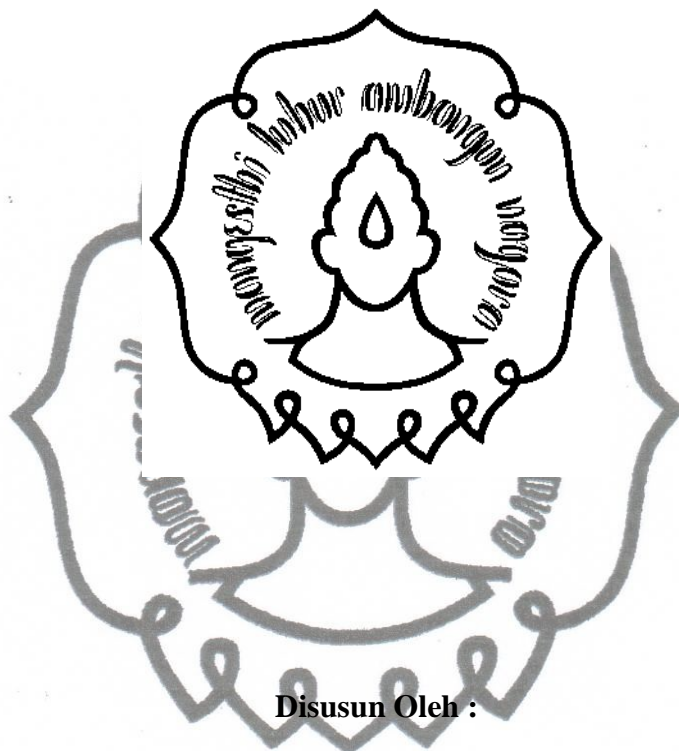


**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KITOSAN-  
ASAM *p-t*-BUTIL KALIKS[4]ARENA**



Disusun Oleh :

**WIWING FRIMADASI**

**M0311075**

**SKRIPSI**

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

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS SEBELAS MARET**

**SURAKARTA**

**Juli, 2015**  
*commit to user*

**HALAMAN PENGESAHAN****Skripsi****SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KITOSAN-  
ASAM *p-t*-BUTIL KALIKS[4]ARENA**

WIWING FRIMADASI

M0311075

Skripsi ini dibimbing oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Desi Suci Handayani, M. Si.  
NIP. 19721207 199903 2001Dr. Triana Kusumaningsih, M. Si.  
NIP. 19730124 199903 2001

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada:

Hari : Kamis

Tanggal : 30 Juli 2015

Anggota Tim Penguji:

1. Dr. rer. nat. Atmanto Heru Wibowo, M.Si 1. ....  
NIP. 19740813 200003 1001
2. Dr. Khoirina Dwi Nugrahaningtyas, M.Si 2. ....  
NIP. 19740419 200003 2001

Disahkan oleh  
Kepala Program Studi Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Sebelas Maret Surakarta

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

## PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KITOSAN-ASAM *p-t*-BUTIL KALIKS[4]ARENA” 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, 30 Juli 2015

WIWING FRIMADASI

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KITOSAN-ASAM *p-t*- BUTIL KALIKS[4]ARENA

WIWING FRIMADASI

Prodi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas  
Sebelas Maret, Jl. Ir. Sutami 36A Surakarta 57126

### ABSTRAK

Penelitian mengenai modifikasi kitosan dengan mengikatkan senyawa makromolekul asam *p-t*-butilkaliks[4]arena dengan DIC (*N,N'*-*diisopropylcarbodiimide*) sebagai agen pengkopling beserta karakterisasinya telah dilakukan. Penelitian ini menggunakan kitosan yang berasal dari cangkang udang. Redasetilasi dilakukan untuk menghilangkan kandungan gugus asetil yang masih tersisa menggunakan basa kuat NaOH 45,00% dan dihasilkan nilai derajat deasetilasi sebesar 89,83%. Kitosan-asam *p-t*-butilkaliks[4]arena memberikan serapan tumpang tindih antara gugus -OH dan -NH pada bilangan gelombang 3438,26 cm<sup>-1</sup> serta adanya ikatan C=C aromatis pada serapan 1480,43 cm<sup>-1</sup> berdasarkan spektra FTIR yang dihasilkan. Analisis XRD memperlihatkan penurunan intensitas pada pola difraksi yang disebabkan adanya peningkatan sifat amorf pada senyawa hasil sintesis. Senyawa yang dihasilkan berupa serbuk berwarna kuning kecokelatan, tidak berbau serta berpori. Hal ini didukung dengan analisis morfologi menggunakan SAA. Senyawa kitosan-asam *p-t*-butilkaliks[4]arena memiliki titik leleh >300°C dengan luas permukaan yang lebih besar daripada kitosan sebelum dimodifikasi yaitu sebesar 9,42 m<sup>2</sup>/g serta memiliki kelarutan didalam pH 2, 4, 6, 8, 10 secara berturut-turut 10%, 4%, 4%, 2% dan 0%.

