

PROSIDING SEMNAS LPPM UNSOED

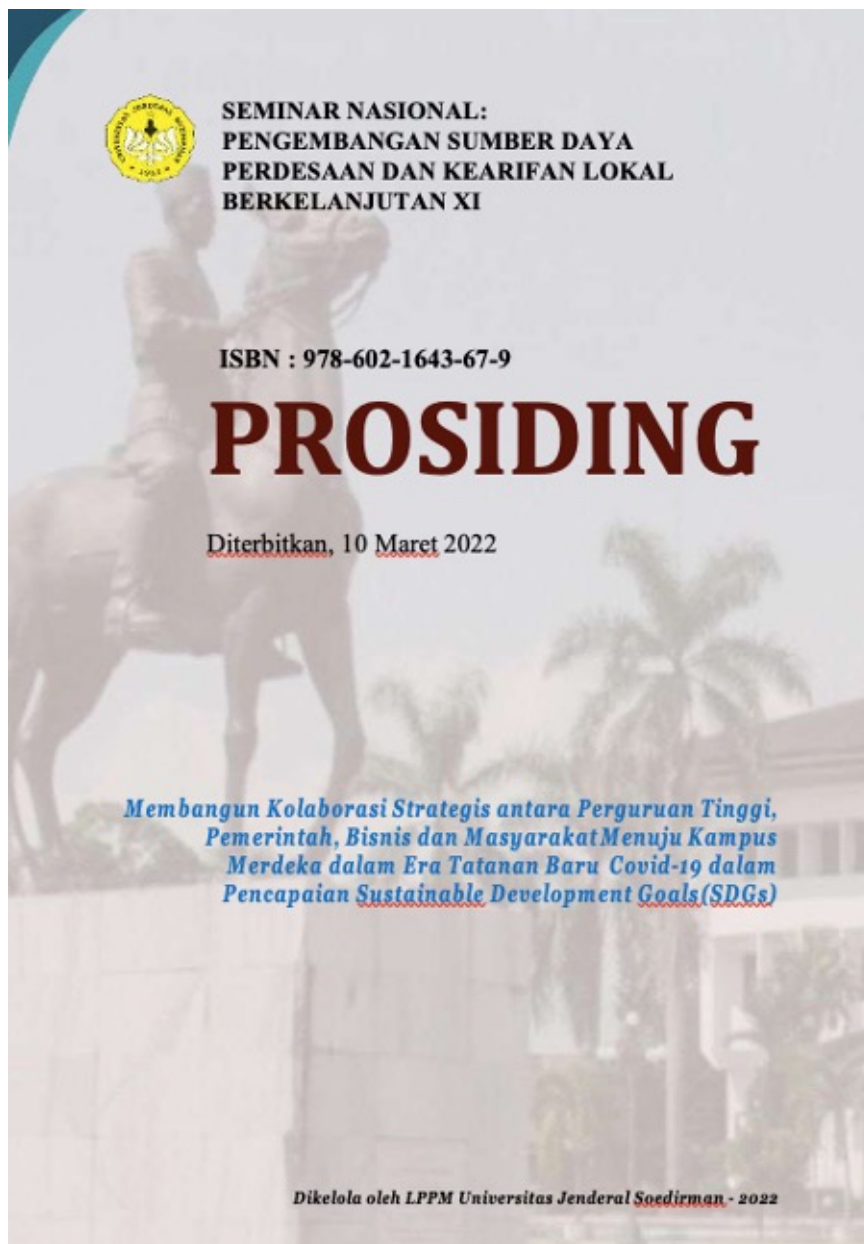
HOME ABOUT LOGIN REGISTER CATEGORIES SEARCH
CURRENT ARCHIVES ANNOUNCEMENTS

Home > Archives > Vol 11 (2022)

Vol 11 (2022)

PROSIDING SEMINAR NASIONAL 2022

TABLE OF CONTENTS



ISSN: 2985-9042

USER

Username

Password

☐ Remember me

[Login](#)

