

**PREPARASI MEMBRAN KOMPOSIT ELEKTROLIT
KARBOKSIMETIL KITOSAN/ZnO/POLIVINIL ALKOHOL
UNTUK APLIKASI SEL BAHAN BAKAR (*FUEL CELLS*)**



Disusun oleh :

THITA HARYATI

M0309059

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan mendapatkan gelar
Sarjana Sains dalam bidang ilmu kimia**

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS SEBELAS MARET

SURAKART

Juli, 2013

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi
**PREPARASI MEMBRAN KOMPOSIT ELEKTROLIT KARBOKSIMETIL
KITOSAN/ ZnO /POLIVINIL ALKOHOL UNTUK APLIKASI
SEL BAHAN BAKAR (*FUEL CELLS*)**

THITA HARYATI

M0309059

Skripsi ini dibimbing oleh :

Pembimbing I

Pembimbing II

Candra Purnawan, M.Sc

NIP. 19781228/200501 1 001

Edi Pramono, M.Si

NIP. 19830918 200812 1003

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada :

Hari : Jumat

Tanggal : 19 Juli 2013

Anggota Tim Penguji :

1. Drs. Mudjijono, Ph.D
NIP. 19540418 198601 1001

2. Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si
NIP. 19730124 199903 2001

1.....

2.....

Disahkan oleh

Ketua Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret Surakarta

a.n. Sekretaris Jurusan Kimia

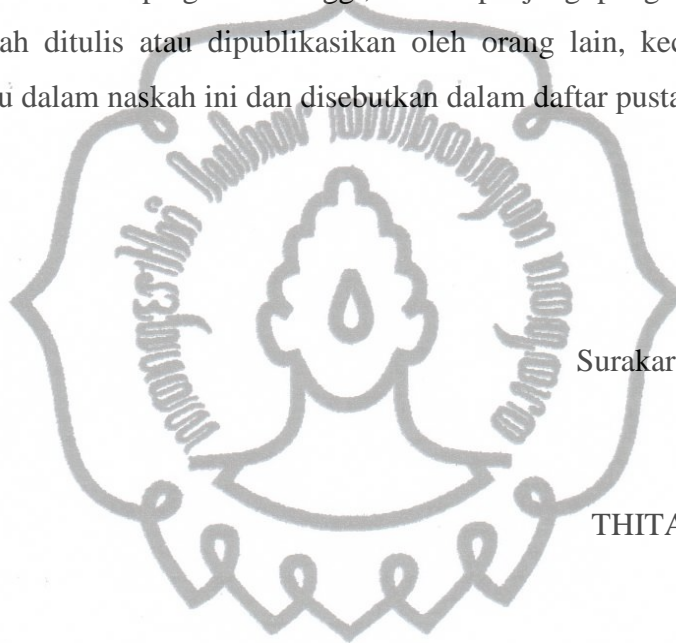


Yuniawan Hidayat, M.Si

NIP. 19790605 200501 1001

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “PREPARASI MEMBRAN KOMPOSIT ELEKTROLIT KARBOKSIMETIL KITOSAN/ZnO/POLIVINIL ALKOHOL UNTUK APLIKASI SEL BAHAN BAKAR (*FUEL CELLS*)” belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga belum pernah ditulis atau dipublikasikan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.



Surakarta, Juli 2013

THITA HARYATI

**PREPARASI MEMBRAN KOMPOSIT ELEKTROLIT KARBOKSIMETIL
KITOSAN/ZnO/POLIVINIL ALKOHOL UNTUK APLIKASI
SEL BAHAN BAKAR (*FUEL CELLS*)**

THITA HARYATI

Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Universitas Sebelas Maret

ABSTRAK

Tujuan penelitian ini adalah sintesis karboksimetil kitosan dengan variasi konsentrasi asam kloro asetat dan suhu reaksi, mempelajari pengaruhnya terhadap kapasitas tukar kation, preparasi membran komposit karboksimetil kitosan/ZnO/PVA untuk sel bahan bakar dan mempelajari faktor-faktor yang mempengaruhi derajat pengembangan dan kestabilan termal dari membran meliputi berat sebagai agen *crosslinking* dan waktu. Karboksimetil kitosan disintesis dengan mereaksikan kitosan dengan asam kloro asetat. Kapasitas tukar kation ditentukan dengan metode titrasi asam basa. Pembuatan membran menggunakan metode inversi fasa. Tahap *crosslinking* ditentukan menggunakan metode perendaman membran. Uji derajat pengembangan dilakukan dengan merendam membran dalam aquades selama 24 jam. Kestabilan termal diketahui dengan metode termogravimetri. Adanya pengaruh dari faktor konsentrasi dan suhu terhadap kapasitas tukar kation dianalisis dengan uji Anova.

