam air, atau pelarut polar lainnya. Polielektrolit dapat dibedakan menjadi dua jenis, yaitu polielektrolit penukar kation yang memiliki gugus bermuatan negatif, dan polielektrolit penukar anion yang memiliki gugus bermuatan positif.

Membran dapat disintesis melalui berbagai macam teknik, beberapa diantaranya adalah *sintering*, *stretching*, *track-etching*, *template leaching*, *coating*, dan inversi fasa; yang merupakan teknik yang paling sering digunakan. Teknik inversi fasa merupakan proses transformasi polimer dari fasa

cair ke fasa padat dengan kondisi yang dapat dikontrol. Proses ini dilakukan dengan melalui beberapa tahapan, yaitu pembuatan larutan cetak yang homogen, pencetakan larutan cetak, penguapan pelarut pada lapisan atas, dan pengendapan polimer dalam koagulan yang berisi non-pelarut; dimana kelarutan polimer haruslah rendah di dalam non-pelarut. Adapun kerapatan pori yang dihasilkan melalui teknik ini bergantung pada konsentrasi polimer pada larutan cetak dan kelarutan polimer dalam non-pelarut (Mulder, 1996).

### **2.5.1 Membran Komposit**

Komposit adalah material hasil kombinasi dari dua atau lebih komponen yang berbeda dengan tujuan untuk menghasilkan material baru dengan sifat yang lebih baik dibandingkan dengan material penyusunnya. Adapun membran komposit merupakan membran unggul yang berasal dari penggabungan dua atau lebih material. Komposit terdiri dari dua material utama yaitu penguat (*reinforcement*), dan material pengikat yang disebut sebagai matriks. Komposit dapat dibedakan berdasarkan jenis matriksnya, yaitu komposit polimer, komposit logam, dan komposit keramik.

Komposit membran dapat digunakan untuk membuat membran yang ideal untuk DMFC. Adapun contoh dari aplikasi membran komposit pada DMFC yaitu membran nafion-lapinit teraktifasi. Membran komposit tersebut memiliki kestabilan termal yang tinggi bila dibandingkan dengan membran nafion murni. Selain itu, konduktifitas proton pada membran komposit tersebut mengalami peningkatan pada suhu tinggi; dimana membran nafion murni mengalami penurunan konduktifitas seiring dengan peningkatan suhu. Permeabilitas metanol pada membran komposit juga lebih rendah sehingga membran komposit nafion-lapinit teraktifasi tersebut lebih ideal untuk aplikasi pada DMFC (Ravve, 2012).

## 2.6 Karakterisasi Membran

### 2.6.1 Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Spektra inframerah suatu senyawa dapat memberikan gambaran dan struktur molekul senyawa tersebut. Spektra inframerah dapat dihasilkan dengan mengukur absorpsi radiasi, refleksi, atau emisi di daerah inframerah. Daerah inframerah pada spektrum gelombang elektromagnetik mencakup bilangan gelombang  $14.000\text{ cm}^{-1}$  hingga  $10\text{ cm}^{-1}$ . Daerah inframerah sedang ( $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ ) berkaitan dengan transisi energi vibrasi dari molekul yang memberikan informasi mengenai gugus-gugus fungsi dalam molekul tersebut. Daerah inframerah jauh ( $400\text{-}10\text{ cm}^{-1}$ ) bermanfaat untuk menganalisis molekul yang mengandung atom-atom berat seperti senyawa anorganik, namun membutuhkan teknik khusus yang lebih baik. Daerah inframerah dekat ( $12.500\text{-}4.000\text{ cm}^{-1}$ ) peka terhadap vibrasi *overtone*.

Molekul dari suatu senyawa akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi saat menyerap radiasi inframerah. Dalam proses penyerapan, energi yang diserap akan menaikkan amplitudo gerakan vibrasi ikatan dalam molekul. Gerakan vibrasi tersebut dapat berupa gerakan menekuk (*bending*), dan gerakan regangan (*stretching*). Setiap ikatan atom yang berbeda seperti C-C, C=C, C-O, dan sebagainya, akan memiliki frekuensi yang berbeda, yang berakibat pada timbulnya karakteristik grafik IR pada setiap senyawa. Salah satu contohnya ialah kitosan yang memiliki karakteristik ikatan O-H *stretching*, C-H *stretching*, amida I, amida II, dan C-O *stretching* pada daerah bilangan gelombang  $3250, 2920, 1630, 1530, \text{ dan } 1060\text{ cm}^{-1}$  (Silverstein dkk, 1998).

### 2.6.2 *Methanol Uptake*

*Methanol uptake* merupakan kemampuan dari suatu membran untuk menyerap metanol. Kemampuan ini ditentukan dengan cara mengukur perbedaan berat antara membran dalam kondisi kering dan dalam kondisi basah

setelah direndam dalam metanol dalam kurun waktu tertentu. Apabila harga *methanol uptake* dari membran bernilai tinggi, hal tersebut mencerminkan bahwa membran tersebut semakin mudah dilewati oleh metanol, yang berarti membran tersebut memiliki permeabilitas metanol yang tinggi. Oleh karena itu, membran yang ideal untuk aplikasi pada DMFC haruslah memiliki harga *methanol uptake* yang rendah dikarenakan hal tersebut mencerminkan bahwa permeabilitas metanol pada membran tersebut rendah.

Untuk menghitung harga *methanol uptake* dapat digunakan persamaan berikut

$$\text{Methanol uptake (\%)} = \frac{W_{\text{wet}} - W_{\text{dry}}}{W_{\text{dry}}} \times 100\% . \quad (2.8)$$

Adapun  $W_{\text{wet}}$  merupakan berat membran dalam keadaan basah, dan  $W_{\text{dry}}$  adalah berat membran dalam keadaan kering (Corti & Gonzales, 2013).

### 2.6.3 Permeabilitas Metanol

Permeabilitas metanol mencerminkan kemampuan selektivitas metanol dari membran. Permeabilitas metanol yang tinggi menunjukkan bahwa metanol dapat melewati membran tersebut dengan mudah, dan begitu pula sebaliknya. Adapun untuk aplikasi DMFC, membran harus memiliki permeabilitas metanol yang rendah untuk meminimalkan terjadinya *cross-over* metanol ke katoda.

Adapun aliran ( $J$ ) metanol melalui membran dapat dijelaskan dengan hukum pertama Fick berikut.

$$J = -D \left( \frac{dc}{dz} \right) \quad (2.9)$$

Dimana  $D$  merupakan konstanta difusi metanol pada membran, dan  $dc/dz$  merupakan gradient konsentrasi pada arah  $z$ , tegak

lurus terhadap permukaan membran. Konsentrasi metanol di dalam membran,  $c$ , berhubungan dengan konsentrasi metanol pada larutan,  $c'$ , dikalikan dengan konstanta partisi  $K$ .

$$c = Kc' \quad (2.10)$$

Oleh karena itu, aliran metanol dapat dinyatakan sebagai perbedaan konsentrasi antara larutan yang mengenai permukaan membran,  $\Delta c'$ .

$$J = P \frac{\Delta c'}{l} \quad (2.11)$$

dimana  $P = DK$  merupakan koefisien permeabilitas metanol di membran dengan ketebalan  $l$  (gradient konsentrasi di dalam membran dianggap linear).  $J$  menyatakan jumlah partikel metanol yang melewati membran per satuan luas, per satuan waktu. Apabila terdapat dua wadah; sebut saja A dan B, dimana pada wadah A berisikan metanol dengan konsentrasi  $c'$ , dan wadah B berisi akuades, dengan menganggap harga  $J$  konstan, maka konsentrasi metanol pada wadah B,  $C_B$ , akan berubah sebagai fungsi waktu  $t$  sebagai berikut

$$C_b(t) = \frac{A \times P}{V_B \times l} C'(t - t_0) \quad (2.12)$$

dimana  $A$  merupakan luas membran,  $V_B$  merupakan volume akuades pada wadah B,  $t_0$  merupakan waktu awal pengukuran (Corti & Gonzales, 2013).

***“Halaman sengaja dikosongkan”***

## **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

### **3.1 Alat dan Bahan**

#### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan analitik, *milling*, labu ukur, pipet tetes, pipet volum, pemanas elektrik, termometer, indikator pH universal, kain penyaring, corong *buchner*, corong biasa, labu erlenmeyer, kaca arloji, cawan petri, pengaduk magnetik, ayakan 100 mesh, *beaker glass*, pengaduk ultrasonik, oven, satu set alat permeabilitas, piknometer volume 10 ml dan 25 ml. Membran komposit dikarakterisasi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR),

#### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Kulit udang, lempung jenis monmorillonit K – 10 disuplai dari Sigma-Aldrich, asam stearat padat, CH<sub>3</sub>COOH 2%, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2M, NaOH 3,5% dan 50%, HCl 1M, CH<sub>3</sub>OH, aquades, aqua demineralisasi disuplai dari Brataco Chemika.

### **3.2 Prosedur Kerja**

#### **3.2.1 Ekstraksi Kitosan**

##### **3.2.1.1 Preparasi Serbuk Kulit Udang**

Kulit udang yang telah dipisahkan dari dagingnya, dibersihkan dari kotoran-kotoran yang masih menempel. Selanjutnya kulit udang dikeringkan di bawah sinar matahari, lalu digiling sampai halus. Setelah itu, serbuk kulit udang yang telah dihaluskan diayak menggunakan ayakan dengan ukuran 100 mesh.

### **3.2.1.2 Deproteinasi**

Serbuk kulit udang ukuran 100 mesh sebanyak 100 g dilarutkan dalam NaOH 3.5% dengan perbandingan serbuk kulit udang dengan NaOH 3,5% sebesar 1 : 10 (berat/volume). Serbuk kulit udang yang telah dilarutkan tersebut diaduk menggunakan magnetik stirrer selama 2 jam pada suhu 65°C, kemudian dimasukkan dalam penangas air sampai terjadi pengendapan. Selanjutnya endapan yang terbentuk disaring dengan saringan kain dan corong *Buchner*. Endapannya kemudian dicuci menggunakan aquades sampai pH netral, lalu dikeringkan dalam oven vakum selama 4 jam pada suhu 100°C. Endapan kering diuji menggunakan Ninhidrin untuk mengetahui bahwa di dalam endapan tidak mengandung protein

### **3.2.1.3 Demineralisasi**

Endapan yang dihasilkan dari tahap deproteinasi dicampur dengan larutan HCl 1N dengan perbandingan sebesar 1 : 15 (berat/volume). Endapan yang telah dicampur dengan larutan HCl 1N kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 800 rpm selama 2 jam. Selanjutnya campuran dibiarkan mengendap dan endapannya dipisahkan dari filtratnya dengan kertas saring dan corong *Buchner*. Endapan dicuci dengan aqua demineralisasi hingga pH netral, lalu dikeringkan dalam oven selama 4 jam pada suhu 100 °C.

### **3.2.1.4 Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan**

Kitin yang dihasilkan dari proses demineralisasi dicampur dengan larutan NaOH 50% dengan perbandingan 1 : 10 (berat/volume) sambil dipanaskan selama 4 jam pada suhu 120°C. Endapan yang dihasilkan dipisahkan dari filtratnya menggunakan corong *Buchner*. Selanjutnya endapan dicuci dengan aquades hingga pH netral kemudian dikeringkan dalam

oven pada suhu 100°C dalam keadaan vakum selama 4 jam. Endapan akhir yang dihasilkan merupakan kitosan, dan dianalisa dengan FTIR. Derajat deasetilasi dihitung dengan Persamaan 2.7.

