



SINTESIS DAN KARAKTERISASI *PROTON*
***EXCHANGEMEMBRANE* KITOSAN-NANOSILIKA**

skripsi

disajikan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains

Program Studi Kimia

oleh

Widasari Trisna Siniwi

4311410042

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

2014

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa skripsi ini bebas plagiat, dan apabila di kemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan.

Semarang, 8 September 2014



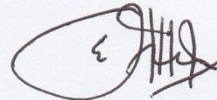
Widasari Trisna Siniwi
4311410042

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang, 8 September 2014

Pembimbing



Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si
NIP 198212142009122004

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Sintesis dan Karakterisasi *Proton Exchange Membrane* Kitosan-Nanosilika
disusun oleh

Widasari Trisna Siniwi

4311410042

Telah dipertahankan di hadapan sidang panitia Ujian Skripsi FMIPA UNNES
pada:

hari : Kamis

tanggal : 18 September 2014



Prof. Dr. Wiyanto, M.Si
NIP 196310121988031001

Sekretaris

Dra. Woro Sumarni, M.Si
NIP 196507231993032001

Ketua Penguji

F. Widhi Mahatmanti, S.Si, M.Si
NIP 19691217997022001

Anggota Penguji/

Pembimbing Utama

Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si
NIP 198212142009122004

Anggota Penguji/

Penguji pendamping

Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si
NIP 196904041994021001

PERSEMBAHAN

1. Tanah Airku, Indonesia
2. Bapak Sutrisno dan Ibu Suratmi tercinta
3. Kakakku tersayang Candra Aji Sutrisno
4. Almamater dan teman-teman Kimia angkatan 2010

MOTTO

- ❖ *Kekuatan bukan berasal dari kemenangan. Perjuanganmulah yang menumbuhkan kekuatanmu. Ketika kamu memilih untuk berusaha dan tidak pernah menyerah, itulah kekuatan (Arnold Schwazenegger)*
- ❖ *Awal dari pengetahuan adalah menemukan sesuatu yang tidak kita mengerti (Frank Herbert).*
- ❖ *Saya percaya keberuntungan. Semakin saya bekerja keras, semakin banyak keberuntungan bagi saya (Thomas Jefferson).*

PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan yang Maha Kasih, yang telah melimpahkan rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi berjudul: **Sintesis dan Karakterisasi *Proton Exchange Membrane* Kitosan-Nanosilika**, sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains Program Studi Kimia.

Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Rektor Universitas Negeri Semarang
2. Dekan fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
3. Ketua Jurusan Kimia dan Ketua Program Studi Kimia
4. Ibu Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan dukungan, dan ilmunya
5. Ibu F. Widhi Mahatmanti, S.Si, M.Si dan Bapak Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si selaku Dosen Penguji yang telah memberikan masukan dan arahnya.
6. Segenap Bapak dan Ibu dosen di Jurusan Kimia yang telah memberikan dukungan, dan ilmunya
7. Kedua orang tuaku, Bapak Sutrisno, S.Pd dan Ibu Suratmi yang telah memberikan dukungannya dan tak hentinya mendoakanku
8. Kakakku Candra Aji Sutrisna, S.Pd yang selalu mendukungku dan mendoakanku.

9. Kawan seperjuanganku Eva Mardiningsih dan Verdila Huda Putranto yang selau memberi masukan, motivasi, doa dan dukungan kepada penulis selama menyusun skripsi.
10. Teman-teman seperjuanganku dan semua pihak yang telah membantu dalam penulisan Skripsi ini.

Penulis mengharap adanya kritik yang tentunya akan membuat skripsi ini menjadi lebih baik lagi.

Semarang, 8 september 2014

Penulis

ABSTRAK

Siniwi, Widasari Trisna. 2014. *Sintesis dan Karakterisasi Proton Exchange Membrane Kitosan-Nanosilika*. Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Utama Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si.

Kata Kunci: PEM, Konduktivitas proton, permeabilitas metanol, komposit.