Kata kunci : asam *p-t*-butilkaliks[4]arena, FTIR, kitosan, modifikasi

## SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF CHITOSAN-*p-t*- BUTYLCALIX[4]ARENE ACID

WIWING FRIMADASI

Departement of Chemistry, Mathematics and Natural Science Faculty, Sebelas  
Maret University, Jl. Ir. Sutami 36A Surakarta 57126

### ABSTRACT

The study of chitosan modification through macromolecule compound binds *p-t*-butylcalix[4]arene acid with DIC (N,N'-diisopropylcarbodiimide) as coupling agent and their characterization has been conducted. This research used chitosan from shells of shrimp. Redeacetylation of chitosan removed the acetyl group content remaining with a strong base NaOH 45.00% and had 89.83% degree of deacetylation. The spectra FTIR of chitosan-*p-t*-butylcalix[4]arene acid provided overlap absorption between -OH and -NH at wave number  $3438.26\text{ cm}^{-1}$  and the presence of the C=C aromatic in uptake  $1480.43\text{ cm}^{-1}$ . XRD analysis results showed a decrease in intensity due to an increase in the amorphous feature of chitosan-*p-t*-butylcalix[4]arene acid. The product was a yellow-brown powder, odorless and porous. It was supported by the morphological analysis using SAA. Chitosan-*p-t*-butylcalix[4]arene acid compounds had a melting point  $>300^{\circ}\text{C}$  with a surface area greater than before the modified chitosan that is equal to  $9.42\text{ m}^2/\text{g}$  and it had a solubility in the pH 2, 4, 6, 8, 10 in a row 10 %, 4%, 4%, 2% and 0%.

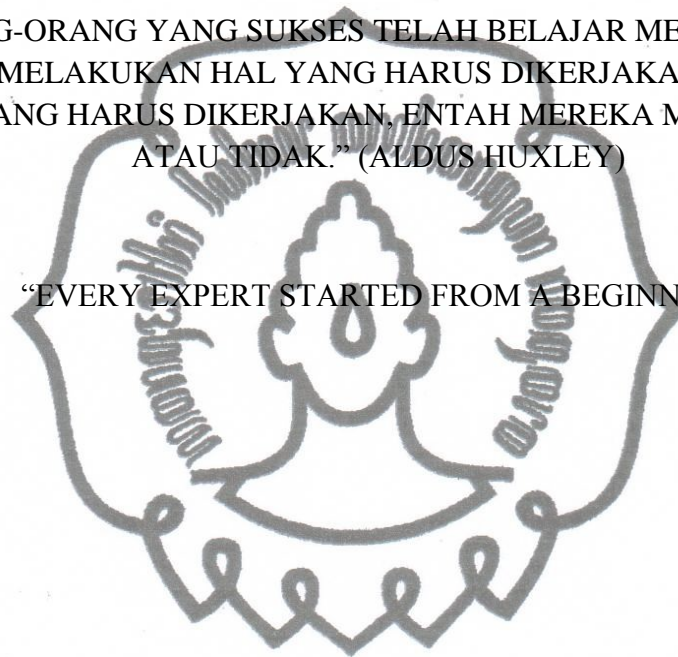
Keywords : *p-t*-butylcalix[4]arene acid, FTIR , chitosan , modification

## MOTTO

“KEMENANGAN YANG SEINDAH-INDAHNYA DAN SESUKAR-SUKARNYA YANG BOLEH DIREBUT OLEH MANUSIA IALAH MENUNDUKKAN DIRI SENDIRI.” (R.A KARTINI)