### **3.2.2 Modifikasi *Montmorillonite* dengan Asam Stearat**

Ke dalam reaktor dimasukkan 10g *montmorillonite* yang kemudian diberi akuades sebanyak 100ml. Reaktor tersebut dipanaskan hingga mencapai suhu 80°C. Pada reaktor lain dilelehkan 15g asam stearat pada suhu 60°C, lalu ditambahkan NaOH 2.1g kedalam reaktor tersebut. Campuran pada reaktor tersebut diaduk pada suhu 60°C selama 30 menit. Campuran tersebut kemudian ditambahkan ke dalam reaktor yang berisi *montmorillonite*, yang kemudian diaduk pada suhu 80°C selama 2 jam. Setelah diaduk, campuran disonikasi selama 5 menit, dan kemudian disaring. Endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven bersuhu 105°C selama 5 jam.

### **3.2.3 Pembutan Membran Komposit Kompleks Kitosan /*Montmorillonite* Termodifikasi Asam Stearat**

1g serbuk kering kitosan dilarutkan dalam larutan asam asetat 2% dengan volume 37,5ml dalam sebuah reaktor pada suhu 80°C. *Filler montmorillonite* dengan komposisi 2% berat (*montmorillonite*/Kitosan) ditambahkan ke reaktor dan diaduk dengan magnetic stirrer pada suhu 80°C selama 30 menit. Setelah terbentuk gel, campuran diultrasonik selama 30 menit agar seluruh lapisan *montmorillonite* terdispersi secara sempurna dalam larutan kitosan. Campuran kemudian diletakkan dalam pelat kaca yang rata dan bersih, kemudian diratakan sampai permukaannya merata. Selanjutnya, campuran dikeringkan pada suhu kamar selama 48 jam untuk mendapatkan membran kering. Membran direndam dalam larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2M selama 24 jam untuk proses ikat silang,

kemudian dinetralkan dengan aquades. Tahap akhir, membran dikeringkan pada suhu kamar selama 24 jam. Semua perlakuan tersebut diulangi menggunakan filler *montmorillonite* yang telah dimodifikasi dengan asam stearat. Selanjutnya membran dikarakterisasi dengan FTIR, uji *methanol uptake* serta uji permeabilitas metanol.

### **3.2.4 Karakterisasi**

#### **3.2.4.1 Uji FT-IR**

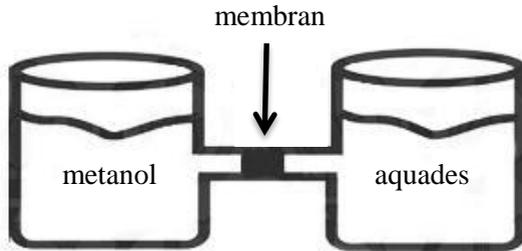
Membran komposit dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada sampel. Sampel diletakkan dalam *holder* FTIR dan diukur dengan bilangan gelombang antara 400-4000  $\text{cm}^{-1}$

#### **3.2.4.2 Uji *Methanol Uptake***

*Methanol uptake* membran ditentukan melalui pengukuran berat membran sebelum dan setelah direndam didalam air dan methanol pada suhu kamar selama 24 jam. Sebelum direndam, membran ditimbang terlebih dahulu dan beratnya disebut sebagai berat kering ( $W_{dry}$ ). Selanjutnya, membran direndam dalam metanol dengan variasi konsentrasi 0M (Akuades), 1, 2, 3, 4 dan 5M selama 24 jam untuk pengukuran *methanol uptake*. Setelah direndam, permukaan membran diusap dengan kertas tisu untuk menghilangkan air ataupun metanol, kemudian ditimbang dan beratnya disebut sebagai berat basah ( $W_{wet}$ ). Persentase penyerapan metanol dihitung berdasarkan Persamaan 2.8.

#### **3.2.4.3 Uji Permeabilitas Metanol**

Permeabilitas metanol ditentukan menggunakan alat sel difusi yang terdiri dari 2 kompartemen. Membran komposit dengan ukuran luas penampang 3,14  $\text{cm}^2$  berbentuk lingkaran ditempatkan di antara kompartemen A yang berisi larutan metanol dan kompartemen B yang berisi aquades (lihat Gambar 3.1).



Gambar 3.1 Skema Alat Uji Permeabilitas Metanol

Kedua kompartemen diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan konstan selama proses pengujian. Larutan pada kompartemen B diambil  $\pm 10$  ml pada menit ke - 30, 60, 90, 120, dan 150, kemudian ditimbang untuk diukur densitasnya. Percobaan tersebut diulangi dengan variasi konsentrasi metanol 1, 2, 3, 4 dan 5M. Sebelum proses permeasi, dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi dan densitas larutan standar metanol dengan konsentrasi 0,1; 0,5; 1; dan 2 M. kurva kalibrasi ini akan digunakan untuk menghitung konsentrasi metanol pada kompartemen B. Permeabilitas metanol dihitung dari slope yang diperoleh dari hasil interpolasi antara konsentrasi metanol dengan waktu permeasi. Konsentrasi metanol dikompartemen B dianggap sebagai fungsi dari waktu yang ditunjukkan pada Persamaan 2.12.

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Pada penelitian ini dilakukan analisa *methanol uptake* dan permeabilitas metanol terhadap membran komposit kitosan / *montmorillonite* – asam stearat untuk aplikasi *Direct Methanol Fuel Cell* (DMFC). Penelitian bertujuan untuk mengetahui hubungan antara *methanol uptake*, dan permeabilitas metanol membran komposit kitosan/*montmorillonite*–asam stearat dengan variasi konsentrasi metanol. Tahap awal yang dilakukan adalah isolasi kitosan dari kulit udang, yaitu deproteinasi serbuk kulit udang, demineralisasi, dan deasetilasi kitin menjadi kitosan. Keberhasilan isolasi kitosan ditentukan dari derajat deasetilasi kitosan yang diperoleh melalui pengamatan spektrum FTIR dari kitosan. Membran komposit kitosan/*montmorillonite*–asam stearat dibuat dari 1 gram kitosan dan 2% *montmorillonite* termodifikasi asam stearat. Membran komposit yang berhasil disintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk menganalisis gugus fungsi, dan dilakukan uji *methanol uptake* serta permeabilitas metanol pada membran dengan variasi konsentrasi metanol 1, 2, 3, 4 dan 5M.

#### **4.1 Ekstraksi Kulit Udang**

Proses ekstraksi kitin dari kulit udang dilakukan melalui beberapa tahap yaitu deproteinasi, dan demineralisasi. Selanjutnya dilakukan deasetilasi untuk mengubah kitin menjadi kitosan.

##### **4.1.1 Deproteinasi Kulit Udang**

Kulit udang yang telah dipreparasi kemudian dilakukan deproteinasi pada kulit udang tersebut dengan tujuan untuk menghilangkan protein pada kulit udang. Protein dihilangkan untuk mencegah bahan dari pembusukan;

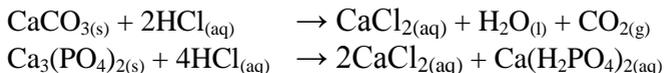
keberadaan protein dapat memacu pertumbuhan bakteri. Kitin berikatan kovalen dengan protein tersebut, sehingga digunakan larutan basa; yaitu NaOH, untuk memutus ikatan tersebut. Setelah ikatan kitin-protein terputus, kemudian  $\text{Na}^+$  akan mengikat ujung rantai protein yang bermuatan negatif membentuk Na-proteinat yang dapat larut dalam air (Hong & Meyers, 2012).

Serbuk kulit udang sebanyak 100g dilarutkan dalam larutan NaOH 3.5% dengan perbandingan serbuk kulit udang dengan NaOH 3.5% sebesar 1 : 10 (b/v). larutan ini diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam pada suhu  $65^\circ\text{C}$ , yang merupakan kondisi optimum untuk reaksi deproteinasi. Putusnya ikatan kovalen antara protein dan kitin ditandai dengan perubahan warna larutan menjadi coklat; yang merupakan protein pigmen warna pada kulit udang, dan timbul busa. Endapan yang terbentuk disaring dengan saringan kain, kemudian dicuci dengan aquades untuk menetralkan pH endapan. Endapan dikeringkan dalam oven selama 4 jam pada suhu  $105^\circ\text{C}$ , yang merupakan suhu aman untuk menguapkan pelarut tanpa merusak endapan. Endapan kering kemudian diuji kualitatif dengan ninhidrin untuk memeriksa adanya protein yang tersisa dimana hasil uji tidak menunjukkan warna ungu yang berarti tidak ada protein pada endapan Adapun proses ini menghasilkan 50.32g serbuk kulit udang.

#### **4.1.2 Demineralisasi Kulit Udang**

Serbuk kulit udang tersebut masih mengandung mineral, sehingga perlu dilakukan proses demineralisasi pada serbuk tersebut. Mineral tersebut dapat dihilangkan dengan memakai asam klorida encer. HCl encer digunakan dengan tujuan untuk menghindari terjadinya degradasi kitin pada serbuk. Mineral pada serbuk kulit udang; yang umumnya merupakan kalsium berupa  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  akan bereaksi dengan HCl membentuk senyawa  $\text{CaCl}_2$  dan

Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> yang larut dalam air (Marganof, 2003); dimana reaksi yang terjadi dapat dituliskan sebagai berikut.



Serbuk udang sebanyak 50g dicampurkan pada larutan HCl 1M dengan perbandingan 1 : 15 (b/v), kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Muncul gelembung-gelembung yang merupakan gas CO<sub>2</sub> menandakan reaksi demineralisasi sedang berlangsung. Endapan disaring, lalu dicuci dengan akuades untuk menetralkan pH. Endapan dikeringkan dengan oven selama 4 jam pada suhu 105°C untuk menghilangkan kandungan air pada endapan. Dari proses ini diperoleh kitin dengan warna coklat muda sebanyak 25.05g.

### 4.1.3 Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan

Kitin yang diperoleh diubah menjadi kitosan dengan proses deasetilasi. Proses ini berupa penghilangan gugus asetil (-NHCOCH<sub>3</sub>) pada kitin menjadi gugus amina (-NH<sub>2</sub>) menggunakan basa kuat sehingga diperoleh kitosan. Dikarenakan struktur kristalin yang panjang dengan ikatan kuat antara atom nitrogen dengan gugus karboksil pada kitin maka diperlukan larutan basa berkonsentrasi tinggi untuk bisa menghilangkan gugus asetil pada kitin. Seberapa besar derajat deasetilasi yang diperoleh dipengaruhi oleh konsentrasi basa kuat yang digunakan, suhu dan lama pengadukan. Faktor-faktor tersebut yang dapat memperbesar kemungkinan terjadinya tumbukan antara gugus hidroksil dari basa kuat dengan gugus asetil dari kitin (Ghosh, 2002).

Kitin sebanyak 25 g dicampur dengan larutan NaOH 50% dengan perbandingan 1 : 10 (b/v), kemudian diaduk pada suhu 120°C selama 4 jam. Kondisi tersebut merupakan kondisi optimal untuk reaksi deasetilasi. Endapan disaring dan dicuci untuk menetralkan pH endapan. Endapan yang diperoleh

dikeringkan dengan oven pada suhu 105°C untuk menghilangkan kandungan air. Dari proses tersebut diperoleh kitosan berupa serbuk berwarna putih sebanyak 20,31g.