Kitosan telah digunakan sebagai suatu matriks polimer yang menjanjikan untuk aplikasi *Proton Exchange Membrane* (PEM). Dalam rangka meningkatkan konduktivitas proton membran, maka dilakukan modifikasi pada membran kitosan. Modifikasi yang dilakukan adalah menambahkan nanosilika. Nanosilika disintesis dengan metode sol-gel dan diperoleh diameter partikel berdasarkan pengukuran BET adalah 6,59 nm. Nanosilika yang diperoleh dikompositkan pada kitosan untuk memperoleh *Proton Exchange Membrane* (PEM) kitosan-nanosilika. Membran disintesis dengan metode inversi fasa pada berbagai komposisi nanosilika diantaranya 0; 0,5; 1; 2; 3; 5; dan 10% b/b kitosan. Membran yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan uji *swelling* air, konduktivitas proton, permeabilitas metanol, dan analisis gugus fungsi menggunakan FTIR. Hasil karakterisasi PEM kitosan-nanosilika dari uji *swelling* air dan konduktivitas proton menunjukkan semakin meningkat seiring bertambahnya komposisi nanosilika. Hal ini dipengaruhi adanya gugus hidrofilik Si-OH nanosilika yang dapat memfasilitasi konduksi proton. Sebaliknya permeabilitas metanol menurun. Penurunan permeabilitas metanol membran disebabkan ukuran dan volume pori-pori membran yang diperkirakan lebih kecil dibandingkan ukuran molekul metanol sehingga metanol tidak dapat melintasi membran. Berdasarkan hasil uji selektivitas membran yang optimum adalah pada komposisi nanosilika 3% dengan nilai $5,91 \times 10^5 \text{ S s cm}^{-3}$. Hasil uji *swelling* air, konduktivitas proton, dan permeabilitas metanol membran komposisi nanosilika 3% berturut-turut adalah 49,23%, 0,231 S/cm, dan $5,43 \times 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$. Hasil analisis FTIR membran optimum menunjukkan hanya terjadi interaksi fisik antara kitosan dengan nanosilika karena tidak terjadi perubahan *peak* yang signifikan di sekitar bilangan gelombang 1000-1250 cm^{-1} .

ABSTRACT

Siniwi, Widasari Trisna. 2014. *Synthesis and Characterization Proton Exchange Membrane Chitosan-Nanosilica*. Final Project, Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Science, Semarang State University. Advisor Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si.

Keywords: PEM, proton conductivity, methanol permeability, composite.

Chitosan has been used as a promising matrix for Proton Exchange Membrane (PEM) application. In order to enhance the proton conductivity through the membrane, it is necessary to make modifications to the chitosan membrane. The modification was performed by adding nanosilica into membrane. Nanosilica was synthesized by sol-gel method and obtained particle diameter based on the BET measurement is 6.59 nm. The nanosilica combined with chitosan to obtain PEM chitosan-nanosilica. The membrane was synthesized by phase inversion method in various nanosilica composition, such as 0; 0.5; 1; 2; 3; 5; and 10% w/w chitosan. The membrane was characterized by water swelling test, proton conductivity, methanol permeability, and analysis of functional groups by using FTIR. The characterization result of PEM chitosan-nanosilica from swelling water test and proton conductivity increases with the addition of nanosilica composition. It is influenced by the presence of a hydrophilic group Si-OH nanosilica that can facilitate proton conduction. Otherwise, methanol permeability decreases with the addition of nanosilica composition due to membrane pore size is smaller than the estimated molecular size of methanol so methanol cannot traverse the membrane. Based on membrane selectivity determination, the optimum membrane is 3% with the value of $5.91 \times 10^5 \text{ S s cm}^{-3}$. The results of water swelling test, proton conductivity, and methanol permeability of the membrane with nanosilica 3% respectively are 49.23%, 0.231 S/cm, and $5.43 \times 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$. FTIR analysis results showed that there were only physical interactions between chitosan and nanosilica because no significant changes around the peak wave numbers $1000\text{-}1250 \text{ cm}^{-1}$.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
PERNYATAAN.....	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING	iii
PENGESAHAN	iv
PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
PRAKATA	vii
ABSTRAK	ix
ABSTRACT	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan masalah	5
1.3 Tujuan	5
1.4 Manfaat	6
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 <i>Fuel Cell</i>	7
2.1.1 AFC (<i>Alkaline fuel cell</i>).....	8
2.1.2 MCFC (<i>Molten carbonate fuel cell</i>)	8
2.1.3 PAFC (<i>Phosphoric acid fuel cell</i>)	8
2.1.4 PEMFC (<i>Proton exchange membrane fuel cell</i>).....	9
2.1.5 SOFC (<i>Solid oxide fuel cell</i>)	9
2.2 Direct Methanol Fuel Cell (DMFC)	11
2.3 Membran untuk <i>Direct Methanol Fuel Cell</i>	13
2.4 Membran Komposit	14