“ORANG-ORANG YANG SUKSES TELAH BELAJAR MEMBUAT DIRI MEREKA MELAKUKAN HAL YANG HARUS DIKERJAKAN KETIKA HAL ITU MEMANG HARUS DIKERJAKAN, ENTAH MEREKA MENYUKAINYA ATAU TIDAK.” (ALDUS HUXLEY)

“EVERY EXPERT STARTED FROM A BEGINNER”



*commit to user*

## PERSEMBAHAN

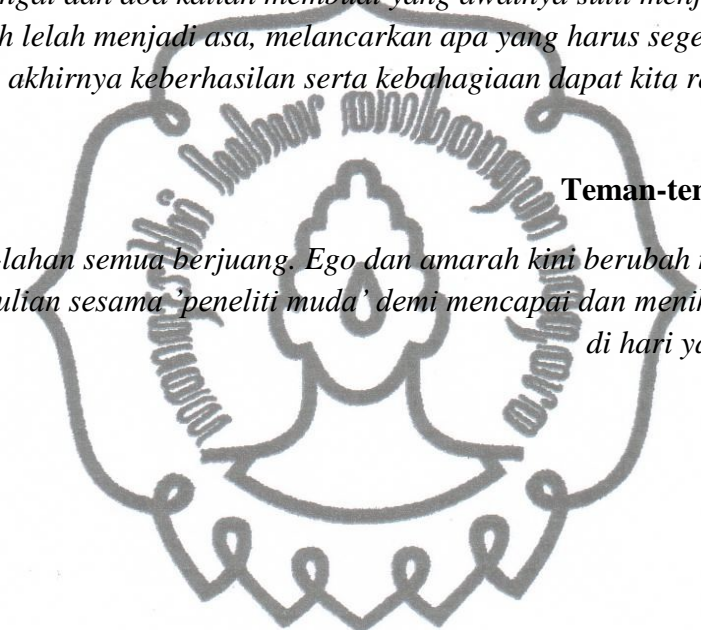
Karya ini saya persembahkan untuk

**Bapak, Ibu, Adik**

*Semangat dan doa kalian membuat yang awalnya sulit menjadi lebih mudah, merubah lelah menjadi asa, melancarkan apa yang harus segera terselesaikan, hingga akhirnya keberhasilan serta kebahagiaan dapat kita rasakan bersama-sama.*

**Teman-teman Kimia 2011**

*Perlahan-lahan semua berjuang. Ego dan amarah kini berubah menjadi motivasi dan kepedulian sesama 'peneliti muda' demi mencapai dan menikmati kesuksesan di hari yang akan datang.*



*commit to user*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat, hidayat dan segala karunia-Nya sehingga penulisan hasil penelitian yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kitosan-Asam *p-t*-Butil Kaliks[4]arena**” ini dapat selesai dengan baik. Penulis bersyukur dan berterima kasih kepada semua pihak yang telah membantu atas selesainya penulisan skripsi ini:

1. Ibu Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si selaku Kepala Program Pendidikan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam UNS dan sekaligus selaku Pembimbing II.
2. Ibu Dr. Desi Suci Handayani, M.Si selaku Pembimbing I.
3. Bapak Muh. Widyo Wartono, M.Si selaku Pembimbing Akademis.
4. Ibu Dr. Sayekti Wahyuningsih, M.Si selaku ketua Laboratorium FMIPA UNS.
5. Ibu Dr. Khoirina Dwi Nugrahaningtyas, M.Si selaku ketua Laboratorium Kimia FMIPA UNS.
6. Bapak dan Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA UNS.
7. Keluarga yang selalu memberikan kasih sayang, dukungan, semangat dan doanya.
8. Teman-teman dan semua pihak yang telah membantu hingga terselesaikannya penulisan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih sangat jauh dari sempurna, untuk itu penulis mengharapkan saran dan kritikan dari pembaca sebagai bahan pertimbangan untuk membuat karya yang lebih baik. Penulis berharap semoga skripsi ini bermanfaat bagi pihak yang membutuhkan.