Keberhasilan terbentuknya gugus amina (kitosan) dapat ditentukan secara kuantitatif dengan menghitung derajat deasetilasi kitosan. Derajat deasetilasi merupakan parameter mutu kitosan yang menunjukkan persentase gugus asetil yang dapat dihilangkan dari rendemen kitin maupun kitosan. Semakin tinggi derajat deasetilasi menunjukkan semakin banyak gugus asetil yang terdeasetilasi menjadi gugus amina pada kitosan. Penentuan derajat deasetilasi dapat dilakukan dengan metode *baseline*, yakni membandingkan serapan pada bilangan gelombang 1655 cm<sup>-1</sup> yang merupakan serapan gugus amida, dengan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3450 cm<sup>-1</sup> (Hong & Meyers, 2009). Pada percobaan ini diperoleh kitosan dengan derajat deasetilasi sebesar 70,22%.

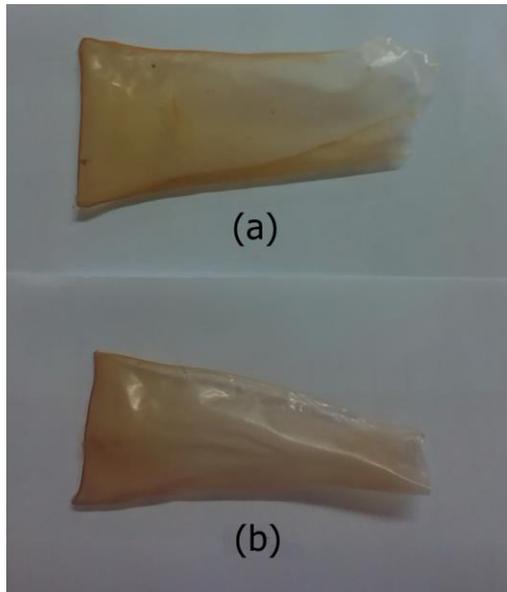
#### **4.2 Modifikasi *Montmorillonite* dengan Asam Stearat**

Asam stearat sebanyak 15g dilelehkan dan ditambahkan 2.11g NaOH bertujuan untuk mengubah asam stearat menjadi senyawa garamnya. Asam stearat dapat memodifikasi *montmorillonite* apabila dalam wujud senyawa garamnya dimana gugus karboksilat pada stearat dapat lebih mudah terionisasi dan berinteraksi dengan *montmorillonite*. Reaksi modifikasi *montmorillonite* yang berlangsung pada suhu 80°C merupakan kondisi yang optimal untuk melangsungkan reaksi tersebut. Sonikasi dilakukan untuk memaksimalkan interaksi antara reaktan. Adapun perubahan yang terjadi pada *montmorillonite* dimana warna *montmorillonite* pada awalnya berwarna kuning pucat, berubah menjadi putih setelah proses modifikasi, mengindikasikan terjadinya interkalasi dan adsorpsi asam stearat pada *montmorillonite*. Interkalasi dan adsorpsi asam stearat pada *montmorillonite* dapat terjadi dikarenakan oleh

interaksi ion dipol antara asam stearat dengan kation  $\text{Si}^{+4}$ , dan pertukaran gugus karboksilat dengan gugus hidroksil pada *montmorillonite* (Spohr, 2005).

### 4.3 Pembuatan Membran

Sintesis membran komposit kitosan/*montmorillonite*-asam stearat dilakukan dengan metode inversi fasa. Kitosan bertindak sebagai matriks dan *montmorillonite* termodifikasi asam stearat bertindak sebagai *filler*. Membran komposit kitosan/*montmorillonite* juga disintesis dengan prosedur yang sama dengan membran kitosan/*montmorillonite*-asam stearat.



Gambar 4.1 Membran Kitosan dengan *filler* (a) MMT, (b) MMT - Asam Stearat

Penggunaan asam asetat sebagai pelarut karena kitosan mudah larut dalam asam asetat, dan asam asetat tidak

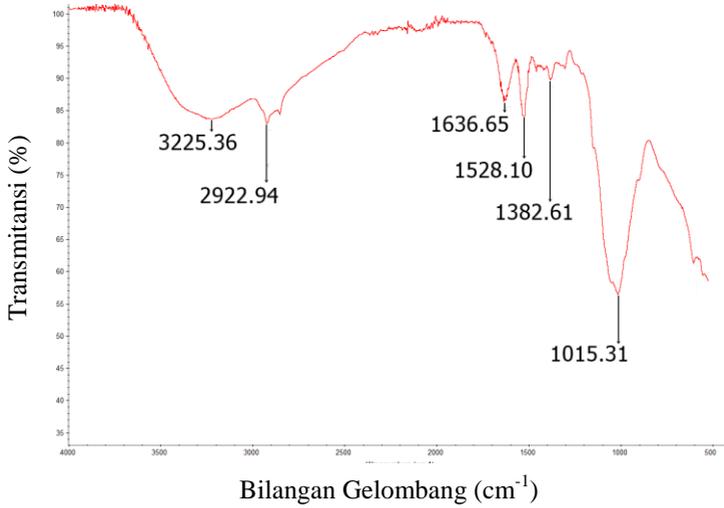
mengubah komposisi polimer ketika reaksi polimerisasi kitosan berakhir. Penambahan *montmorillonite* atau *montmorillonite* termodifikasi asam stearat dilakukan untuk membuat membran komposit. Reaksi polimerisasi dijaga pada suhu 60°C agar tidak merusak struktur kitosan. Setelah itu, larutan disonikasi untuk mendispersikan *filler* secara merata di seluruh permukaan membran dan memaksimalkan interaksi antara *filler* dengan matriks kitosan. Larutan kemudian dicetak menggunakan cetakan poliakrilat dan didiamkan selama 14 hari hingga terbentuk membran tipis yang bebas pelarut; adapun metode tersebut merupakan metode inversi fasa dimana pelarut diuapkan secara perlahan dengan tujuan untuk menghasilkan pori yang kecil pada membran. Membran kering yang dihasilkan direndam dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2M dengan tujuan untuk melakukan *cross-link* pada membran sehingga membran lebih tahan dalam suasana asam. Dari proses pembuatan tersebut diperoleh membran komposit seperti pada gambar 4.1

Penambahan *filler montmorillonite* menyebabkan interkalasi pada matriks kitosan. Interkalasi tersebut disebabkan oleh adanya ikatan hidrogen antara gugus amina dan hidroksil pada kitosan dengan lapisan silika pada *montmorillonite* (Fu, 2008).

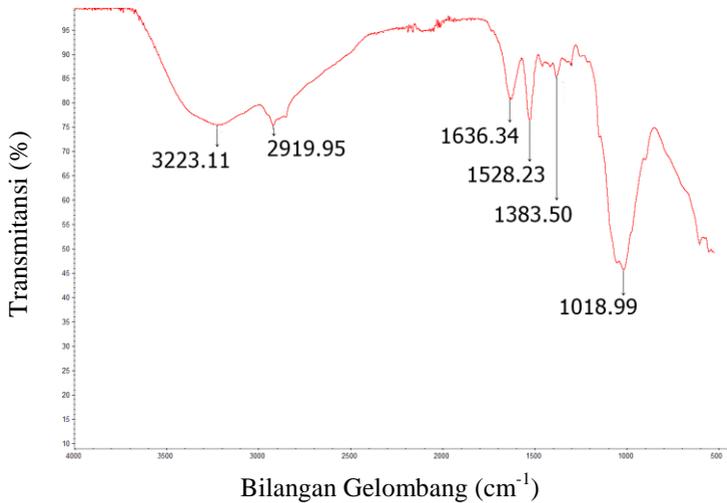
## **4.4 Karakterisasi Membran**

### **4.4.1 Fourier Transform Infra Red (FTIR)**

Karakteristik membran menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) digunakan untuk menganalisis gugus fungsi yang terkandung dalam membran. Hasil analisa FTIR disajikan dalam kurva antara bilangan gelombang (cm<sup>-1</sup>) dan transmitan (%) pada range bilangan gelombang 4000 – 500 cm<sup>-1</sup> seperti pada Gambar 4.2 dan Gambar 4.3.



Gambar 4.2 Spektra IR Membran Kitosan / MMT



Gambar 4.3 Spektra IR Membran Kitosan / MMT - Asam Stearat

Adapun besar bilangan gelombang untuk masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Puncak penting dari spektra FTIR membran

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
	Kitosan/MMT	Kitosan/MMT-Asam Stearat
Vibrasi regangan O-H	3225	3223
Vibrasi regangan C-H sp <sup>3</sup>	2923	2919
Vibrasi regangan C=O	1637	1636
Vibrasi N-H (-NH <sub>2</sub> )	1528	1528
Vibrasi Al-O	1383	1384
Vibrasi Si-O	1015	1019

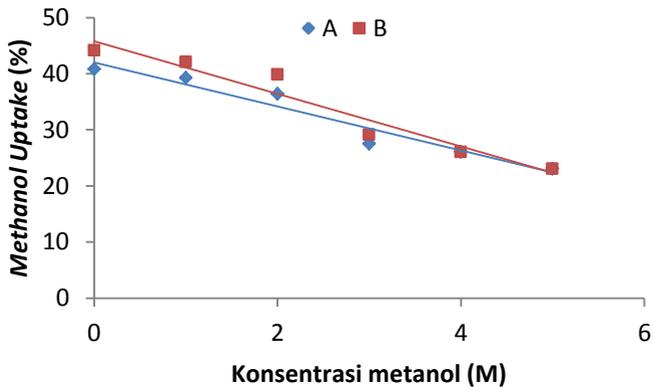
Hasil analisa FTIR pada membran kitosan/MMT menunjukkan puncak lebar pada daerah 3225 cm<sup>-1</sup>; merupakan vibrasi regangan dari O-H dan N-H. Puncak pada daerah 2922 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi regangan dari C-H sp<sup>3</sup>. Puncak tersebut merupakan puncak khas dari kitosan. Selain itu terdapat puncak pada 1636 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi regangan dari C=O, dan terdapat puncak pada 1528 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan vibrasi N-H dalam bentuk amina (-NH<sub>2</sub>), Puncak pada 1382 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi dari Al-O, dan puncak pada daerah 1015 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi dari Si-O; kedua puncak tersebut timbul karena penambahan MMT pada membran (Harper, 1996).

Grafik hasil analisa FTIR pada membran kitosan/MMT–asam stearat terbilang identik dengan grafik hasil analisa FTIR pada membran kitosan/MMT. Puncak O-H

pada  $3225\text{ cm}^{-1}$  bergeser menjadi  $3223\text{ cm}^{-1}$  pada membran kitosan/MMT-asam stearat yang menunjukkan penghilangan beberapa gugus  $-\text{OH}$  oleh karena reaksi esterifikasi dengan asam stearat yang mengakibatkan gugus  $-\text{OH}$  tersebut terlepas menjadi air dan digantikan oleh gugus stearat. Puncak pada daerah  $2922\text{ cm}^{-1}$  mengalami pergeseran ke daerah  $2919\text{ cm}^{-1}$  disebabkan oleh adanya atraksi intermolekular antara rantai alkil yang bersebelahan. Puncak khas dari asam stearat yang berupa vibrasi regangan dari  $\text{C-H sp}^3$  tertutupi oleh puncak dari kitosan dan berakibat pada bertambahnya intensitas pada puncak tersebut. Adapun puncak  $\text{Si-O}$  pada daerah  $1015\text{ cm}^{-1}$  bergeser ke bilangan gelombang yang lebih tinggi, yaitu  $1019\text{ cm}^{-1}$ . Pergeseran tersebut juga diikuti dengan perubahan intensitas yang disebabkan oleh adanya atraksi antara  $\text{Si-O}$  dengan gugus karboksilat. Hal tersebutlah yang juga menyebabkan pergeseran puncak  $\text{Al-O}$  pada daerah  $1382\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $1383\text{ cm}^{-1}$  (Sarier dkk, 2010).