2.5 Teknik Pembuatan Membran Komposit	15
2.6 Kitosan	17
2.7 Nanosilika	20
2.8 Karakterisasi	23
2.8.1 Analisis ukuran partikel	23
2.8.2 Uji <i>swelling</i>	26
2.8.3 Uji konduktivitas proton	27
2.8.4 Uji permeabilitas metanol	28
2.8.5 Uji selektivitas membran	29
2.8.6 Analisis gugus fungsi	29
BAB 3 METODE PENELITIAN	33
3.1 Lokasi Penelitian	33
3.2 Variabel Penelitian	33
3.3 Alat dan Bahan	34
3.4 Cara Kerja	35
3.4.1 Pembuatan nanosilika	35
3.4.2 Pembuatan membran kitosan-nanosilika	35
3.4.3 Tahap karakterisasi	36
3.4.3.1 Uji <i>swelling</i> air	36
3.4.3.2 Konduktivitas proton	36
3.4.3.3 Permeabilitas metanol	37
3.4.3.4 Selektivitas membran	37
3.4.3.5 Analisis gugus fungsi	37
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	39
4.1 Preparasi	39
4.1.1 Sintesis Nanosilika	39
4.1.2 Karakterisasi Nanosilika	40
4.2 Sintesis Membran Komposit	42
4.3 Karakterisasi Membran Komposit	45
4.3.1 <i>Swelling</i> air	45
4.3.2 Konduktivitas proton	47

4.3.3 Permeabilitas metanol	50
4.3.4 Selektivitas membran	55
4.3.5 Analisis gugus fungsi	56
BAB 5 PENUTUP	59
5.1 Simpulan	56
5.2 Saran	59
DAFTAR PUSTAKA	61
LAMPIRAN	67

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1Daftar gugus fungsi kitosan-silika	32
4.1 Variasi komposisi kitosan-nanosilika	42
4.2 Perbandingan sifat fisik membran berdasarkan komposisi nanosilika ...	44
4.3 Perbandingan nilai konduktivitas proton	50
4.4 Perbandingan nilai permeabilitas metanol hasil sintesis dan membran nafion	55
4.5 perbandingan selektivitas membran kitosan-nanosilika 3% dengan nafion	56

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Perbandingan 6 tipe sel bahan bakar	10
2.2 Skematik sistem DMFC	11
2.3 Struktur molekul kitin dan kitosan	17
2.4 Skematik gambaran reaksi hibrid kitosan-silika	19
2.5 Rumus struktur <i>Tetraethoxyorthosilicate</i>	21
2.6 Instrumen FTIR	30
2.7 Skema prinsip kerja instrumen FTIR	31
4.1 Grafik multipoin plot BET	41
4.2 Ilustrasi interaksi nanopartikel dan matriks polimer	43
4.3 Grafik hubungan antara nilai <i>swelling</i> air dengan komposisi nanosilika	45
4.4 Grafik hubungan antara konduktivitas proton dengan komposisi nanosilika	48
4.5 Ilustrasi transport proton mekanisme <i>vehicle</i> dan mekanisme Grotthuss	49
4.6 Ilustrasi transport proton dan transport masa dalam membran	51
4.7 Uji permeabilitas metanol	52
4.8 Grafik hubungan permeabilitas metanol dengan komposisi nanosilika...	53
4.9 Ilustrasi hibrid polimer organik anorganik	54
4.10 Perbandingan spektrum IR membran komposisi nanosilika 0% dan 3%	57

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Diagram alir penelitian	67
.....	
2. Cara pembuatan larutan yang digunakan	69
.....	
3. Data Pengamatan dan Analisis Data	73
.....	
4. Dokumentasi Penelitian	88
.....	
5. Hasil Uji BET	90
.....	
6. Hasil analisis gugus fungsi dengan FTIR	92
.....	

