

## SIFAT OPTIK DAN PERMITIVITAS LISTRIK MEMBRAN POLIMER PADAT KITOSAN/PEO

Kartika Sari<sup>1\*</sup>, Sunardi<sup>2</sup>, Agung Bambang Setio Utomo<sup>3</sup>, Parmin Lumban Toruan<sup>4</sup>, Evi Yulianti<sup>5</sup>, Mashadi<sup>6</sup>

<sup>\*</sup>)Email : [Kartika.sari@unsoed.ac.id](mailto:Kartika.sari@unsoed.ac.id)

<sup>1)</sup>*Jurusan Fisika FMIPA Universitas Jenderal Soedirman Purwoketo53123*

<sup>2)</sup>*Departemen Fisika FMIPA Universitas Gadjah Mada Yogyakarta55281*

<sup>3)</sup>*Jurusan Fisika FST Universitas PGRI Palembang 30252*

<sup>4)</sup>*PSTBM Badan Tenaga Atom Nasional Serpong Indonesia15314*

### ABSTRACT

Synthesis and characterization of the chitosan/PEO solid polymer membranes were carried out to determine the morphological structure, crystal structure and functional groups. Synthesis of the chitosan/PEO solid polymer membrane was carried out by solution casting method. Characterization was performed using the FTIR (Fourier Transform Infra Red), XRD (X-ray Diffraction), SEM (Scanning Electron Microscopy) and EIS (Electrochemical Impedance Spectroscopy). The FTIR results showed that the chitosan/PEO solid polymer membrane interacted with the –OH and C-H functional groups at wave numbers 1500 - 945  $\text{cm}^{-1}$  and formed a bending bond between functional groups of the C-C and –NH<sub>3</sub>. The SEM results showed that the homogeneous agglomeration was formed on the membrane surface due to the addition of PEO powder. This causes the formation of bonds between atoms to unstable. The XRD results obtained that the chitosan/PEO solid polymer membrane pattern tended to have a semicrystalline structure. The graph of the EIS results shows the electric permittivity does not form a semicircular arc. There was no grain response on the chitosan / PEO solid polymer membrane. The results of SEM, XRD, FTIR and EIS characterization show that chitosan /PEO solid polymer membranes can be used as an alternative to solid polymer electrolytes.

**Keywords:** optical properties, electric permittivity, chitosan/PEO, membrane, polymer.

### ABSTRAK

Sintesis dan karakterisasi membran polimer padat kitosan/PEO dilakukan bertujuan untuk menentukan struktur morfologi, struktur kristal dan gugus fungsi yang dihasilkan dari membran kitosan/PEO. Sintesis membran polimer padat Kitosan/PEO dilakukan dengan metode *solution casting*. Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), XRD (*X-ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Hasil FTIR menunjukkan bahwa membran polimer padat kitosan/PEO terjadi interaksi gugus fungsi –OH dan C-H pada bilangan gelombang 1500 – 945  $\text{cm}^{-1}$  dan terbentuk ikatan bending antara gugus fungsi C-C dan –NH<sub>3</sub>. Hasil SEM menunjukkan terbentuk agglomerasi homogen pada permukaan membran akibat adanya penambahan serbuk PEO. Hal ini menyebabkan terbentuknya ikatan antar atom semakin renggang/tidak stabil. Hasil XRD diperoleh pola difraksi membran polimer padat kitosan/PEO cenderung memiliki struktur semikristalin. Pengujian permitivitas listrik menggunakan EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*). Grafik hasil EIS menunjukkan permitivitas listrik tidak terbentuk busur setengah

lingkaran. Dari hasil karakterisasi SEM, XRD, FTIR dan EIS menunjukkan bahwa membran polimer padat kitosan/PEO dapat digunakan sebagai alternatif polimer elektrolit padat.

**Kata Kunci:** sifat optik, permitivitas listrik, kitosan/PEO, membran, polimer.

## PENDAHULUAN

Penggunaan biopolimer organik giat dikembangkan untuk penelitian bidang energi. Salah satu biopolimer yang banyak digunakan adalah kitosan [ $C_6H_{11}NO_4$ ]<sub>6</sub>. Secara umum, sifat kitosan memiliki sifat tidak beracun, mudah terurai di alam, biokompatibel dan hidrofilik (Nabok dkk., 2000; Lin dkk., 2015; Kartika dkk., 2020). Kitosan memiliki gugus fungsi amina dan hidroksil yang mudah untuk dimodifikasikan dengan material kimia lainnya (Abdullah dkk., 2009; Kartika dkk., 2020; Arof dkk., 1999). Modifikasi dengan material kimia yang banyak digunakan adalah Polietilen Oksida (PEO) dan Polietilen Glikol (PEG4000) (Shukur dkk., 2013; Das dkk., 2015).