Karboksimetil kitosan memiliki serapan FTIR yang kuat pada daerah $1606,70\text{ cm}^{-1}$ dan $1444,68\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus karboksil ($-\text{COO}^-$). Peningkatan konsentrasi asam kloro asetat dan suhu reaksi menurunkan kapasitas tukar kation. Karboksimetil kitosan bersifat amorf dan memiliki kestabilan termal lebih rendah dibandingkan kitosan. Adanya *crosslinking* menurunkan derajat pengembangan dan meningkatkan kestabilan termal membran. Membran komposit yang dihasilkan memiliki derajat pengembangan rendah dan kestabilan termal tinggi sehingga berpotensi sebagai membran untuk aplikasi sel bahan bakar.

Kata kunci : Derajat Pengembangan, Kapasitar Tukar Kation, Karboksimetil Kitosan, Membran Komposit, Stabilitas Termal

**PREPARATION OF COMPOSITE ELECTROLITE MEMBRANE
CARBOXYMETHYL CHITOSAN/ZnO/POLYVINYL ALCOHOL FOR
FUEL CELLS APPLICATION**

THITA HARYATI

Department of Chemistry, Faculty of Mathematic and Natural Science
Sebelas Maret University


ABSTRACT

The aims of this research were to synthesis carboxymethyl chitosan with various chloro acetic acid concentration and temperature reaction, investigate its effect on cation exchange capacity, preparation composite membranes carboxymethyl chitosan/ZnO/PVA for fuel cells and study factors which affect swelling degree and thermal stability membranes include crosslinking agent (borate) and duration. Carboxymethyl chitosan was synthesized by reaction chitosan with chloro acetic. Cation exchange capacity was determined by acid base titration. Composit membranes were prepared by phase inversion method. Crosslinking was determined using membranes immersing method. Swelling degree test had been done by immersing membranes in the water for 24 hours. Thermal stability was detected by termogravimetric method. The presence of concentration and temperature factors on cation exchange capacity was analyzed with Anova test.

Carboxymethyl chitosan has strong FTIR adsorption of carboxyl group ($-\text{COO}^-$) in $1606,70 \text{ cm}^{-1}$ dan $1444,68 \text{ cm}^{-1}$. The increasing of chloro acetic acid concentration and reaction temperature decreased cation exchange capacity. Carboxymethyl chitosan was amorf character and lower thermal stability than chitosan. Crosslinking carboxymethyl chitosan with borate decreased swelling degree and increased termal stability of composite membranes. Low swelling degree and high thermal stability of composite membranes indicated that had potential as membranes for fuel cells application.

Keyword : Carboxymethyl Chitosan, Cation Exchange Capacity, Composite Membrane, Swelling Degree, Thermal Stability

MOTTO



Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai (dari suatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain. Dan hanya kepada Tuhanmulah hendaknya kamu berharap.

(Al Insyirah: 6-8)

commit to user

PERSEMBAHAN



*Karya ini penulis persembahkan kepada:
Bapak, Ibu, Kakak dan Adik untuk semua do'a dan dukungannya.
Teman-teman jurusan Kimia angkatan 2009 atas dukungan dan semangatnya.*

commit to user

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT atas segala limpahan nikmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi. Sholawat dan salam senantiasa penulis haturkan kepada Rasulullah SAW sebagai pembimbing seluruh umat manusia. Skripsi ini tidak akan selesai tanpa adanya bantuan dari banyak pihak, karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Eddy Heraldly, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia
2. Bapak Candra Purnawan, M.Sc selaku pembimbing I sekaligus pembimbing akademik yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan ilmu yang bermanfaat.
3. Bapak Edi Pramono, M.Si selaku pembimbing II dan Ketua Laboratorium Kimia FMIPA UNS yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan ilmu.
4. Bapak dan Ibu dosen Jurusan kimia FMIPA UNS yang sabar memberikan ilmu.
5. Bapak dan Ibu yang telah memberikan kasih sayang, doa, dan semangat, kepada Erli Hartini, Naryama Aretha, dan Adi Supriyanto yang sabar dan selalu memberi semangat dan perhatian bagi penulis.
6. Tiara Diah Saputri, Lupi Lathifah dan teman-teman Kimia 2009 terimakasih atas semangat, dukungan, doa serta persahabatan yang tak ternilai harganya. Sukses untuk kalian semua.
7. Tim penelitian Kimia Material yang telah memberikan semangat, dukungan, kerja sama, cerita suka duka, serta pengalaman selama penelitian.
8. Kakak dan adik tingkat Kimia FMIPA UNS yang telah memberikan semangat, dukungan, dan doanya.
9. Semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung yang telah membantu penulis dalam penyusunan laporan ini.