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan peradaban umat manusia saat ini telah memicu peningkatan konsumsi penggunaan energi sepanjang waktu. Bahan bakar fosil mendominasi kebutuhan umat manusia di seluruh dunia. Semakin besarnya ketergantungan manusia terhadap sumber energi ini menyebabkan semakin menipis dan berkurangnya persediaan minyak mentah dunia, sehingga menimbulkan perhatian mendalam untuk mencari sumber energi alternatif sebagai pengganti bahan bakar. *Fuel cell* adalah salah satu alternatif yang berpotensi untuk mengatasi permasalahan tersebut (Hartanto *et al.*, 2007:1).

Fuel cell (sel bahan bakar) adalah suatu piranti pembangkit yang menghasilkan listrik langsung melalui proses elektrokimia dengan gas hidrogen (H_2) sebagai bahan bakar dan oksigen sebagai oksidator. Penggunaan *fuel cell* diharapkan dapat menekan ketergantungan masyarakat terhadap bahan bakar minyak dan akan mengurangi rusaknya lapisan atmosfer akibat emisi (Hartanto *et al.*, 2007:1). Dalam sel bahan bakar, membran elektrolit merupakan komponen utama yang berperan untuk memisahkan reaktan dan menjadi sarana transportasi ion hidrogen yang dihasilkan oleh reaksi anoda menuju katoda sehingga reaksi pada katoda menghasilkan energi listrik (Suka *et al.*, 2010:1). Membran ini disebut *Proton exchange membrane*, atau *proton electrolyte membrane* (PEM)

(Im, 2011:22). Sifat utama yang dimiliki oleh membran ini adalah kemampuannya untuk menukarkan ion. Dalam aplikasi sel bahan bakar, membran elektrolit harus memiliki kapasitas tukar kation dan stabilitas termal yang tinggi (Pramono *et al.*, 2012:71). Ada dua jenis *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC) yaitu *Hydrogen Fuel Cell* dan *Direct Methanol Fuel Cell* (DMFC), keduanya memanfaatkan PEM untuk transfer proton (Vaghari *et al.*, 2013:4). Pada penelitian ini akan disintesis PEM untuk DMFC berdasarkan karakteristiknya.

Berdasarkan jenis elektrolit yang digunakan, *Direct Methanol Fuel Cell* (DMFC) adalah jenis sel bahan bakar dengan bahan bakar metanol yang diteliti secara intensif. *Direct Methanol Fuel Cell* (DMFC) beroperasi pada suhu kamar dengan kerapatan daya yang cukup tinggi, sehingga DMFC mempunyai peluang aplikasi yang besar di berbagai bidang seperti transportasi, pembangkit listrik, dan perangkat elektronik *portable* (Suka *et al.*, 2010:1).

Sejumlah usaha telah dilakukan untuk mengembangkan kinerja membran elektrolit. Membran nafion memberikan kinerja yang maksimum dari sekian banyak jenis membran yang diteliti, namun membran nafion mempunyai kelemahan di antaranya adalah temperatur kerja yang terbatas, tidak ekonomis, dan belum dapat mencegah *methanol crossover* secara baik (Zulfikar *et al.*, 2009:255). Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut guna mendapatkan membran alternatif yang di satu sisi mempunyai efisiensi pemisahan yang tinggi dan di sisi lain lebih ekonomis.

Polimer alam seperti kitosan cukup berpotensi dalam aplikasi membran sel bahan bakar. Kitosan mudah didapat dan memiliki stabilitas termal yang tinggi,

namun modifikasi pada kitosan perlu dilakukan agar menghasilkan material yang bermuatan sehingga dapat digunakan sebagai membran polimer elektrolit. Kitosan memiliki gugus amino dan gugus hidroksil yang memungkinkan untuk dimodifikasi (Pramono *et al.*, 2012:71). Kitosan telah digunakan sebagai suatu matriks polimer yang menjanjikan untuk aplikasi DMFC, dengan pertimbangan harga murah, dapat merintang alkohol, dan memiliki konduktivitas proton yang sebaik stabilitas termalnya setelah *cross-linking* (Vaghari *et al.*, 2013:8).