#### **4.4.2 Methanol Uptake**

Uji *methanol uptake* dilakukan untuk mengetahui seberapa besar kapasitas penyerapan metanol oleh membran yang dinyatakan dalam persentase berat terhadap berat kering membran. Setiap membran diuji sesuai dengan langkah yang tercantum pada sub-bab 3.2.4.2 yang kemudian diperoleh data berat basah dan berat kering membran pada setiap variasi konsentrasi metanol. *Methanol uptake* pada setiap variasi konsentrasi metanol dihitung dengan Persamaan 2.8; detail perhitungan terlampir di Lampiran C. Dibuat grafik hubungan antara konsentrasi metanol dengan *methanol uptake* seperti pada Gambar 4.4



Gambar 4.4 Grafik *Methanol Uptake* terhadap Konsentrasi Metanol pada Membran : (A.) Kitosan/MMT, (B.) Kitosan/MMT-Asam Stearat

Adapun besar *methanol uptake* untuk masing-masing membran pada variasi konsentrasi metanol dapat dilihat pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 *Methanol uptake* dari membran

Konsentrasi Metanol (M)	<i>Methanol Uptake</i> (%)	
	Kitosan/MMT	Kitosan/MMT-Asam Stearat
0	40,81	44,14
1	39,28	42,07
2	36,42	39,88
3	27,52	29,15
4	26,11	26,04
5	23,07	23,04

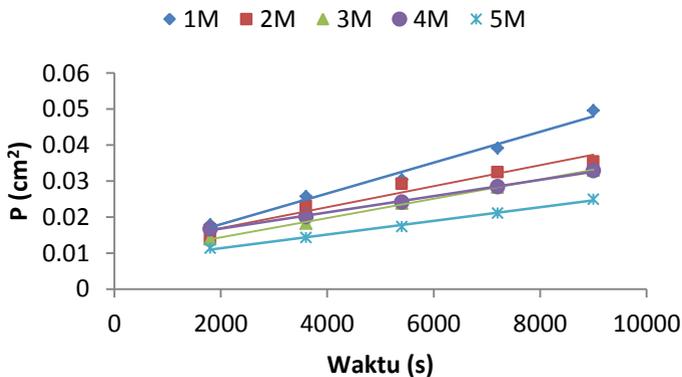
Dari gambar 4.4 terlihat bahwa setiap membran memiliki kecenderungan penurunan *methanol uptake* seiring dengan peningkatan konsentrasi metanol. Hal ini dikarenakan semakin pekat metanol, maka semakin sedikit larutan metanol yang bisa ditampung oleh membran sebelum membran tersebut mengalami kejenuhan. Hal ini juga berkaitan dengan sifat membran yang lebih mudah menyerap air daripada metanol dikarenakan penambahan *filler* MMT yang bersifat hidrofilik, sehingga metanol yang pekat; yang berarti kandungan airnya sedikit, akan lebih sulit untuk diserap membran apabila dibandingkan dengan metanol encer.

Dari hasil uji tersebut juga terlihat bahwa pada variasi konsentrasi metanol yang sama, *methanol uptake* membran kitosan / MMT – asam stearat lebih besar daripada membran kitosan / MMT. Hal ini disebabkan oleh penggunaan MMT termodifikasi asam stearat. Adapun MMT termodifikasi asam stearat memiliki *basal spacing* yang lebih besar apabila dibandingkan dengan MMT tanpa modifikasi. Peningkatan *basal spacing* tersebut berdampak pada peningkatan volume dari MMT. Apabila MMT termodifikasi asam stearat tersebut digunakan sebagai *filler* pada membran, maka kapasitas membran tersebut akan lebih besar dibandingkan dengan membran yang memakai MMT tanpa modifikasi sebagai *filler*, dan berakibat pada peningkatan *methanol uptake*.

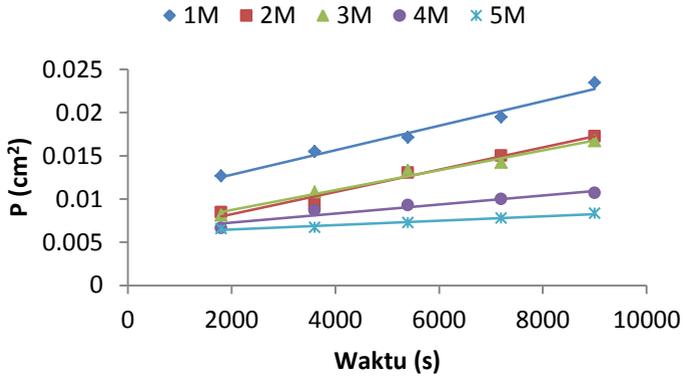
Adapun selisih peningkatan *methanol uptake* pada tiap membran mengalami penurunan seiring dengan peningkatan konsentrasi. Hal ini disebabkan pemodifikasian MMT tersebut masih memiliki sifat inorganiknya, dimana kandungan silikat sebagai bagian struktur dari MMT masih ada. Oleh karena itu, sifat hidrofiliknya tetap ada sehingga selektivitas terhadap metanol tetap rendah. Hal ini ditunjukkan oleh tidak adanya peningkatan *methanol uptake* yang signifikan pada metanol pekat (Sarier dkk, 2010).

### 4.4.3 Permeabilitas Metanol

Uji permeabilitas metanol dilakukan untuk mengetahui kemampuan membran untuk ditembus metanol yang dinyatakan dalam satuan luas per satuan waktu. Setiap membran diuji sesuai dengan langkah yang tercantum pada sub-bab 3.2.4.3, yang kemudian akan diperoleh data massa larutan dan volume larutan pada tiap titik waktu yang ditentukan. Dari data tersebut dapat diperoleh densitas larutan yang kemudian diinterpolasikan dengan kurva kalibrasi konsentrasi terhadap densitas metanol untuk memperoleh data konsentrasi metanol di wadah B pada tiap titik waktu. Dari data tersebut kemudian dibuat grafik hubungan antara konsentrasi metanol pada wadah B terhadap fungsi waktu. Nilai slope yang diperoleh digunakan untuk mencari permeabilitas metanol dengan menggunakan Persamaan 2.12; detail perhitungan dan kurva kalibrasi terlampir di Lampiran C.



Gambar 4.5 Permeabilitas Metanol pada Membran Kitosan/MMT



Gambar 4.6 Permeabilitas Metanol pada Membran Kitosan/ MMT-Asam Stearat

Adapun besar permeabilitas metanol untuk masing-masing membran pada variasi konsentrasi metanol dapat dilihat pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Permeabilitas metanol dari membran

Konsentrasi Metanol (M)	Permeabilitas Metanol ( $\text{cm}^2\text{s}^{-1}$ )	
	Kitosan/MMT	Kitosan/MMT-Asam Stearat
1	$4,2767 \times 10^{-6}$	$1,4205 \times 10^{-6}$
2	$2,9177 \times 10^{-6}$	$1,2902 \times 10^{-6}$
3	$2,6794 \times 10^{-6}$	$1,1469 \times 10^{-6}$
4	$2,2607 \times 10^{-6}$	$5,213 \times 10^{-7}$
5	$1,891 \times 10^{-6}$	$2,5804 \times 10^{-7}$

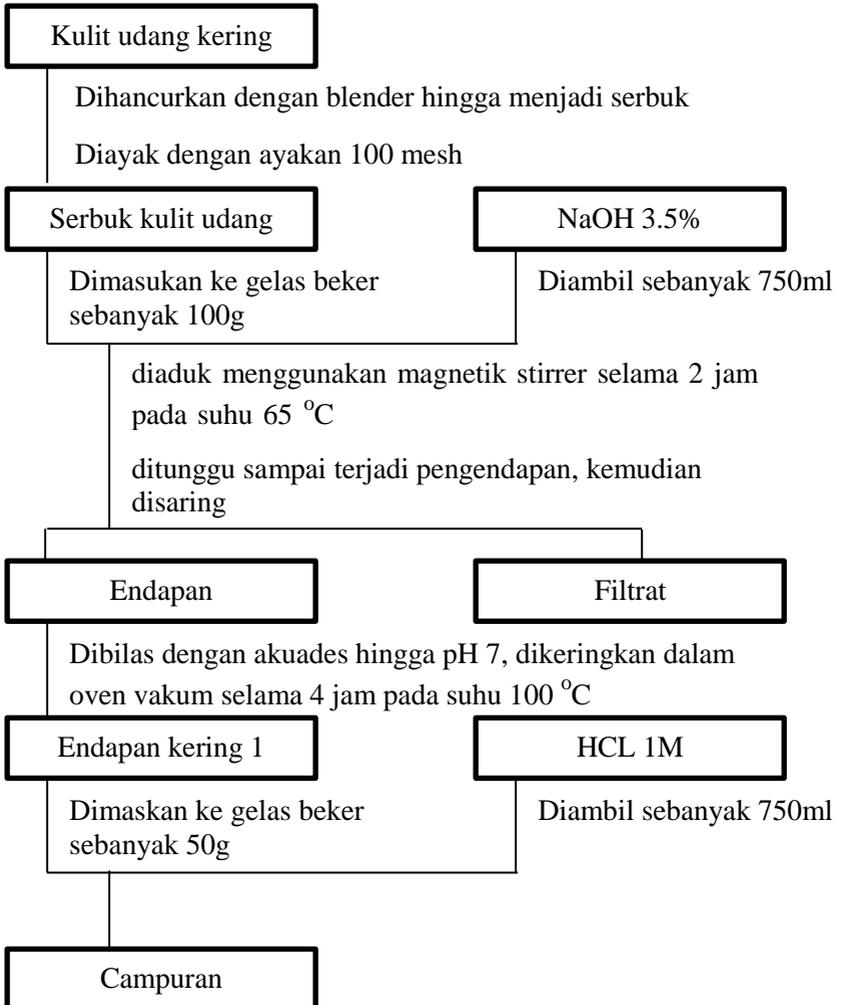
Dari gambar tersebut terlihat bahwa setiap membran memiliki kecenderungan penurunan permeabilitas metanol seiring dengan peningkatan konsentrasi metanol. Hal ini