Surakarta, 30 Juli 2015

*commit to user*

Penulis



## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
PERNYATAAN.....	iii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Perumusan Masalah .....	3
1. Identifikasi Masalah.....	3
2. Batasan Masalah.....	5
3. Rumusan Masalah.....	5
4. Tujuan Penelitian.....	6
5. Manfaat Penelitian.....	6
BAB II LANDASAN TEORI.....	7
A. Tinjauan Pustaka.....	7
1. Struktur Kitin dan Kitosan .....	7
2. Karakteristik Kitosan .....	9
3. Kaliksarena.....	13
4. Senyawa <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena dan Turunannya .....	15
5. Sifat Fisik <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena dan Turunannya .....	18
6. DIC ( <i>N,N'</i> -diisopropylcarbodiimide).....	19
B. Kerangka Pemikiran.....	19
C. Hipotesis.....	21
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	22
A. Metodologi Penelitian .....	22
B. Tempat dan Waktu Penelitian .....	22
C. Alat dan Bahan.....	22

1. Bahan.....	22
2. Alat.....	23
D. Prosedur Penelitian.....	23
1. Redeasetilasi dan Karakterisasi Kitosan .....	23
a. Kadar Abu .....	24
b. Derajat Deasetilasi .....	24
2. Sintesis Senyawa Asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena .....	24
3. Sintesis Pengikatan Asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena pada Kitosan .....	25
E. Teknik Pengumpulan Data.....	25
F. Teknik Analisis Data.....	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	28
A. Redeasetilasi Kitosan .....	28
B. Karakterisasi Kitosan .....	30
C. Sintesis Asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena.....	33
D. Sintesis Kitosan-asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena .....	34
E. Analisis Struktur Kitosan-asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena.....	36
F. Karakterisasi Kitosan-asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena.....	40
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	44
A. Kesimpulan .....	44
B. Saran.....	44
DAFTAR PUSTAKA .....	45
LAMPIRAN.....	51

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur kitin .....	7
Gambar 2. Struktur kitosan .....	7
Gambar 3. Spektra FTIR kitosan .....	8
Gambar 4. Penghilangan gugus asetil pada gugus asetamida.....	10
Gambar 5. Garis dasar untuk <i>baseline</i> (a) dan <i>baseline</i> (b).....	12
Gambar 6. Struktur kaliks[4]arena (a), kaliks[5]arena (b), kaliks[6]arena.....	14
Gambar 7. Struktur molekul <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena .....	16
Gambar 8. Sintesis struktur <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena.....	16
Gambar 9. Mekanisme reaksi kondensasi <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena.....	17
Gambar 10. Struktur kimia asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena .....	18
Gambar 11. Struktur DIC ( <i>N,N'</i> -diisopropylcarbodiimide) .....	19
Gambar 12. Mekanisme reaksi redeasetilasi kitosan.....	28
Gambar 13. Spektra FTIR kitosan sebelum redeasetilasi (a) dan kitosan sesudah redeasetilasi (b).....	29
Gambar 14. Mekanisme reaksi sintesis asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena.....	33
Gambar 15. Perbandingan spektra FTIR dari asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena dan <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena .....	34
Gambar 16. Mekanisme reaksi pengikatan kitosan dengan asam <i>p-t</i> - butilkaliks[4]arena.....	35
Gambar 17. Model interaksi senyawa kitosan-asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena....	36
Gambar 18. Spektra FTIR kitosan (a), asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena (b) dan kitosan-asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena (c) .....	37
Gambar 19. Difraktogram kitosan awal dan kitosan-asam <i>p-t</i> - butilkaliks[4]arena.....	39
Gambar 20. Morfologi kitosan awal (a) dengan kitosan setelah dimodifikasi (b).....	43

**DAFTAR TABEL**

Tabel 1.	Standar mutu kitosan.....	9
Tabel 2.	Hasil redeasetilasi kitosan.....	29
Tabel 3.	Perbandingan serapan FTIR hasil redeasetilasi kitosan .....	30
Tabel 4.	Hasil karakterisasi kitosan.....	31
Tabel 5.	Perbandingan gugus-gugus pada spektra FTIR dari kitosan, asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena dan kitosan-asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena.....	38
Tabel 6.	Hasil uji kelarutan senyawa kitosan-asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena dengan variasi pH larutan.....	41
Tabel 7.	Hasil analisis SAA kitosan-asam <i>p-t</i> -butilkaliks[4]arena .....	42