Polietilen Oksida (PEO) dan Polietilen Glikol (PEG4000) memiliki sifat dapat larut dalam air dan methanol, hidrofilik, dan berbentuk serbuk putih. Polietilen Oksida merupakan polimer dari etilen oksida yang memiliki massa molekul kurang dari 100 dan dapat berfungsi sebagai kontrol ukuran dan struktur pori membran (Shukur dkk., 2011; Sreekanth dkk., 2014). Sedangkan PEG4000 memiliki massa molekul lebih dari 100 (Datta, 2007).

Membran merupakan lapisan tipis antara dua fase yang memiliki lintasan tertentu yang dapat menembus lebih cepat di bawah pengaruh gaya peggerak (driving force) (Wan dkk., 2003; Zhao dkk., 2010; Dey dkk., 2015). Penelitian tentang membran kitosan/PEO yang sudah dilakukan menghasilkan terbentuknya gugus fungsi baru pada panjang gelombang  $3500\text{ cm}^{-1}$ , lebih fleksibel dan tidak bersifat higroskopis (Liang dkk., 2016; Kartika dkk., 2020). Terjadi

pergeseran intensitas lebih tinggi pada membran kitosan/LiOH (Diana EK, 2018). Penelitian tentang membran polimer kitosan/PVA menunjukkan bahwa membran tersebut dapat menghasilkan konduktivitas pada suhu transisi (Putri dan Maddu, 2011; Zhang dkk., 2016). Sintesis membran kitosan/PEO yang dilakukan oleh Neto dkk. (2008), Ramesh dkk. (2008), Dey dkk. (2011) menyatakan bahwa terbentuknya membran bergantung dengan kecepatan dan suhu stirrer. Dari penelitian-penelitian tersebut belum ada yang meneliti tentang impedansi dan konduktivitas membran polimer padat kitosan/PEO.

Sintesis membran polimer padat kitosan/PEO yang dilakukan bertujuan untuk menentukan sifat optik dan permitivitas listrik meliputi impedansi resistif, impedansi kapasitif dan konduktivitas dengan metode *solution casting*. Hasil pengujian diharapkan dapat memberikan informasi awal untuk pembuatan membran polimer elektrolit padat baterai sekunder.

## BAHAN DAN METODE

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kitosan, asam asetat (Merck), Polietilen Oksida (PEO) (Sigma-Aldrich). Sedangkan alat yang digunakan adalah neraca Ohaus Galaxy TM 160, hot plate stirrer Thermo scientific model Cimarec 2, mikrometer skrup, desikator vacuum 200 mm Vitlab, cawan petri dan gelas ukur.

## Prosedur penelitian

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 selama 30 menit hingga larutan homogen. Tambahkan sedikit demi sedikit larutan PEO ke dalam larutan kitosan 1% sambil distirrer selama 1 jam hingga larutan kitosan/PEO homogen. Larutan kitosan/PEO dicetak ke dalam cawan petri dan dikeringkan pada suhu 60 °C selama 2 hari menggunakan dried box. Membran yang sudah kering dan siap dilakukan pengujian.

## Karakterisasi membran polimer padat kitosan/PEO

Citra struktur morfologi membran polimer padat kitosan/PEO menggunakan SEM tipe JEOL, JSM-6510LA dengan pembesaran 1000x. Sampel dilapisi dengan emas menggunakan arus listrik,  $I = 60$  mA selama 100 detik.

Spektra FTIR membran polimer padat kitosan/PEO diperoleh menggunakan Shimadzu tipe 8201 PC FTIR spektrofotometer dan direkam dengan resolusi 1  $\text{cm}^{-1}$ , rentang bilangan gelombang dari 400 hingga 4000  $\text{cm}^{-1}$  untuk menentukan gugus fungsi.

Pola difraksi menggunakan XRD type Shimadzu, R6000 dengan sumber tabung  $\text{CuK}\alpha$  dengan panjang gelombang 1,54 , sudut  $2\theta$  sebesar  $20^\circ - 90^\circ$  dan kecepatan scan  $5^\circ/\text{menit}$ .