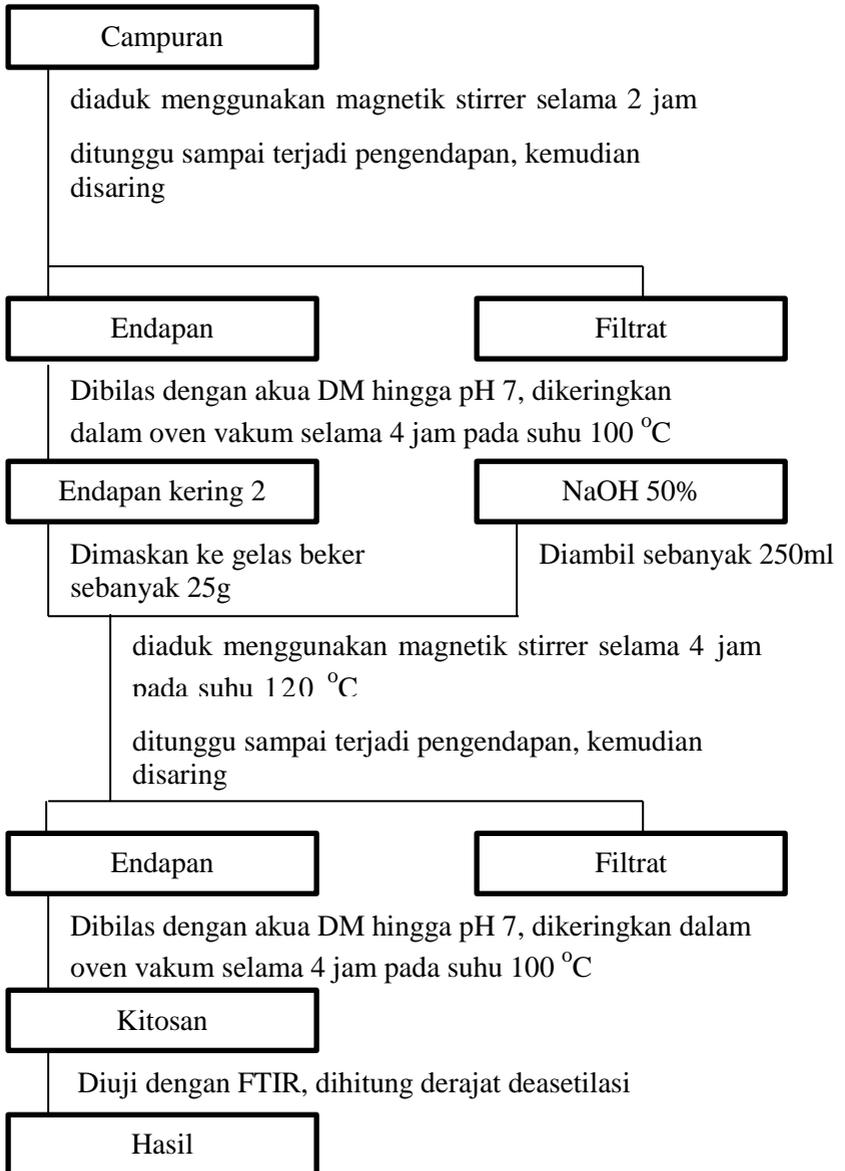
dikarenakan penambahan *filler* MMT yang bersifat hidrofilik sehingga mengurangi selektivitas membran terhadap metanol yang berdampak pada semakin sulitnya metanol memasuki membran. Semakin pekat metanol, maka semakin kuat kecenderungan membran untuk menolak molekul metanol yang akan melewati membran. Hal ini terlihat pada grafik pada Gambar 4.5 dan 4.6 dimana *slope* terus mengalami penurunan seiring dengan peningkatan konsentrasi metanol.

Dari hasil uji tersebut juga terlihat bahwa pada variasi konsentrasi metanol yang sama, permeabilitas metanol membran kitosan/MMT–asam stearat lebih kecil daripada membran kitosan/MMT yang terlihat dari hasil percobaan, diperoleh permeabilitas metanol membran kitosan/MMT–asam stearat pada konsentrasi metanol 1M sebesar  $1,4205 \times 10^{-6} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$  yang terbilang lebih kecil daripada permeabilitas metanol membran kitosan/MMT sebesar  $4,2767 \times 10^{-6} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$  pada konsentrasi metanol yang sama. Hal ini disebabkan oleh penggunaan MMT termodifikasi asam stearat. Adapun MMT termodifikasi asam stearat memiliki rantai alkil panjang yang menambah karakter organik pada MMT. Penambahan karakter organik tersebut berdampak pada peningkatan kompatibilitas MMT terhadap matriks membran yang terbuat dari kitosan. Apabila MMT termodifikasi asam stearat tersebut digunakan sebagai *filler* pada membran, maka MMT tersebut akan lebih terdispersi dan memiliki interaksi yang lebih baik dengan matriks kitosan apabila dibandingkan dengan MMT tanpa modifikasi, dan berakibat pada peningkatan kemampuan membran untuk menolak molekul metanol, sehingga dapat diperoleh membran dengan permeabilitas metanol yang lebih rendah (Sarier, 2010).

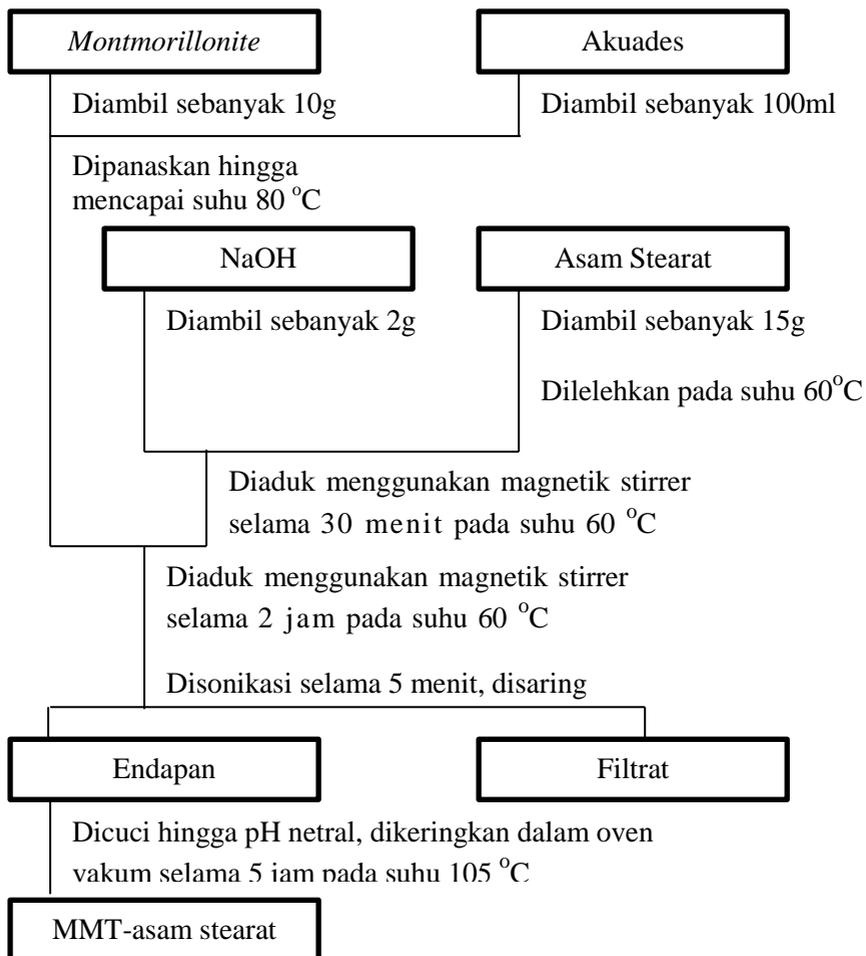
## LAMPIRAN A SKEMA KERJA

### a. Ekstraksi Kitosan

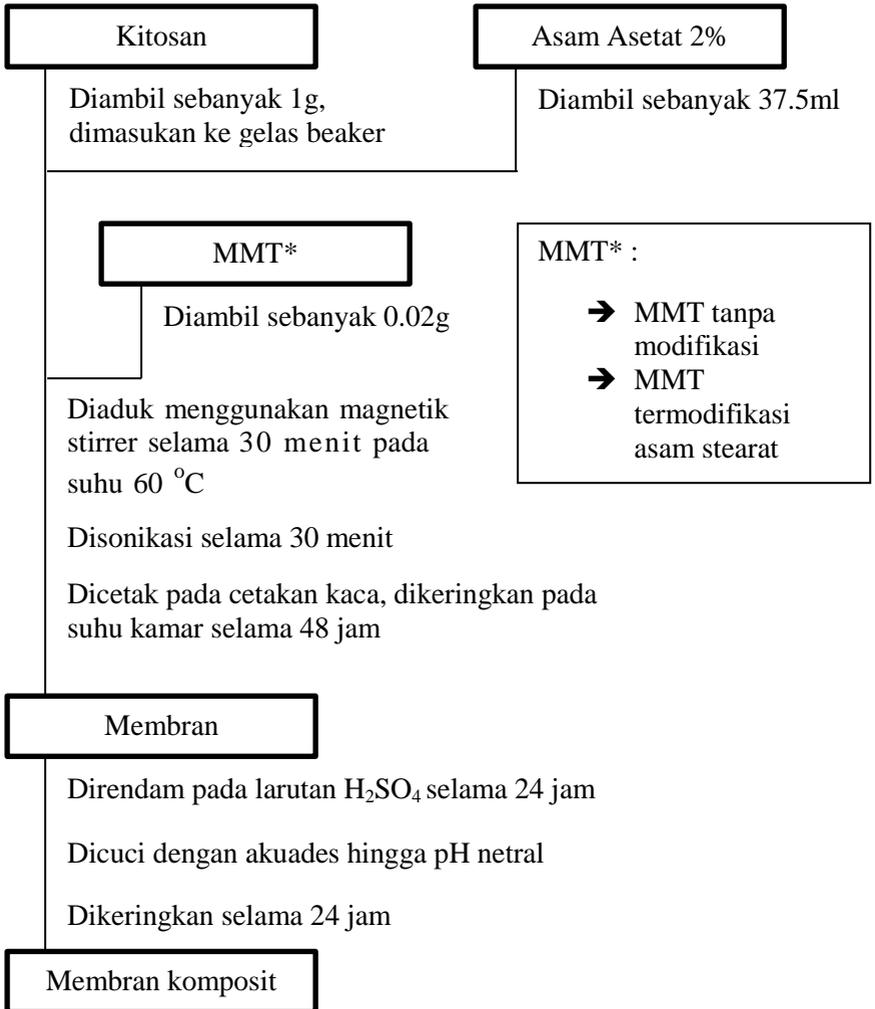




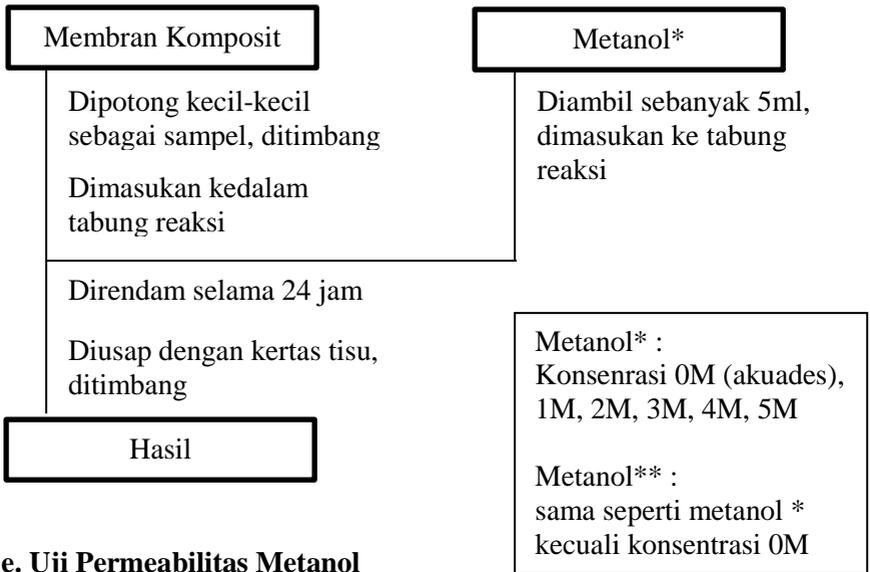
## b. Modifikasi *Montmorillonite* dengan Asam Stearat