INFORMATION

- [For Authors](#)

JOURNAL CONTENT

Search

Search Scope

All

[Search](#)

Browse

- [By Issue](#)
- [By Author](#)
- [By Title](#)
- [Other Journals](#)
- [Categories](#)

CURRENT ISSUE

ATOM	1.0
RSS	2.0
RSS	1.0

PUBLISHED BY: LPPM
UNSOED





PROSIDING SEMNAS LPPM UNSOED

[HOME](#) [ABOUT](#) [LOGIN](#) [REGISTER](#) [CATEGORIES](#) [SEARCH](#)
[CURRENT](#) [ARCHIVES](#) [ANNOUNCEMENTS](#)

Home > About the Journal > **Editorial Team**

Editorial Team

Editor

Dr. Wita Ramadhanti, Jenderal Soedirman University, Indonesia

Nur Aini, Indonesia

Nur Wijayanti

Dr Sri Maryani, Universitas Jenderal Soedirman

Supriyanto Supriyanto

ISSN: 2985-9042

USER

Username

Password

☐ Remember me

[Login](#)

INFORMATION

- [For Authors](#)

JOURNAL CONTENT

Search

Search Scope

All

[Search](#)

Browse

- [By Issue](#)
- [By Author](#)
- [By Title](#)
- [Other Journals](#)
- [Categories](#)

PUBLISHED BY: LPPM
UNSOED



Copyright © 2014 | **LPPM** | Press: Dr. Soeparno Karangwangkal Kode Pos: 53122
Voice: (0281) 638745 | Fax: (0281) 638745 | Email: lppm@unsoed.ac.id
Universitas Jenderal Soedirman | Purwokerto | Jawa Tengah



Tema: 4 (Energi Baru dan Terbarukan)"

**KAJIAN HASIL PENGUJIAN X-RAY DIFFRACTION (XRD) MEMBRAN
POLIMER KITOSAN/PEG4000/LiCF₃SO₃**

Kartika Sari^{1,*} , Sunardi¹⁾, Wihantoro¹⁾

¹⁾Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Jenderal Soedirman Purwokerto 53123

^{)}email: kartika.sari@unsoed.ac.id*

ABSTRAK

Sintesis dan pengujian membran polimer elektrolit padat kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ dilakukan bertujuan untuk menentukan ukuran kristalin dan jenis struktur menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Pembuatan membran polimer elektrolit kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ dilakukan dengan metode *solution casting*. Sampel yang digunakan dalam pengujian XRD adalah membran polimer elektrolit kitosan, kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃. Pengujian XRD menunjukkan ukuran kristalin untuk membran polimer elektrolit kitosan, kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ mengalami pergeseran sudut 2θ dan membentuk fase semikristalin. Peningkatan puncak intensitas terjadi setelah kitosan ditambah dengan PEG4000 dan plastizer LiCF₃SO₃. Ukuran kristalin yang diperoleh untuk membran polimer elektrolit kitosan, kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ sebesar 4,002 nm; 2,474 nm dan 4,183 nm. Sedangkan, jenis struktur yang dihasilkan oleh membran polimer elektrolit kitosan, kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ adalah fase semikristalin. Hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa membran polimer kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ dapat digunakan sebagai alternatif polimer elektrolit padat baterai sekunder.

Kata kunci: fase, ukuran kristalin, kitosan, PEG4000, LiCF₃SO₃.