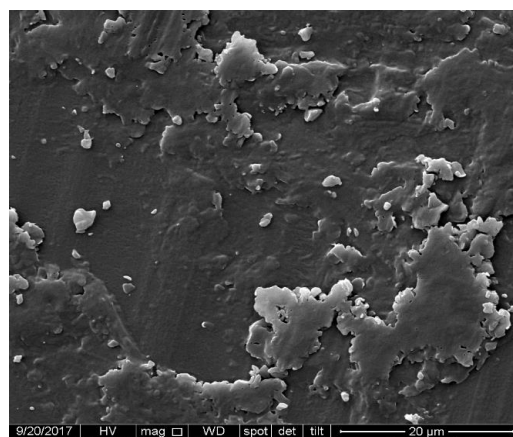
Permittivitas listrik membran polimer padat kitosan/PEO diukur menggunakan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) dari Hioki LCR-meter tipe HiTESTER 3532-50 pada tegangan 1,5 V dengan frekuensi 40 Hz – 5 MHz. Ukuran membran yang digunakan adalah 1 cm x 0,5 cm. Bentuk membran berupa pellet dan dilapisi dengan larutan perak yang bertujuan agar pellet bersifat lebih

konduktif. Prosedur ini dilakukan untuk mendapatkan kualitas gambar yang lebih baik.

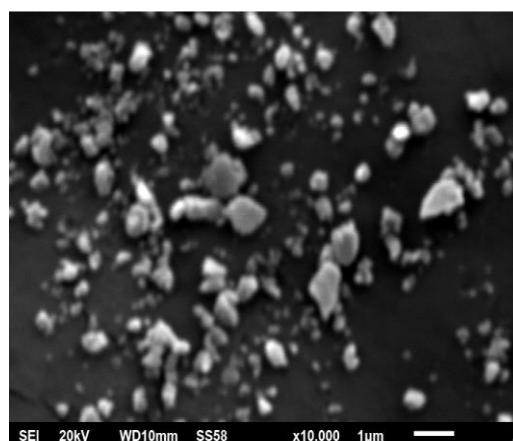
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### a. Hasil uji SEM membran polimer padat kitosan dan kitosan/PEO

Hasil citra SEM membran polimer padat kitosan dan kitosan/PEO seperti Gambar 1 dan Gambar 2. Struktur morfologi permukaan membran polimer padat kitosan dan kitosan/PEO menunjukkan terjadi distribusi butiran molekul homogen dan agglomerasi antara molekul-molekul penyusun kitosan dengan PEO serta cenderung berpori. Membran yang memiliki sifat tersebut dapat digunakan sebagai elektrolit padat.



Gambar 1. Citra SEM membran polimer padat kitosan



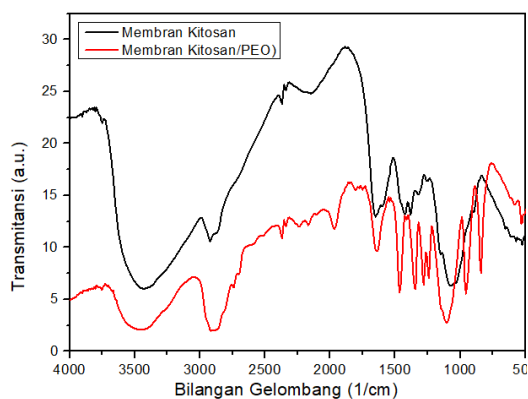
Gambar 2. Citra SEM membran polimer padat kitosan/PEO

Agglomerasi dan membran cenderung berpori terjadi disebabkan masuknya ion –  $\text{NH}_3$  ke dalam pori-pori membran. Kontak antar partikel tersebut akan menyebabkan membran lebih fleksibel, stabil ukuran, dimensi dan memiliki kation atau anion bebas bergerak yang berfungsi sebagai pembawa muatan serta tidak bersifat higroskopis.

Membran yang dihasilkan lebih tipis, tidak kaku dan tidak akan berubah bentuk serta tidak mudah menyerap air. Ukuran butiran penyusun membran kitosan adalah 15,1 nm dan kitosan/PEO adalah 11,30 nm.