Zulfikar *et al.* (2009) telah melakukan penelitian yang berkaitan dengan membran kitosan untuk sel bahan bakar, dengan mereaksikan kitosan dan senyawa *Tetraethylorthosilicate* (TEOS). Penelitian ini menunjukkan bahwa permeabilitas metanol membran menurun dengan meningkatnya konsentrasi kitosan. Penurunan permeabilitas membran ini yaitu dari $4,72 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$ pada komposisi K-Si 15% menjadi $9,25 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$ pada komposisi K-Si 20%. Nilai permeabilitas metanol tersebut lebih besar dibandingkan nilai permeabilitas metanol nafion yaitu $4,9 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$ (Suka *et al.*, 2010:5). Selain itu, konduktivitas proton membran juga ikut menurun dari $2,37 \times 10^{-4} \text{ S/cm}$ pada komposisi K-Si 15% menjadi $2,38 \times 10^{-7} \text{ S/cm}$ pada komposisi K/Si 20%. Bila dibandingkan dengan nafion nilai ini masih jauh dibawah nilai konduktivitas proton nafion yaitu 0,1 S/cm. Seharusnya membran yang baik yaitu memiliki konduktivitas proton besar dengan permeabilitas metanol yang rendah.

Berdasarkan hal tersebut maka perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai membran untuk sistem DMFC dari kitosan. Dalam rangka meningkatkan konduktivitas proton khususnya memicu laju migrasi ion melalui

membran, pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi terhadap membran kitosan. Modifikasi yang dilakukan adalah menambahkan nanosilika ke dalam membran. Nanosilika dipilih karena ukurannya yang kecil dan permukaan luas sehingga memungkinkan untuk menembus dalam matriks polimer dengan mudah. Adanya adisi nanosilika ke dalam dasar matriks polimer dapat menurunkan kristalinitas dari matriks polimer dan menaikkan kekuatan mekanik seperti ketahanan air, kuat perenggangan, dan kuat tarik (Teoh *et al.*, 2012:3165). Neburchilov *et al.* (2007) melaporkan bahwa adisi nanosilika pada membran nafion (nafion/SiO₂) memiliki konduktivitas lebih tinggi dengan rasio 0,33-0,38 dibandingkan membran nafion. Diperkirakan bahwa nanosilika yang masuk ke dalam matriks nafion membentuk blok yang bertindak sebagai konduksi proton (Li *et al.*, 2011:285). Oleh alasan inilah maka pada penelitian ini akan disintesis PEM dengan modifikasi nanosilika untuk meningkatkan performa PEM dari kitosan.

Proses sol-gel telah menjadi penelitian yang menarik yang sedang dipelajari untuk sintesis silika nanopartikel (Jafrezadeh *et al.*, 2009:328). TEOS merupakan prekursor silika yang umum digunakan karena mudah dimurnikan dan kecepatan reaksinya lambat dan terkontrol (Pandey *et al.*, 2011:75). Pada tahun 1968, Stöber dan Fink melaporkan sintesis sederhana dari monodispersi sferikal partikel silika adalah melalui hidrolisis dengan melarutkan TEOS dalam etanol pada pH tinggi. Silika amorf dengan kisaran ukuran 10 nm sampai 2 µm diperoleh pada berbagai variasi reaktan (Zou *et al.*, 2008:3895).