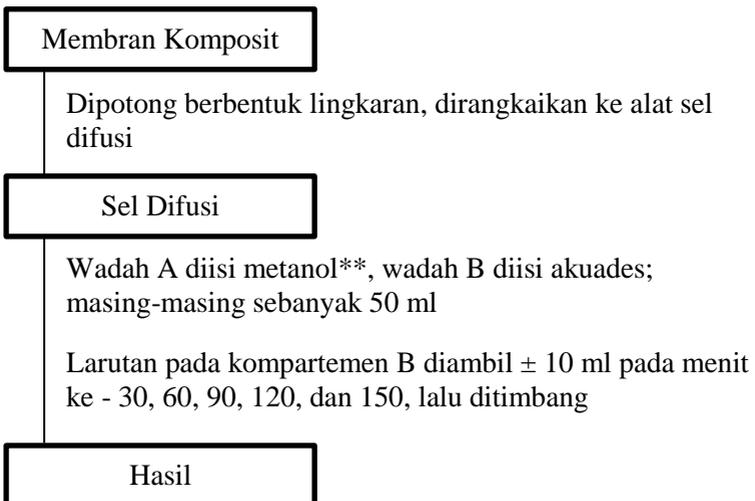
### c. Sintesis Membran



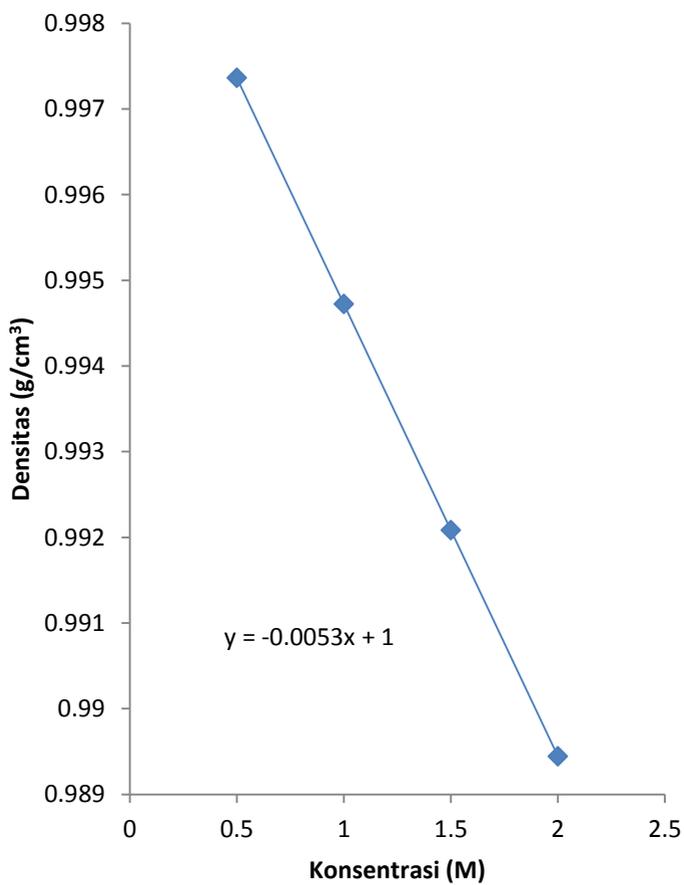
#### d. Uji *Methanol Uptake*



#### e. Uji Permeabilitas Metanol



**LAMPIRAN B**  
**KURVA KALIBRASI KONSENTRASI TERHADAP**  
**DENSITAS LARUTAN STANDAR METANOL**



## LAMPIRAN C DATA PERHITUNGAN

### a. *Methanol Uptake*

$$\text{Methanol uptake (\%)} = \frac{W_{\text{wet}} - W_{\text{dry}}}{W_{\text{dry}}} \times 100\%$$

Untuk membran kitosan/MMT pada variasi konsentrasi metanol 1M diperoleh data sebagai berikut:

$$W_{\text{wet}} = 0.0390\text{g}$$

$$W_{\text{dry}} = 0.0280\text{g}$$

Maka nilai *methanol uptake* dari membran kitosan/MMT pada variasi konsentrasi metanol 1M ialah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{Methanol uptake} &= (0.0390 - 0.0280) / 0.0280 \times 100\% \\ &= 39.28\% \end{aligned}$$

Dengan perhitungan tersebut, diperoleh nilai *methanol uptake* dari setiap membran pada tiap variasi konsentrasi metanol sebagai berikut.

Membran	Metanol	W <sub>dry</sub> (g)	W <sub>wet</sub> (g)	<i>Methanol uptake</i> (%)
Kitosan/MMT	0M	0.0588	0.0828	40.81
	1M	0.0280	0.0390	39.28
	2M	0.0313	0.0427	36.42
	3M	0.0298	0.0380	27.52
	4M	0.0226	0.0285	26.11
	5M	0.0234	0.0288	23.07

<b>Membran</b>	<b>Metanol</b>	<b>W<sub>dry</sub> (g)</b>	<b>W<sub>wet</sub> (g)</b>	<b><i>Methanol uptake</i> (%)</b>
Kitosan/MMT -asam stearat	0M	0.0435	0.0627	44.14
	1M	0.0511	0.0726	42.07
	2M	0.0356	0.0498	39.88
	3M	0.0367	0.0474	29.15
	4M	0.0265	0.0334	26.04
	5M	0.0282	0.0347	23.04

### **b. Permeabilitas Metanol**

$$C_b(t) = \frac{A \times P}{V_B \times l} C'(t - t_0)$$

Untuk membran kitosan/MMT pada variasi konsentrasi metanol 1M pada pengambilan menit ke 30 diperoleh data sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \rho &= 0.9993 \text{g/cm}^3 & A &= 3.14 \text{cm}^2 \\ l &= 0.008 \text{cm} & V_B &= 50 \text{ml} \end{aligned}$$

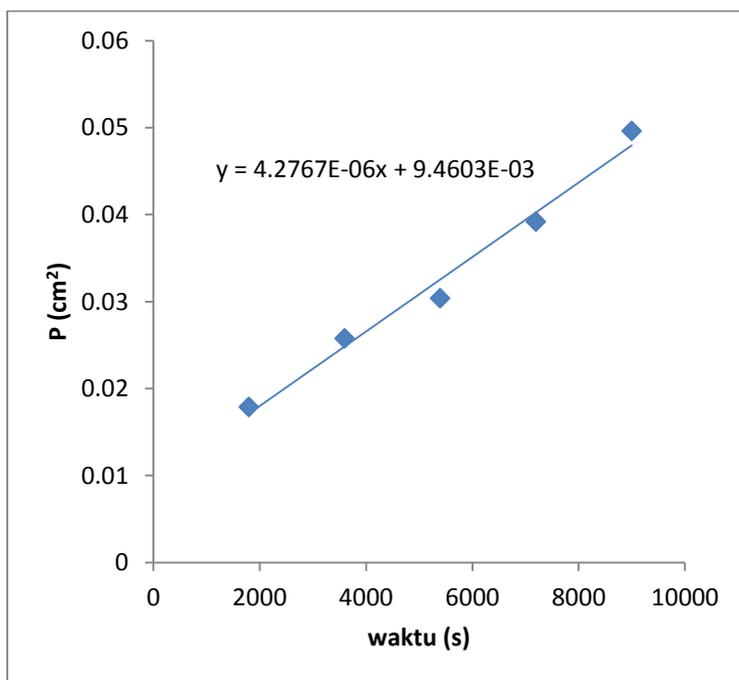
Diketahui persamaan dari kurva kalibrasi (Lampiran B) sebesar  $y = -0.0053x + 1$ . Maka dapat diperoleh konsentrasi metanol;  $C_B$  sebesar 0.1402 M. Maka nilai permeabilitas dari membran kitosan/MMT pada variasi konsentrasi metanol 1M pada pengambilan menit ke 30 ialah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} P &= 0.1402 \times 50 \times 0.008 / (3.14 \times 1) \\ &= 0.0179 \text{ cm}^2 \end{aligned}$$

Nilai permeabilitas dari setiap membran pada tiap variasi konsentrasi metanol diperoleh dari *slope* kurva hubungan antara nilai P sebagai fungsi waktu sebagai berikut

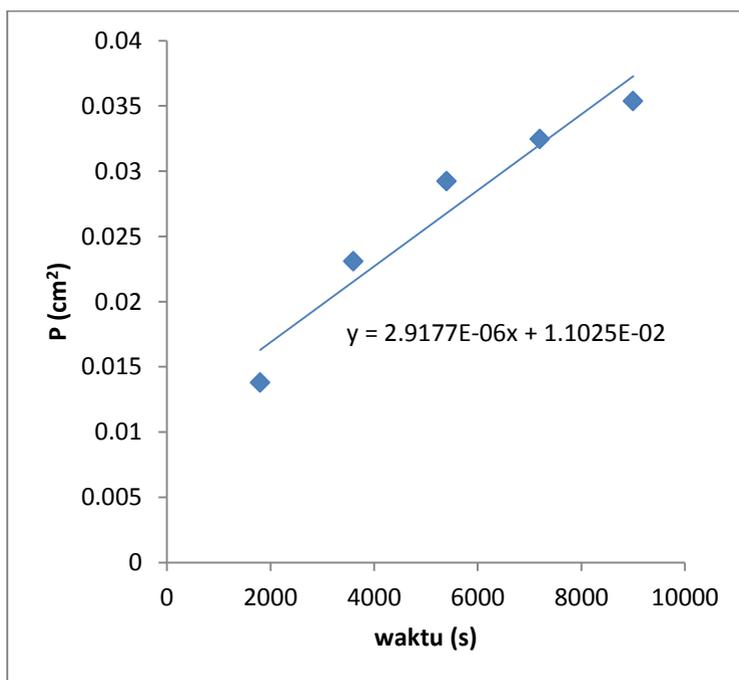
a) membran kitosan/MMT; konsentrasi metanol 1M

Waktu (s)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	C <sub>B</sub> (M)	P
1800	0.9993	0.1402	0.0179
3600	0.9990	0.2020	0.0257
5400	0.9987	0.2384	0.0304
7200	0.9983	0.3076	0.0392
9000	0.9979	0.3895	0.0496



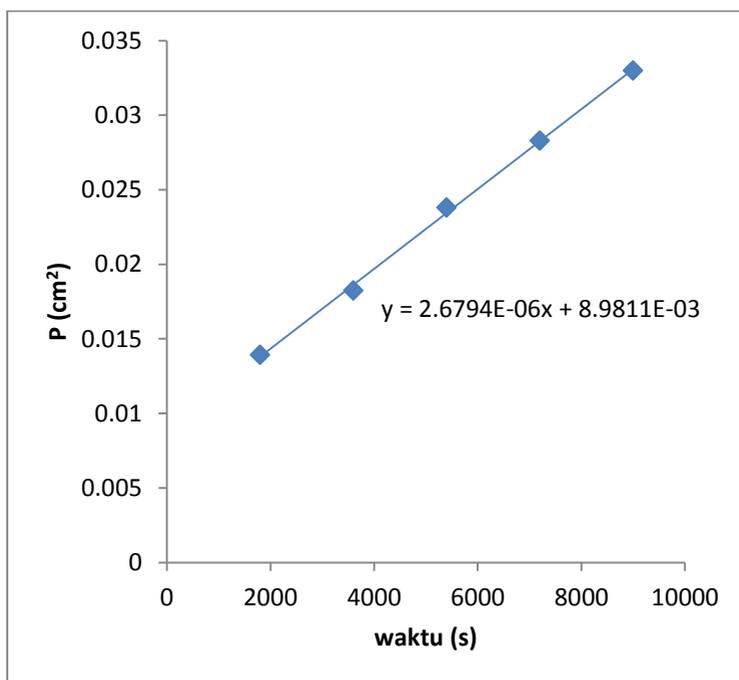
b) membran kitosan/MMT; konsentrasi metanol 2M