### b. Hasil uji FTIR membran polimer padat kitosan dan kitosan/PEO

Hasil FTIR membran polimer padat kitosan dan kitosan/PEO dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil FTIR membran polimer padat kitosan dan kitosan/PEO

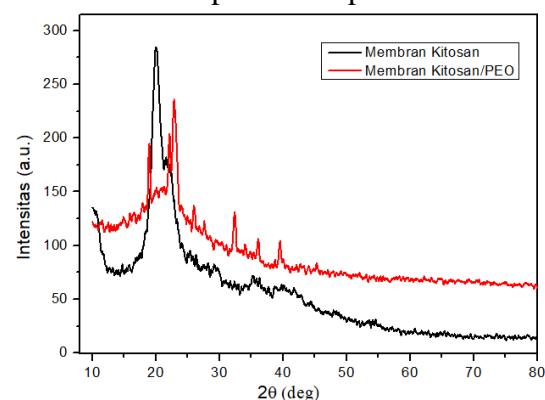
Gambar 3 menunjukkan membran polimer padat kitosan terjadi daerah serapan pada bilangan gelombang 2000 – 1000  $\text{cm}^{-1}$ . Daerah serapan juga terjadi pada bilangan gelombang 1701  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan gugus fungsi C=O asimetri dan pada 1430  $\text{cm}^{-1}$  terjadi gugus fungsi C=O simetri kitosan. Daerah bilangan gelombang 2301  $\text{cm}^{-1}$  terbentuk gugus fungsi C-OH vibrasi bending. Daerah bilangan gelombang 1651 – 600  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fungsi C=O,

sedangkan daerah bilangan gelombang 3000 - 2500  $\text{cm}^{-1}$  terbentuk gugus C-H vibrasi bending. Puncak 3500  $\text{cm}^{-1}$  membentuk gugus fungsi O-H bending.

Hasil FTIR untuk membran polimer padat kitosan/PEO menunjukkan gugus fungsi C-H terjadi vibrasi stretching pada bilangan gelombang 2924  $\text{cm}^{-1}$  dan pada bilangan gelombang 2237  $\text{cm}^{-1}$  terjadi vibrasi C-H bending. Untuk daerah gelombang 1636  $\text{cm}^{-1}$  terbentuk gugus fungsi C=O disebabkan oleh berkurangnya intensitas vibrasi absorpsi. Sedangkan daerah gelombang 1096  $\text{cm}^{-1}$  terbentuk gugus fungsi C-O dan  $\text{NH}_3$ . Daerah gelombang 964 – 841  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fungsi C-O-C dan 602 – 478  $\text{cm}^{-1}$  merupakan gugus fungsi C-C dengan vibrasi bending. Terbentuk gugus fungsi tersebut karena intensitas gelombang semakin melemah.

### c. Hasil uji XRD membran polimer padat kitosan dan kitosan/PEO

Pola difraksi membran kitosan dan kitosan/PEO dapat dilihat pada Gambar 4.



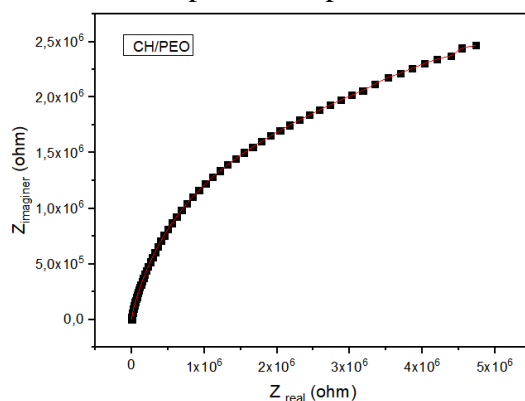
Gambar 4. Pola difraksi XRD membran polimer padat kitosan dan kitosan/PEO

Pola difraksi membran polimer padat kitosan menunjukkan membran cenderung memiliki struktur kristalin dan puncaknya berada di posisi 10,6° dan 19,9° dengan bidang kristal 001 dan 002. Sedangkan membran polimer padat kitosan/PEO, posisi puncaknya berada di 22,3° dan 32,4° dengan bidang kristal 101

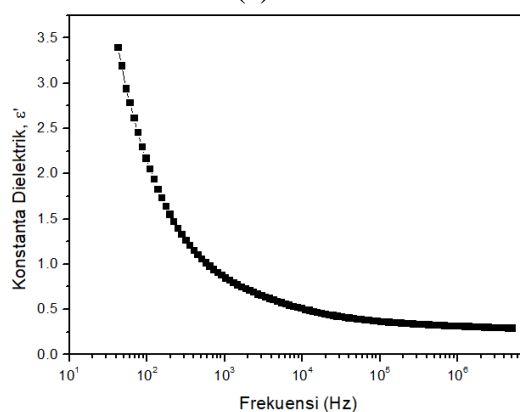
dan 100 serta bersifat kristalin. Pola difraksi yang dihasilkan menunjukkan bahwa membran polimer padat kitosan/PEO dapat digunakan sebagai membran elektrolit padat apabila didoping dengan garam lithium.