Berdasarkan penjelasan di atas pada penelitian ini akan disintesis nanosilika dari TEOS dengan metode sol-gel. Nanosilika yang diperoleh akan

dikompositkan pada membran kitosan. Diharapkan dengan adanya nanosilika dengan komposisi tertentu di dalam struktur membran kitosan, akan mengurangi *methanol crossover* sehingga meningkatkan konduktivitas proton membran bila diaplikasikan untuk membran *direct methanol fuel cell*.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian tersebut, permasalahan yang akan diselesaikan dalam penelitian ini adalah :

- 1.2.1 Berapa komposisi nanosilika optimum untuk PEM dilihat dari karakteristiknya?
- 1.2.2 Bagaimana karakteristik PEM kitosan-nanosilika yang meliputi : uji swelling, konduktivitas proton, dan permeabilitas metanol.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

- 1.3.1 Mengetahui komposisi nanosilika optimum untuk PEM dilihat dari karakteristiknya.
- 1.3.2 Mengetahui karakteristik PEM kitosan-nanosilika yang meliputi : uji swelling, konduktivitas proton, dan permeabilitas metanol.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan mampu :

- 1.4.1 Mengembangkan pemanfaatan kitosan yang lebih luas.
- 1.4.2 Mendapatkan informasi tentang kemampuan PEM (*Proton Exchange Membrane*) kitosan-nanosilika untuk aplikasi DMFC.
- 1.4.3 Mendapatkan PEM yang lebih murah dan mudah didapat dibandingkan Nafion

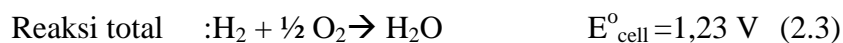
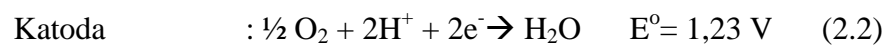
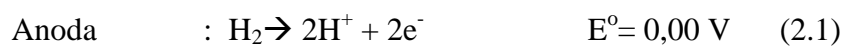
BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fuel Cell

Sel bahan bakar (*fuel cell*) adalah perangkat elektrokimia yang mengubah energi kimia dari bahan bakar dan oksidan langsung menjadi energi listrik. Struktur fisiknya terdiri dari sebuah sel tunggal yang terdiri dari lapisan elektrolit yang di kedua sisinya terhubung dengan anoda berpori dan katoda. Dalam *fuel cell*, bahan bakar gas mengalir menuju anoda (elektroda negatif) dan oksidan (misalnya, oksigen dari udara) diumpankan secara kontinyu ke katoda (elektroda positif). Reaksi elektrokimia berlangsung pada elektroda untuk menghasilkan arus listrik (Giorgi & Leccese, 2013:3).

Reaksi elektrokimia dalam sel bahan bakar dengan suatu asam elektrolit adalah sebagai berikut.



(Li, 2009:6).

Di bawah ini merupakan beberapa jenis sel bahan bakar yang saat ini masih dalam tahap pengembangan.

2.1.1 AFC (*Alkaline fuel cell*)

7

AFC menggunakan cairan elektrolit kalium hidroksida (KOH) karena konduktivitas alkali hidroksida tinggi. AFC beroperasi pada suhu antara 100°C sampai 250°C. Sebagian besar AFC telah dirancang untuk aplikasi transportasi. Salah satu kelemahan utama dari AFC adalah terkait penggunaan cairan elektrolit yang harus sangat murni (Vaghari *et al.*, 2013:2).

2.1.2 MCFC (*Molten carbonate fuel cell*)

MCFC adalah sel bahan bakar suhu tinggi yang menggunakan elektrolit yang terdiri dari garam campuran karbonat cair (garam natrium atau magnesium karbonat) yang tersuspensi ke dalam pori yang secara kimia inert terhadap matriks keramik lithium aluminium oksida (LiAlO₂). Elektrolit MCFC beroperasi sampai 650°C. Kelemahan utama MCFC adalah komponen sel bahan bakar yang mudah rusak karena suhu operasi tinggi dan penggunaan elektrolit korosif (Vaghari *et al.*, 2013:3).