Waktu (s)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	C <sub>B</sub> (M)	P
1800	0.9989	0.2166	0.0138
3600	0.9981	0.3622	0.0231
5400	0.9976	0.4587	0.0292
7200	0.9973	0.5096	0.0325
9000	0.9971	0.5552	0.0354



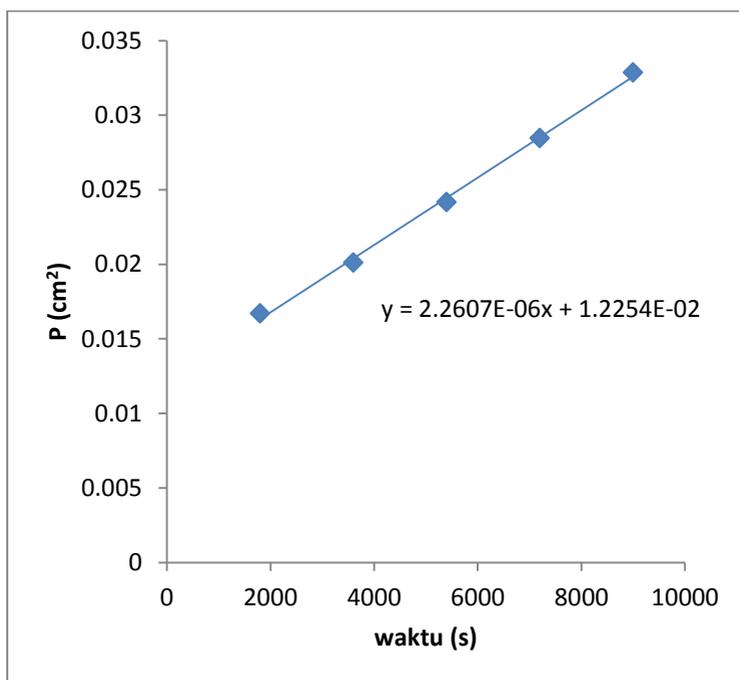
c) membran kitosan/MMT; konsentrasi metanol 3M

Waktu (s)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	C <sub>B</sub> (M)	P
1800	0.9983	0.3276	0.0139
3600	0.9977	0.4296	0.0182
5400	0.9970	0.5606	0.0238
7200	0.9965	0.6662	0.0283
9000	0.9959	0.7772	0.0330



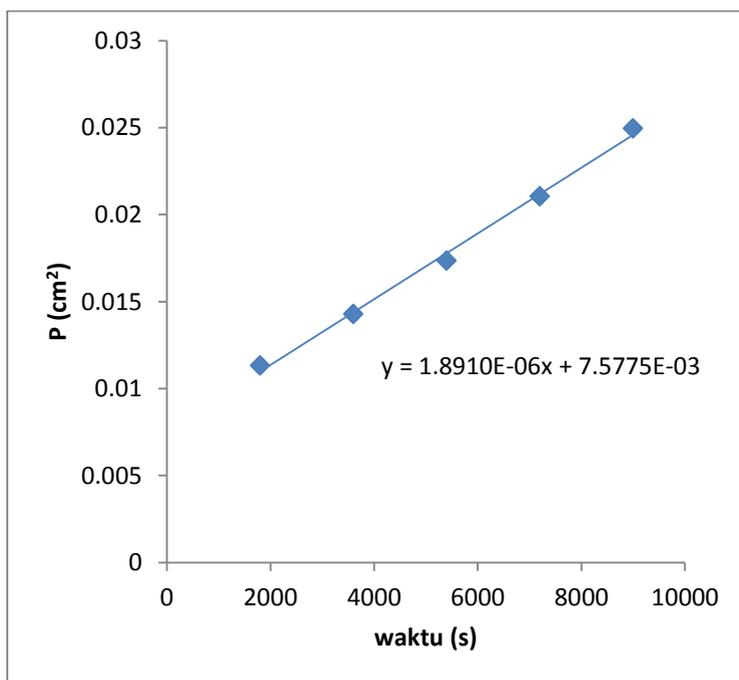
d) membran kitosan/MMT; konsentrasi metanol 4M

Waktu (s)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	C <sub>B</sub> (M)	P
1800	0.9972	0.5242	0.0167
3600	0.9967	0.6316	0.0201
5400	0.9960	0.7590	0.0242
7200	0.9953	0.8937	0.0285
9000	0.9945	1.0320	0.0329



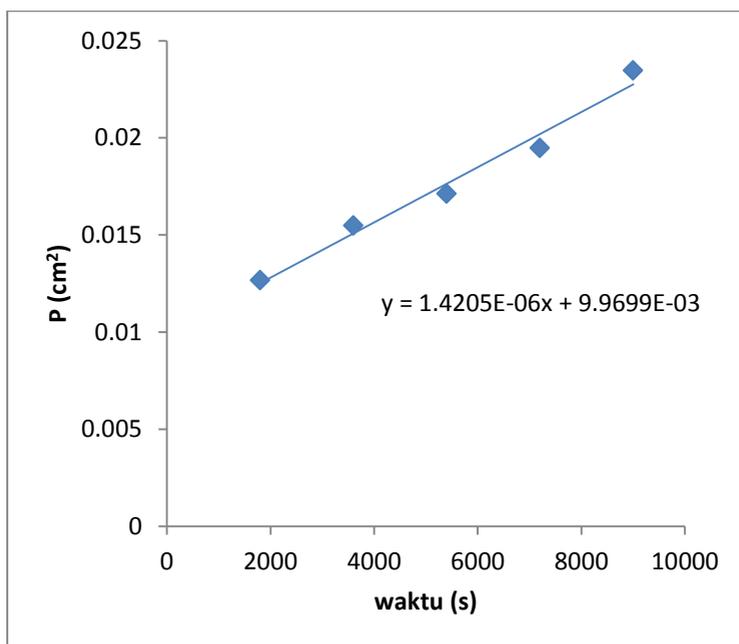
e) membran kitosan/MMT; konsentrasi metanol 5M

Waktu (s)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	C <sub>B</sub> (M)	P
1800	0.9976	0.4441	0.0113
3600	0.9970	0.5606	0.0143
5400	0.9964	0.6807	0.0173
7200	0.9956	0.8264	0.0211
9000	0.9948	0.9793	0.0249



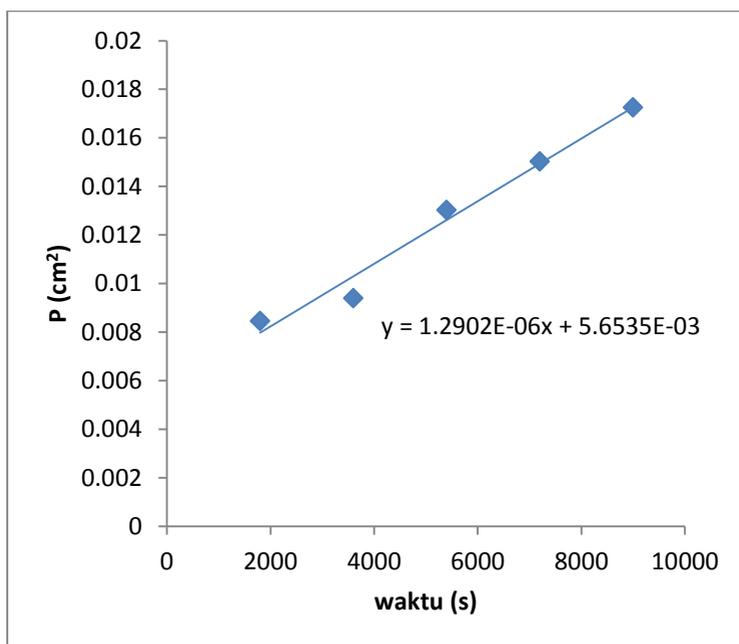
f) membran kitosan/MMT-asam stearat; konsentrasi metanol 1M

Waktu (s)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	C <sub>B</sub> (M)	P
1800	0.9995	0.0994	0.0127
3600	0.9994	0.1215	0.0155
5400	0.9993	0.1344	0.0171
7200	0.9992	0.1528	0.0195
9000	0.9990	0.1841	0.0235



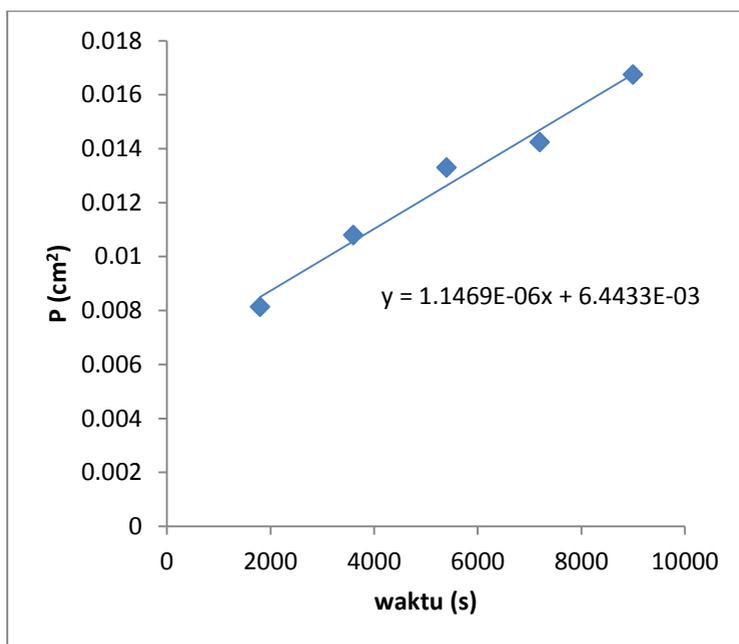
g) membran kitosan/MMT-asam stearat; konsentrasi metanol 2M

Waktu (s)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	C <sub>B</sub> (M)	P
1800	0.9993	0.1326	0.0084
3600	0.9992	0.1473	0.0094
5400	0.9989	0.2044	0.0130
7200	0.9988	0.2357	0.0150
9000	0.9986	0.2707	0.0172



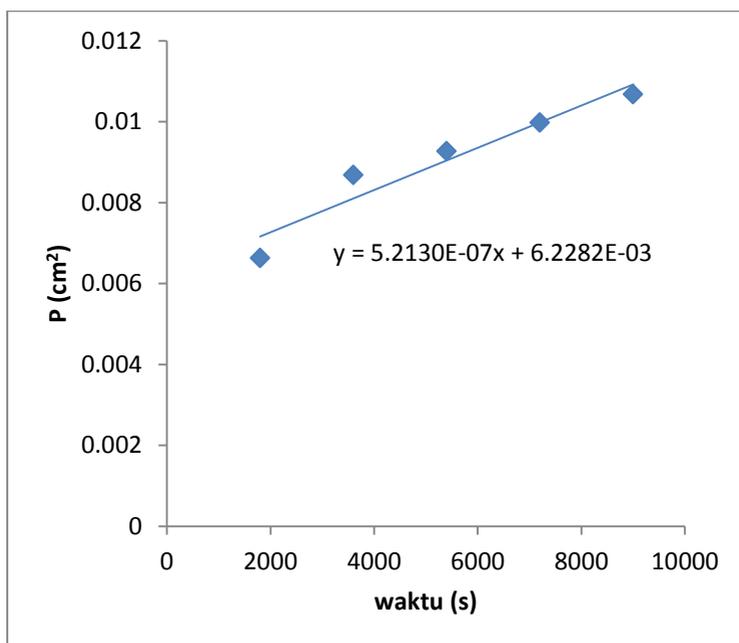
h) membran kitosan/MMT-asam stearat; konsentrasi metanol 3M