**d. Grafik spektrum permitivitas listrik membran polimer padat kitosan dan kitosan/PEO**

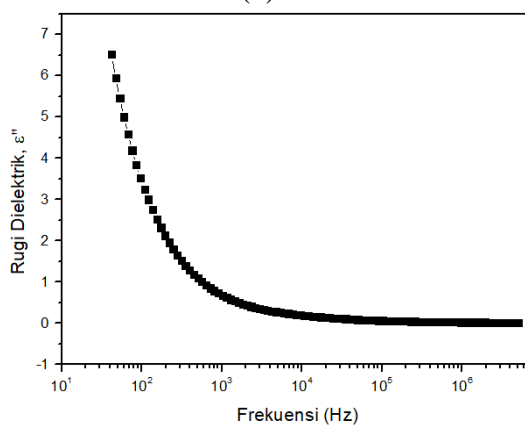
Pola difraksi membran kitosan dan kitosan/PEO dapat dilihat pada Gambar 5.



(a)



(b)



(c)

Gambar 5(a). Grafik spektrum impedansi untuk membran polimer padat kitosan/PEO,  $R_{ct} = 0$  ohm dan  $\omega = 0$  Hz. (b). Konstanta dielektrik membran polimer padat kitosan/PEO, (c). Rugi dielektrik membran polimer padat kitosan/PEO

Gambar 5(a) merupakan grafik hasil Nyquist membran polimer padat kitosan. Grafik Nyquist tidak berbentuk busur setengah lingkaran disebabkan tidak terjadinya respon butir pada membran tersebut. Gambar 5(b) dan (c) merupakan grafik permitivitas listrik terdiri dari konstanta dielektrik dan rugi dielektrik membran polimer padat kitosan/PEO. Konstanta dielektrik dan rugi dielektrik yang dihasilkan adalah 3,4 dan 6,5.

**KESIMPULAN**

Hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Membran polimer padat kitosan dan kitosan/PEO untuk aplikasi membran elektrolit padat baterai sekunder telah berhasil dibuat.
2. Terjadi pembentukan gugus fungsi baru –OH pada membran polimer padat kitosan/PEO pada panjang gelombang  $3500\text{ cm}^{-1}$  dan terjadi interaksi ikatan bending antara –OH dan  $\text{NH}_3$  pada panjang gelombang  $1500 - 945\text{ cm}^{-1}$ .
3. Membran polimer padat kitosan/PEO lebih fleksibel dan tidak bersifat higroskopis dibandingkan membran polimer padat kitosan.
4. Membran polimer padat kitosan/PEO dapat digunakan sebagai bahan alternatif sebagai membran polimer elektrolit padat baterai sekunder.
5. Struktur membran polimer padat kitosan/PEO yang dihasilkan kristalin.
6. Hasil pengujian EIS menunjukkan terjadinya penurunan nilai konstanta dielektrik membran polimer padat kitosan/PEO yang disebabkan oleh pengaruh kemampuan polarisasi membran akibat aglomerasi sehingga

muatan-muatan bebas bergerak dan berpindah posisi.

### Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada Kementerian Ristek/BRIN melalui Universitas Jenderal Soedirman melalui pendanaan BLU Skim Riset Peningkatan Kompetensi Tahun 2020.