ABSTRACT

Synthesis and characterization of chitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ solid electrolyte polymer membrane was carried out in order to determine the crystalline size and type of structure using X-Ray Diffraction (XRD). The fabrication of chitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ electrolyte polymer membrane was carried out by the solution casting method. The samples used in the XRD test were chitosan, chitosan/PEG4000 and chitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ electrolyte polymer membranes. XRD test showed that the crystalline size of the chitosan, chitosan/PEG4000 and chitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ electrolyte polymer membranes experienced a 2 angle shift and formed a semicrystalline phase. The peak intensity increase occurred after chitosan was added with PEG4000 and LiCF₃SO₃ plasticizer. The crystalline size obtained for chitosan, chitosan/PEG4000 and chitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ electrolyte polymer membranes are 4,002 nm; 2,474 nm and 4,183 nm, respectively. Meanwhile, the type of structure produced by the chitosan, chitosan/PEG4000 and chitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ electrolyte polymer membranes is a semicrystalline phase. The XRD test results show that the chitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ polymer membrane can be used as an alternative solid electrolyte polymer secondary batteries.

Keywords: chitosan, PEG4000, LiCF₃SO₃, membrane, crystalline size

PENDAHULUAN



Kitosan adalah salah satu biopolimer organik hasil deasetilasi kitin yang merupakan polimerisasi rantai glukosamin (2-amino-2-deoksi- β -(1-4)-D-Glukosa) dan memiliki rumus molekul $[C_6H_{11}NO_4]_n$ dengan berat molekul $2,5 \times 10^5$ Dalton. Kitosan memiliki sifat non-toksik, biodegradable dan hidrofilik. Kitosan terdiri dari gugus fungsi amina dan hidroksil (Abdullah dkk., 2017; Kartika dkk., 2020). Sintesis kitosan diperoleh dari cangkang hewan seperti udang, kepiting dan lobster (Kartika dkk., 2018). Kitosan berbentuk serbuk berwarna putih kekuningan, tidak berbau dan tidak berasa. Kitosan semakin menarik dikembangkan karena keberadaan gugus aminanya, sehingga kitosan dapat larut dalam asam yang dapat digunakan untuk pembuatan membran ataupun serat (Zhang dkk., 2014; Rochima dkk., 2016). Kemudian, ukuran partikel kitosan juga dapat dibuat nano dan luas permukaannya kecil sehingga mudah untuk dimodifikasi dengan material kimia lainnya (Liu dkk., 2011; Zhan dkk., 2014; Ker dkk., 2000).

Material kimia digunakan untuk modifikasi kitosan dalam penelitian ini adalah PEG (Polietilen Glikol). PEG4000 berbentuk serbuk, memiliki sifat dapat larut dalam air dan methanol (hidrofilik) (Barchuk, 2016). Fungsi PEG4000 untuk mengontrol ukuran dan struktur pori membran. PEG4000 merupakan polimer dari etilen oksida yang memiliki perbedaan pada massa molekulnya (Datta, 2007). PEG4000 juga dapat menghantarkan ion pada suhu kamar (Mulder, 1996). Kitosan dan PEG4000 disintesis menjadi membran polimer padat. Membran merupakan daerah tipis antara dua fase yang memiliki lintasan tertentu sehingga memungkinkan fase atau komponen tertentu menembus lebih cepat dibandingkan dengan fase atau komponen lainnya di bawah pengaruh gaya penggerak (*driving force*) (Shukur dkk., 2013). Untuk meningkatkan kegunaan membran kitosan/PEG4000 maka digunakanlah garam Lithium Triflat ($LiCF_3SO_3$) sebagai surfaktan.

Sintesis membran polimer yang dilakukan dalam penelitian ini adalah dengan mencampurkan kitosan dengan PEG4000 dan $LiCF_3SO_3$ yang bertujuan untuk meningkatkan sifat listrik dari membran polimer elektrolit padat untuk aplikasi baterai sekunder. Membran polimer elektrolit padat yang dihasilkan kemudian dilakukan pengujian menggunakan alat uji *X-Ray Diffraction* (XRD). Hasil uji XRD akan dikaji ukuran kristalin dan parameter kisi dari membran elektrolit.

METODE PENELITIAN

Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Universitas Jenderal Soedirman dan Laboratorium Kimia Organik Universitas Gadjah Mada dari bulan April sampai Agustus 2021. Penelitian yang dilakukan terdiri dari 3 tahapan yaitu preparasi larutan kitosan, larutan kitosan/PEG4000 dan larutan kitosan/PEG4000/ $LiCF_3SO_3$.