Semoga Allah SWT membalas jerih payah dan pengorbanan yang telah diberikan dengan balasan yang lebih baik. Amin.

Penulis menyadari bahwa banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran untuk menyempurnakan penulisan skripsi ini. Penulis berharap semoga karya kecil ini bermanfaat bagi pembaca.

Surakarta, Juli 2013



Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
PERNYATAAN.....	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT.....	v
MOTTO	vi
PERSEMBAHAN.....	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
DAFTAR SINGKATAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Perumusan Masalah.....	4
1. Identifikasi Masalah	4
2. Batasan Masalah.....	6
3. Rumusan Masalah	6
C. Tujuan Penelitian.....	7
D. Manfaat Penelitian.....	7
BAB II LANDASAN TEORI	8
A. Tinjauan Pustaka	8
1. Sel Bahan Bakar (<i>Fuel Cells</i>).....	8
2. Membran dan Membran Polimer Elektrolit	9
3. Kitosan	11
4. Asam kloro asetat.....	14
5. Karboksimetil Kitosan	14
6. Seng Oksida (ZnO)	16

7. Polivinil Alkohol (PVA)	17
8. Natrium Borat.....	18
9. Karakterisasi Polimer dan Membran Komposit Elektrolit.....	19
B. Kerangka Pemikiran	22
C. Hipotesis	24
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	25
A. Metode Penelitian	25
B. Tempat dan Waktu Penelitian.....	25
C. Alat dan Bahan	25
D. Prosedur Penelitian	26
E. Teknik Pengumpulan dan Analisis Data.....	29
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	33
A. Sintesis dan Karakterisasi Karboksimetil Kitosan dan Karboksimetil Kitosan/ZnO	33
1. Analisis Spektroskopi Infra Merah (FTIR)	34
2. Penentuan Kapasitas Tukar Kation Karboksimetil Kitosan.....	37
3. Analisis Difraksi Sinar-X (XRD).....	41
4. Analisis Termal	42
B. Membran Komposit KMK/ZnO/PVA dan KMK/ZnO/PVA/B	46
1. Analisis Derajat Pengembangan Membran Komposit	46
2. Analisis Spektroskopi Infra Merah (FTIR)	49
3. Analisis Difraksi Sinar-X (XRD).....	51
4. Analisis Termal	52
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	59
A. Kesimpulan.....	59
B. Saran	59
DAFTAR PUSTAKA	60
LAMPIRAN	65

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Perbandingan Sifat Elektrokimia Membran NMPC/PVA dengan Nafion 117	11
Tabel 2. Serapan Gugus Fungsi Asam Kloro Asetat, Kitosan, Na-KMK, H-KMK dan KMK/ZnO	35
Tabel 3. Nilai DS dan Jumlah Gugus Karboksimetil pada Karboksimetil Kitosan dengan Penambahan Konsentrasi Asam Kloro Asetat	38
Tabel 4. Nilai DS dan Jumlah Gugus Karboksimetil pada Karboksimetil Kitosan dengan Peningkatan Suhu.....	40
Tabel 5. Data Perkiraan Suhu dan Persentase Penurunan Massa pada Kitosan dan Karboksimetil Kitosan	44
Tabel 6. Suhu Degradasi Membran Komposit KMK/ZnO/PVA/B 3:1 dengan Variasi Waktu <i>Crosslinking</i>	53
Tabel 7. Suhu Degradasi Membran Komposit KMK/ZnO/PVA/B dengan Waktu <i>Crosslinking</i> 3 jam	56
Tabel 8. Suhu Degradasi Membran Komposit KMK/ZnO/PVA/B dengan Waktu <i>Crosslinking</i> 5 jam	57