### DAFTAR PUSTAKA

- Arof AK. (1999). Chitosan-lithium triflate electrolyte in secondary lithium cells. *Journal of Power Source*, 7, 42-48.
- Datta, A. (2007). Characterization of Polyethylene Glycol Hydrogels for Biomedical Applications. *Chemical Engineering Commons*, 11-13.
- Das, S., dan Ghosh, A. (2015). Effect of plasticizers on ionic conductivity and dielectric relaxation of PEO-LiClO<sub>4</sub> polymer electrolyte. *Electrochimica Acta*, 171, 59–65.
- D. C., Ronald. (2001). Inorganic and Organometallic Polymers. A John Wiley & Sons, Inc., Publication, University of Massachusetts. Amherat, New York.
- D. Callister, William, G. Rethwisch, David. (1940). Material Science and Engineering An Introduction- 8 Edition, A John Wiley & Sons, Inc., Publication. New York,
- Dey, A., Karan, S., dan De, SK. (2011). Structure, morphology, and ionic conductivity of solid polymer electrolyte. *Materials Research Bulletin*, 46(11), 2009 – 2015.
- Dey, A., Karan, S., Dey, A., dan De, S. K. (2015). Structure, morphology and ionic conductivity of solid polymer electrolyte, 46(2011), 2009–2015.
- D.I, Bower. (2002). An Introduction to Polymer Physics, Cambridge University Press. United Kingdom.
- Diana, EP. (2018). Sintesis Membran Elektrolit Padat Berbahan Dasar Kitosan. *Journal Sainsmat*, 2(2), 86 – 91.
- Fonseca, Polo C. (2006). Electrochemical properties of a biodegradable polymer electrolyte applied to a rechargeable lithium battery. *Journal of Power Sources*, 159, 712-716.
- G. Abdullah, R. R. Hanna dan Y. A. K. Salman. (2017). Structural, optical, and electrical characterization of chitosan: methylcellulose polymer blends based film. *J. Mater. Sci. Mater. Electron*, 28, 10283–10294.
- Kumar, Majeti. (2000). A Review of Chitin and Chitosan Application. *Journal Of reactive and functional polymer*, 46, 3.
- Liang, X., Yang, Y., Jin, X., dan Cheng, J. (2016). Polyethylene Oxide-Coated Electrospun Polyimide Fibrous Separator for High-Performance Lithium-Ion Battery. *Journal of Materials Science & Technology*, 32(3), 200–206.
- Lin, Hua, Qin, Lizhao, Hong, He dan Qing Li. (2015). Preparation of starch nanoparticles via high-energy ball milling. *Journal of Nano Research*. 174-179.
- Martínez-Camacho A.P., A.Z. Graciano-Verdugo dkk. (2010). Chitosan composite films: Thermal, structural, mechanical and antifungal properties. *Journal of Carbohydrate Polymers*, 82, 305-31.
- Neto, C.G.T., Giacometti, J.A., dkk. (2005). Thermal Analysis of Chitosan based Networks, *Carbohydrate Polymers*, 62(2), 97 – 103.
- Ramesh, S., Yuen, T.F., dan Shen, C.J., Conductivity and FTIR Studies on PEO – LiX [X : CF<sub>3</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>]. (2008). *Polymer electrolytes*, 69, 670 – 675.
- Shukur, MF., Kadir, MFZ., dan Ahmad, R.. (2011). Dielectric Studies of Proton Conducting Polymer Electrolyte based on Chitosan/PEO blend doped with NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>. *Advanced Materials Research*, 488, 583 – 587.
- Shukur, MF., Ithnn, R., Illias, HA., dan Kadir, MFZ. (2013). Proton

- Conducting Polymer Electrolyte Based on Pasticitized Chitosan-PEO blend and application in Electrochemical devices. *Optical Materials*, 35, 1834 – 1841.
- S. Kartika, BSU.Agung, A. Kamsul, Roto, K. Evvy, Y. Evi, dan E. Suharyadi. (2020). Effect of Milling Time on the Microstructure and Dielectric Properties of Chitosan Nanopowder, *International Journal of Nanoelectronic and Materials*, 13, 1-8.
- Sreekanth, T. (2014). Investigation of Characterization of (PEO + NaClO<sub>3</sub> + Plasticizer) Based on Polymer Electrolyte. *International Journal of Science and Research (IJSR)*, 3(8), 2012 – 2014.
- Wan, Y., Katherine, Creber, AM, dan Tam Bui. (2003). Ionic conductivity of chitosan membranes. *Polymer*, 44, 1057 – 1065.
- Zhang, J., Ma, C., Liu, J., Chen, L., Pan, A., dan Wei, W. (2016). Solid polymer electrolyte lapanes based on organic / inorganic nanocomposites with star-shaped structure for high performance lithium ion battery. *Journal of Lapisane Science*, 509, 138–148.
- Zhao, Xiaohui. (2010). Effect of Preparation Parameters of Sulfur Cathodes on Electrochemical Properties of Lithium Sulfur Battery. *Journal of the Korean Electrochemical Society*. 13, 169-174. DOI:10.5229/JKES.2010.13.3.169