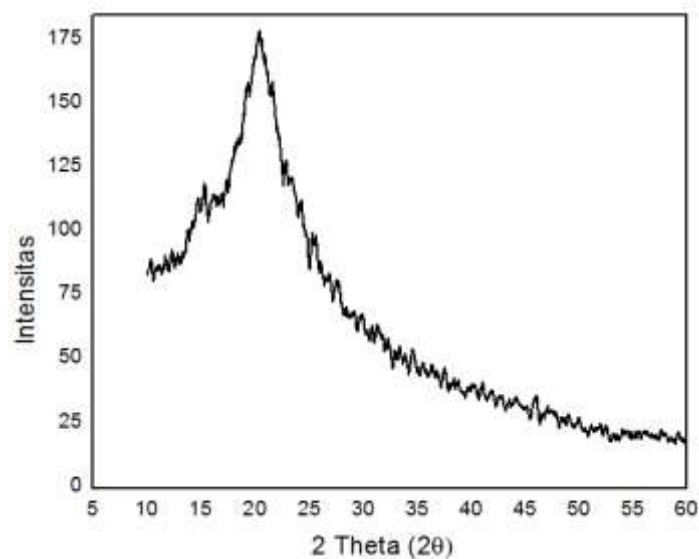
Pembuatan larutan kitosan dengan menimbang kitosan sebanyak 1 gram kemudian kitosan dituangkan ke dalam gelas ukur yang berisi larutan asam asetat sebanyak 100 ml kemudian diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer dengan variasi kecepatan dan suhu tertentu selama 15 menit hingga homogen. Setelah itu, PEG4000 dan $LiCF_3SO_3$ ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan kitosan 1% sambil distirrer sampai habis selama 1 jam hingga larutan kitosan/PEG4000/ $LiCF_3SO_3$ homogen. Kemudian, larutan kitosan/PEG 4000/ $LiCF_3SO_3$ dicetak ke dalam cawan petri dan dikeringkan pada suhu $60^\circ C$ selama 2 hari menggunakan *dried box*. Membran kitosan/PEG 4000/ $LiCF_3SO_3$ yang sudah kering dan siap dilakukan pengujian menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD).

HASIL DAN PEMBAHASAN

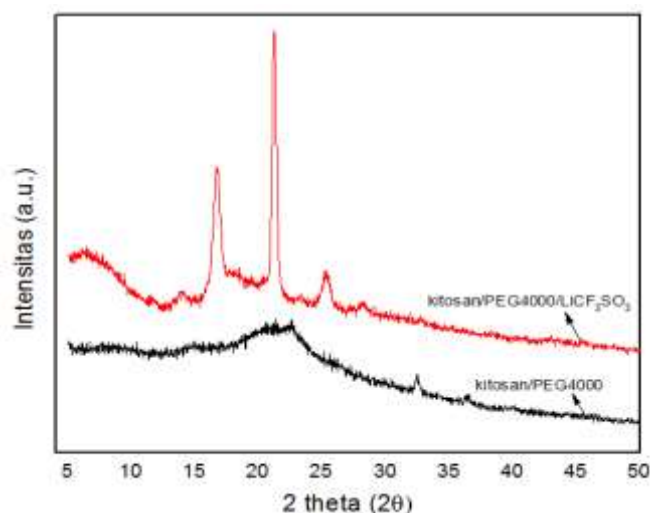


Ukuran kristalin membran polimer elektrolit padat kitosan, kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃

Hasil pola difraksi XRD untuk membran kitosan, kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ pada Gambar 1 (a) dan 2(b). Gambar 1(a) dan (b) menunjukkan terjadi pergeseran pola difraksi dan peningkatan intensitas antara membran kitosan dengan membran kitosan/PEG4000 maupun membran kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃.