Waktu (s)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	C <sub>B</sub> (M)	P
1800	0.9990	0.1915	0.0081
3600	0.9987	0.2541	0.0108
5400	0.9983	0.3131	0.0133
7200	0.9982	0.3352	0.0142
9000	0.9979	0.3941	0.0167



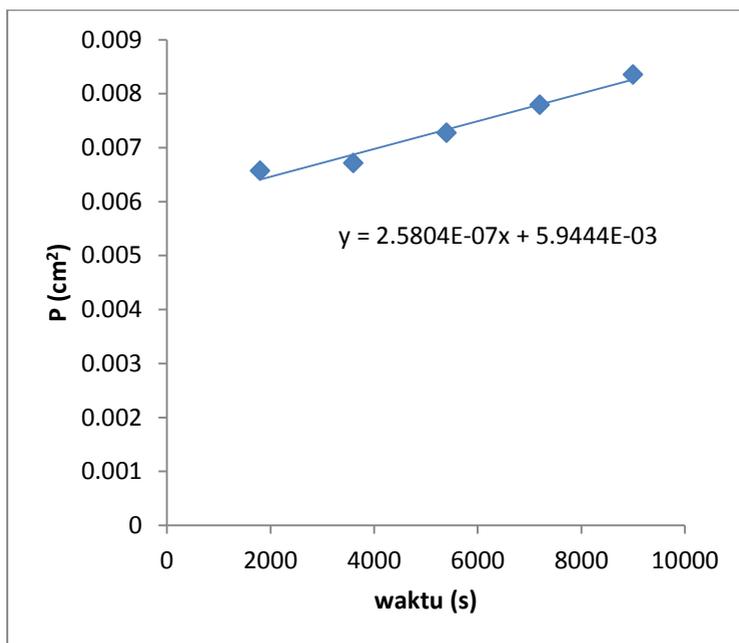
i) membran kitosan/MMT-asam stearat; konsentrasi metanol 4M

Waktu (s)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	C <sub>B</sub> (M)	P
1800	0.9989	0.2081	0.0066
3600	0.9986	0.2725	0.0087
5400	0.9985	0.2910	0.0093
7200	0.9983	0.3131	0.0100
9000	0.9982	0.3352	0.0107



j) membran kitosan/MMT-asam stearat; konsentrasi metanol 5M

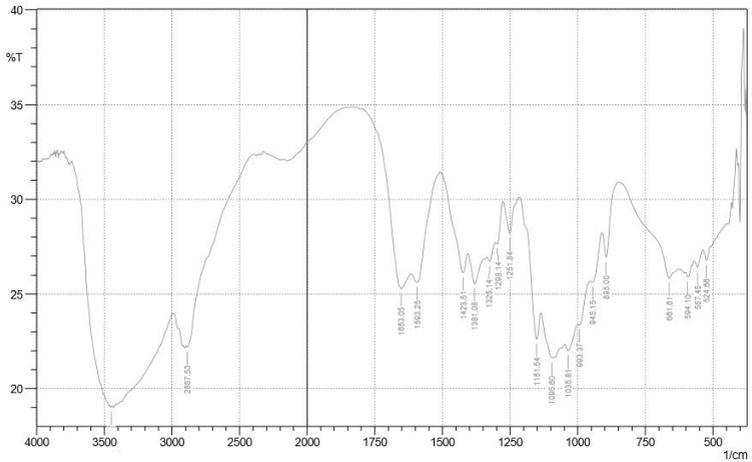
Waktu (s)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	C <sub>B</sub> (M)	P
1800	0.9986	0.2578	0.0066
3600	0.9986	0.2633	0.0067
5400	0.9985	0.2854	0.0073
7200	0.9984	0.3057	0.0078
9000	0.9983	0.3278	0.0084



Berikut ini merupakan rangkuman data permeabilitas metanol pada setiap membran pada tiap variasi konsentrasi metanol.

<b>Membran</b>	<b>Metanol (M)</b>	<b>Permeabilitas metanol (<math>\text{cm}^2\text{s}^{-1}</math>)</b>
Membran kitosan/MMT	1M	$4.2767 \times 10^{-6}$
	2M	$2.9177 \times 10^{-6}$
	3M	$2.6794 \times 10^{-6}$
	4M	$2.2607 \times 10^{-6}$
	5M	$1.8910 \times 10^{-6}$
Membran kitosan/MMT-asam stearat	1M	$1.4205 \times 10^{-6}$
	2M	$1.2902 \times 10^{-6}$
	3M	$1.1469 \times 10^{-6}$
	4M	$5.2130 \times 10^{-7}$
	5M	$2.5804 \times 10^{-7}$

## LAMPIRAN D PERHITUNGAN DERAJAT DEASETILASI KITOSAN



$$A_{3349} = \log \left( \frac{33.01}{11.96} \right)$$

$$= 0.4409$$

$$A_{1648} = \log \left( \frac{33.8}{22.61} \right)$$

$$= 0.1746$$

$$\%DD = \left( 1 - \left( \frac{0.1746}{0.4409} \times \frac{1}{1.33} \right) \right) \times 100\%$$

$$= (1 - 0.2977) \times 100\%$$

$$= 70.22\%$$

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1. Kesimpulan**

Uji *metanol uptake* dan permeabilitas metanol pada membran komposit kitosan/*montmorillonite*–asam stearat telah berhasil dilakukan. Uji *metanol uptake* dan permeabilitas metanol dilakukan dengan variasi konsentrasi metanol 1, 2, 3, 4 dan 5M. Hasil yang diperoleh telah dibandingkan dengan hasil pengujian *metanol uptake* dan permeabilitas metanol pada membran komposit kitosan/*montmorillonite*.

Melalui uji *methanol uptake* disimpulkan bahwa *methanol uptake* pada membran komposit kitosan/*montmorillonite*–asam stearat memiliki hubungan yang berbanding terbalik dengan konsentrasi metanol. Terdapat peningkatan *methanol uptake* pada membran komposit kitosan/*montmorillonite*–asam stearat bila dibandingkan dengan membran komposit kitosan/*montmorillonite* (44,14% dengan 40,81% pada konsentrasi metanol 0M).

Melalui uji permeabilitas metanol disimpulkan bahwa permeabilitas metanol membran komposit kitosan/*montmorillonite*–asam stearat memiliki hubungan yang berbanding terbalik dengan konsentrasi metanol. Permeabilitas metanol pada membran komposit kitosan/*montmorillonite*–asam stearat menurun bila dibandingkan dengan membran komposit kitosan / *montmorillonite* ( $2.5804 \times 10^{-7} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$  dengan  $1.8910 \times 10^{-6} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$  pada konsentrasi metanol 5M).

#### **5.2. Saran**

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai ketahanan termal, ketahanan fisik, dan konduktivitas proton pada membran komposit kitosan/*montmorillonite*–asam stearat.

## DAFTAR PUSTAKA

- Billmeyer, W.F. 1984. *Textbook of Polymer Science*. New York: John Wiley & Sons.
- Corti, H.R., Gonzales, E.R., 2013. *Direct Alcohol Fuel Cells: Materials, Performance, Durability and Applications*. Springer Science & Business Media.
- Doyle, M., Choi, S., Proulx, G. 2000. *High-Temperature Proton Conducting Membranes based on Perfluorinated Ionomer Membrane-Ionic Liquid Composites*. Journal of Electrochemical Source, 147, 34-37.
- Ebewele, R.O. 2000. *Polymer Science and Technology*. Department of Chemical Engineering University of Benin. New York: CRC Press.
- Ghosh, P. 2002. *Polymer Science and Technology: Plastics, Rubbers, Blends and Composites*. New Delhi: Tata McGraw-Hill Publishing Company.
- Harper, C.A. 1996. *Handbook of Plastics Elastomers and Composites, Third Edition*. New York: McGrawHill Professional Book Group.
- Hong, K., Meyers, P. 2009. *Crawfish Chitosan as A Coagulant in Recovery og Organic Compounds from Seafood Processing Streams*. Agricultural and Food .
- Laird, D.A. 1996. *Model for Crystalline Swelling of 2:1 Phyllosilicates, Clays and Clay Minerals*, 44, 553-559.
- Marganof. 2003. *Potensi Limbah Udang Sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium, Tembaga) di Perairan..*

- Mitchell, B.S. 2004. *An Introduction to Materials Engineering and Science for Chemical and Materials Engineering*. John Wiley & Sons.
- Mulder, M. 1996. *Basic Principle of Membrane Technology*.
- Ravve, A. 2012. *Principles of Polymer Chemistry 3rd Edition*. New York: Springer.
- Sarier, N., Onder, E., Ersoy, S., 2010, *The Modification of Na-montmorillonite by Salts of Fatty Acids: An Easy Intercalation Process*. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 371, 40-49. Elsevier.
- Silverstein, R.M., Bassler, G.C., Morrill, T.C., 1991, *Spectrometric Identification of Organic Compounds, 5<sup>th</sup> edition*. John Wiley and Sons, Inc.
- Spohr, E., 2005, *Proton Transport in Polymer Electrolyte Fuel Cell Membranes, in: Ionic Soft matter: Modern Trends*
- Stuart, H.B. 2002. *Polymer Analysis*. John Wiley & Sons.
- Vaghari, H., Malmiri, H.J., Berenjian, A., Anarjan, N. 2013, *A Review: Recent Advances in Application of Chitosan in Fuel Cells*. *Journal of Sustainable Chemical Process*, 1: 16.
- Wang, Y., Jiang, Z., Li, H., Yang, D. 2010. *Chitosan Membranes Filled by GPTMS-Modified Zeolite Beta Particles with Low Methanol Permeability for DMFC*. *Chemical Engineering and Processing*, 49, 278-285.

- Wu, H., Zheng, B., Zheng, X., Wang, J., Yuan, W., Jiang, Z. 2007. *Surface-modified Y Zeolite Filled Chitosan Membrane for Direct Methanol Fuel Cell*. Journal of Power Source, 173, 842-852.
- Yoonoo, C., Craig, P.D., Edward, P.L., Stuart, M.H., 2011. *Nafion® / Mordenite Composite Membranes for Improved Direct Methanol Fuel Cell Performance*. Journal of Membrane Science, 369, 367-374.
- Zaidi, S.M.J., Matsuura, T. 2009. *Polymer Membranes for Fuel Cell*. Springer.

## BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Yoga Try Kurniawan dilahirkan di Surabaya pada tanggal 9 Oktober 1994, merupakan putra ketiga dari tiga bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Kristen YSKI (1998), SD Kristen 1 YSKI (2000), SMP Kristen YSKI (2006), dan SMA Negeri 4 Surabaya (2009). Pada tahun 2012, penulis diterima di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya dengan NRP 1412100038. Penulis mengambil bidang minat kimia material dan energi dalam riset polimer di bawah bimbingan Bapak Lukman Atmaja, Ph.D. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif di Unit Kegiatan Mahasiswa IFLS tahun 2012. Penulis mempunyai motto hidup “*cogito ergo sum*”. Penulis dapat dihubungi melalui surat elektronik [yogatk038@gmail.com](mailto:yogatk038@gmail.com)