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Skema PEMFC (Lee <i>et al.</i> , 2006)	8
Gambar 2. Skema Proses Pemisahan pada Membran	9
Gambar 3. Struktur Selulosa, Kitin, dan Kitosan.....	12
Gambar 4. Ikatan Hidrogen Intramolekuler dan Intermolekuler pada Kitosan ..	13
Gambar 5. Garis Dasar untuk <i>base line</i> (a) dan <i>base line</i> (b)	13
Gambar 6. Struktur Asam Kloro Asetat.....	14
Gambar 7. Struktur Kristal ZnO Heksagonal <i>Wurtzite</i>	16
Gambar 8. Struktur Polivinil Alkohol.....	17
Gambar 9. Struktur Borat.....	18
Gambar 10. Mekanisme Reaksi Pembentukan Karboksimetil Kitosan (Patel <i>et al.</i> , 2009)	34
Gambar 11. Spektra FTIR Asam Kloro Asetat (a), Kitosan (b), Na-KMK (c), H-KMK (d), dan KMK/ZnO (e).....	35
Gambar 12. Grafik Nilai KTK Karboksimetil Kitosan dengan Penambahan Konsentrasi Asam Kloro Asetat.....	38
Gambar 13. Grafik Nilai KTK Karboksimetil Kitosan dengan Peningkatan Suhu.....	40
Gambar 14. Difraktogram Kitosan (a), Na-KMK 1:1 (b), KMK/ZnO 3:1 (c), dan JCPDS ZnO (d).....	41
Gambar 15. Termogram TGA-DTA Kitosan.....	43
Gambar 16. Termogram TGA-DTA Karboksimetil Kitosan (Na-KMK 1:1).....	43
Gambar 17. Termogram TGA-DTA KMK/ZnO 3:1	43
Gambar 18. Termogram TGA Kitosan, Na-KMK 1:1, dan KMK/ZnO 3:1	44
Gambar 19. Hasil Uji Derajat Pengembangan Membran Komposit.....	47
Gambar 20. <i>Crosslinking</i> PVA dengan Borat	48
Gambar 21. Spektra FTIR Membran Komposit KMK/PVA (a), KMK/ZnO/ PVA 1:1 (b), KMK/ZnO/PVA 2:1 (c), KMK/ZnO/PVA 3:1 (d), dan KMK/ZnO/PVA 1,5:1 (e).....	49

commit to user

- Gambar 22. Spektra FTIR Membran Komposit dengan Waktu *Crosslinking* 5 jam KMK/ZnO/PVA/B 1:1 (a), KMK/ZnO/PVA/B 1,5:1 (b), KMK/ZnO/PVA/B 2:1 (c), dan KMK/ZnO/PVA/B 3:1 (d) 50
- Gambar 23. Difraktogram Kitosan (a), Na-KMK 1:1 (b), KMK/ZnO 3:1 (c), Membran Komposit KMK/ZnO/PVA 3:1 (d), Membran Komposit KMK/ZnO/PVA 3:1 dengan *Crosslinking* Borat selama 5 jam (e) ... 52
- Gambar 24. Termogram Membran Komposit KMK/ZnO/PVA/B 3:1 dengan Waktu *Crosslinking* 1 jam (a), 3 jam (b), 5 jam (c), tanpa *crosslinking* (d)..... 53
- Gambar 25. Termogram Membran Komposit KMK/ZnO/PVA/B 1:1 (a), KMK/ZnO/PVA/B 1,5:1 (b), KMK/ZnO/PVA/B 2:1 (c), dan KMK/ZnO/PVA/B 3:1 (d) dengan Waktu *Crosslinking* 3 jam..... 55
- Gambar 26. Termogram Membran Komposit KMK/ZnO/PVA/B 1:1 (a), KMK/ZnO/PVA/B 1,5:1 (b), KMK/ZnO/PVA/B 2:1 (c), dan KMK/ZnO/PVA/B 3:1 (d) dengan Waktu *Crosslinking* 5 jam..... 57

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Sintesis Karboksimetil Kitosan	65
Lampiran 2. Pengubahan Na-KMK menjadi H-KMK.....	65
Lampiran 3. Sintesis KMK/ZnO	66
Lampiran 4. Pembuatan Membran Komposit	66
Lampiran 5. Uji Kapasitas Tukar Kation dan Derajat Substitusi.....	67
Lampiran 6. Uji Derajat Pengembangan.....	67
Lampiran 7. Penentuan Derajat Deasetilasi Kitosan.....	68
Lampiran 8. Perhitungan Persen Produk (Na-KMK).....	69
Lampiran 9. Perhitungan Kapasitas Tukar kation, Derajat Substitusi, dan Jumlah Gugus Karboksimetil pada Karboksimetil Kitosan.....	69
Lampiran 10. Perhitungan Derajat Pengembangan Membran Komposit	72
Lampiran 11. Data JCPDS ZnO.....	75

DAFTAR SINGKATAN

B	Borat
DD	Derajat Deasetilasi
DMFC	<i>Direct Methanol Fuel Cells</i>
DP	Derajat pengembangan
DS	Derajat Substitusi
DTA	<i>Differential Thermal Analysis</i> (Analisis Diferensial Termal)
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (Spektroskopi Infra Merah)
KMK	Karboksimetil Kitosan
KTK	Kapasitas Tukar Kation
PEMFC	<i>Proton Exchange Membrane Fuel Cells</i>
PVA	Polivinil Alkohol
TGA	<i>Thermogravimetric Analysis</i> (Analisis Termogravimetri)
XRD	<i>X-ray Diffraction</i> (Difraksi Sinar-X)
ZnO	Seng Oksida