(a)



(b)

Gambar 1. Pola XRD Membran kitosan (a) dan Membran kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃

Gambar 1(a) menunjukkan pola difraksi membran polimer kitosan. Puncak tertinggi membran polimer kitosan berada di sudut, $2\theta = 21,45^\circ$ dan membentuk fase semikristalin.



Sedangkan, Gambar 1(b) menunjukkan membran polimer kitosan/PEG4000 yang mengalami penurunan intensitas dan terjadi pelebaran puncak pada sudut $23,45^\circ$, sehingga membentuk fase amorf. Membran kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ terbentuk dua puncak tajam di sekitar sudut $2\theta = 17,65^\circ$ dan $23,54^\circ$. Pergeseran pola difraksi terjadi akibatnya interaksi antara molekul kitosan dengan PEG4000 dan garam Li⁺ yang terkandung dalam LiCF₃SO₃ yang menyebabkan perubahan struktur fase membran polimer tersebut dari fase amorf ke fase semi kristalin. Perubahan fase tersebut ditunjukkan dengan terjadinya peningkatan nilai intensitas pada membran kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃.

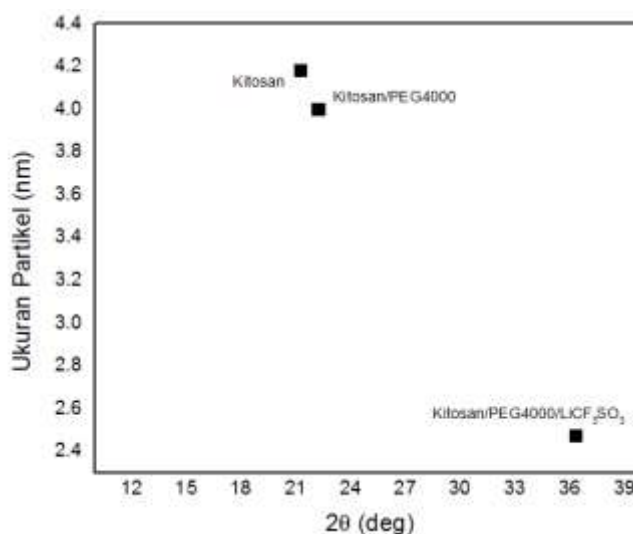
Ukuran kristalin dari membran kitosan, kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ ditentukan menggunakan persamaan Scherrer yaitu :

$$d = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta}$$

Dengan d adalah ukuran kristalin (nm). k adalah konstanta scherrer ($= 0,89 - 0,9$). λ adalah panjang gelombang sinar-X ($= 1,54$ nm) dan β adalah lebar setengah puncak (FWHM) (rad). Hasil pengukuran ukuran kristalin untuk membran kitosan, membran kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ ditunjukkan Tabel 1.

Tabel 1. Ukuran Kristalin Membran Polimer Kitosan, Kitosan/PEG4000 dan Kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃

Membran	2θ (deg)	FWHM	d (nm)
Kitosan	22,213	0,945	4,002
Kitosan/PEG4000	36,310	0,307	2,474
kitosan/PEG4000/LiCF ₃ SO ₃	21,239	0,384	4,183



Gambar 2. Hubungan antara 2θ dengan ukuran partikel

Ukuran kristalin terbesar yaitu sampel membran kitosan/PEG4000/LiCF₃SO₃ sebesar 4,183 nm dan terkecil pada sampel membran kitosan/PEG4000 sebesar 2,474 nm. Ukuran kristalin merupakan ukuran partikel yang memiliki efek pada struktur suatu kristal. Perubahan



ukuran kristalin memberikan gambaran adanya ketidakmurnian atau cacat kisi pada struktur kristal. Peningkatan ukuran kristalin menunjukkan terjadinya interaksi antara ion Li^+ dengan kation kitosan/PEG4000 sehingga terjadi tarik menarik dan membentuk gabungan antar partikel.

KESIMPULAN

Hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa hasil pengujian XRD untuk membran kitosan, kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/ LiCF_3SO_3 adalah :

1. Ukuran kristalin untuk membran kitosan, kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/ LiCF_3SO_3 sebesar 4,002 nm; 2,474 nm dan 4,183 nm.
2. Membran kitosan, kitosan/PEG4000 dan kitosan/PEG4000/ LiCF_3SO_3 menghasilkan membran lebih fleksibel dan tidak bersifat higroskopis.
3. Membran kitosan/PEG4000/ LiCF_3SO_3 dapat digunakan sebagai bahan alternatif membran polimer elektrolit padat baterai sekunder.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kementrian Ristek/BRIN melalui Universitas Jenderal Soedirman melalui pendanaan BLU Skim Riset Peningkatan Kompetensi Tahun 2021.

DAFTAR PUSTAKA

- A. Badawi, E. M. Ahmed, N. Y. Mostafa, F. Abdel-Wahab, dan S. E. Alomairy. "Enhancement of the optical and mechanical properties of chitosan using Fe_2O_3 nanoparticles," J. Mater. Sci. Mater. Electron. 28 (2017) 10877–10884.
- A. Datta. "Characterization of Polyethylene Glycol Hydrogels for Biomedical Applications", (2007) 11-13.
- E, Rochima, Azhary, S.Y., Prata, R.I., Panatarani, C., dan Joni, I.M. "Preparation and characterization of nano chitosan from crab shell waste by beads milling method", International conference on Food Science and Engineering. 193 (2016) 1-6.
- M. Barchuk. "Structure and surface properties of chitosan/PEO/gelatin nanofibrous membrane", J. Polym. Res. 23 (2016) 1–7.
- M. Mulder. "Basic Principles of Membran Technology", Netherlands: Khewer Academic Publisher. (1996).
- MF., Shukur, Ithnin. R., dan Kadir. MFZ. "Proton Conducting polymer electrolyte based on plasticitized chitosan/PEO blend and application in electrochemical devices", Optical Materials. 35 (2013) 1834-1841.
- O. G. Abdullah, R. R. Hanna dan Y. A. K. Salman. "Structural, optical, and electrical characterization of chitosan: methylcellulose polymer blends based film", J. Mater. Sci. Mater. Electron. 28 (2017) 10283–10294.



Prosiding Seminar Nasional dan Call for Papers

"Pengembangan Sumber Daya Perdesaan dan Kearifan Lokal Berkelanjutan XI"

12-14 Oktober 2021

Purwokerto

ISBN 978-602-1643-67-9

- S. Kartika, BSU.Agung, A. Kamsul, Roto, K. Evvy, Y. Evi, dan E. Suharyadi. "Effect of Milling Time on the Microstructure and Dielectric Properties of Chitosan Nanopowder", *International Journal of Nanoelectronic and Materials*. 13 (2020) 1-8.
- S. Kartika, E. Suharyadi, Roto, dan A. Kamsul. "Microstructures and Functional Group Properties of Nano-Sized Chitosan Prepared by Ball Milling", *Material Science Forum*. 948 (2018) 192-197.
- T.Y., Liu, Ma, Y., Yu, S.F., Shi, J., dan Xue, S. "The effect of ball milling treatment on structure and porosity of maize starch granule", *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 12 (2011) 586-593.
- W.L., Ker, Ward, SDW., McWatters, KH., dan Resurreccion, AVA. "Effect of milling and particle size on functionality and physicochemical properties of cowpea flour", *American Association of Cereal Chemists Inc. Publication*, 77 (2000) 213-219.
- W. Zhang, J. Zhang, dan W. Xia, "Effect of ball-milling treatment on physicochemical and structural properties of chitosan", *Int. J. Food Prop.* 17 (2014) 26–37.
- W., Zhan, Zhang, J., dan Xia, W. "Effect of ball milling treatment on physicochemical and structural properties of chitosan". *International Journal of Food Properties*. 17 (2014) 26-37.