2.1.3 PAFC (*Phosphoric acid fuel cell*)

PAFC menggunakan asam fosfat (H₃PO₄) dengan konsentrasi tinggi (> 95 %) sebagai elektrolit dan katalis elektroda karbon berpori yang mengandung platinum dan secara signifikan meningkatkan biaya sel. PAFC biasanya beroperasi pada suhu antara 170°C sampai 210°C. PAFC dapat mentoleransi

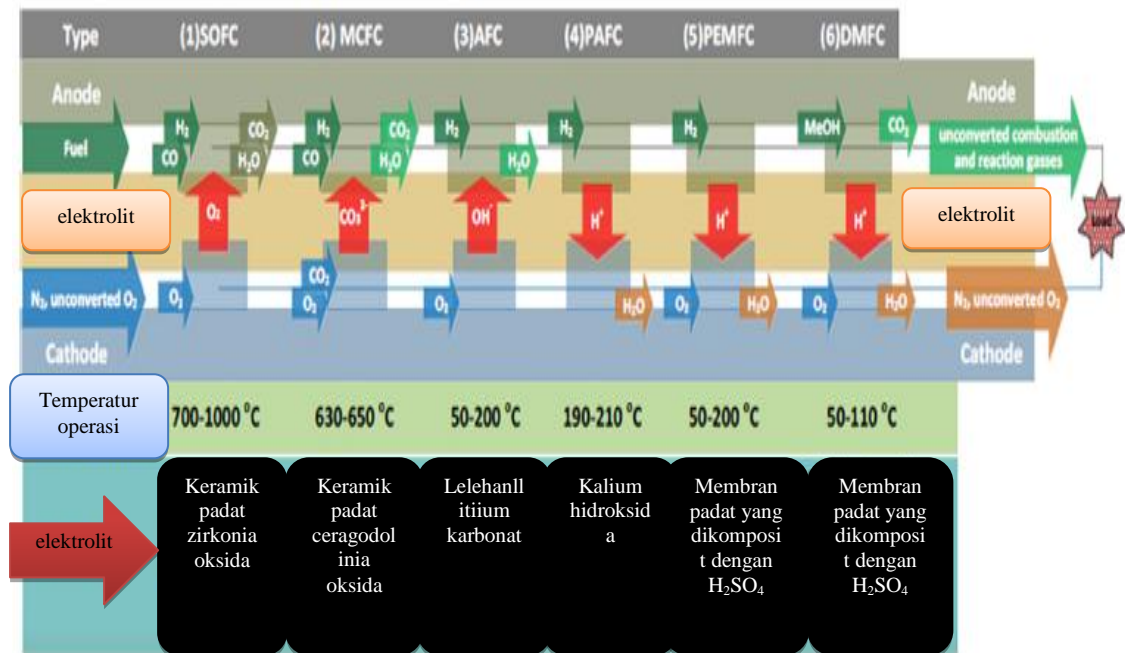
kehadiran karbon monoksida pada konsentrasi sekitar 1,5%, hal inilah yang memperluas pilihan penggunaannya (Vaghari *et al.*, 2013:3).

2.1.4 PEMFC (*Proton exchange membrane fuel cell*)

Sel bahan bakar membran pertukaran proton (PEMFC) juga dikenal sebagai membran elektrolit polimer (PEM). Ada dua jenis sel bahan bakar membran pertukaran proton, yaitu: sel bahan bakar hidrogen dan sel bahan bakar metanol langsung (DMFC), keduanya memanfaatkan membran pertukaran proton untuk mentransfer proton hidrogen ke anoda. Kelemahan sel bahan bakar ini rentan terhadap pembengkakan osmotik, *metanol crossover* dan biaya tinggi merupakan salah satu faktor menghambat komersialisasi DMFC (Vaghari *et al.*, 2013:4).

2.1.5 SOFC (*Solid oxide fuel cell*)

Sel bahan bakar oksida padat (SOFC) yang paling cocok untuk pembangkit listrik stasioner skala besar seperti pabrik dan kota. SOFC terutama menggunakan senyawa logam keramik keras, seperti kalsium oksida atau oksida zirkonium sebagai elektrolit. Hidrogen dan karbon monoksida dapat digunakan sebagai bahan bakar reaktif dalam SOFC. Sel bahan bakar oksida padat beroperasi pada suhu yang sangat tinggi 1000°C. Suhu tinggi membatasi aplikasi dari unit SOFC, cenderung agak besar, sementara elektrolit padat tidak boleh bocor karena bisa retak (Vaghari *et al.*, 2013:4).

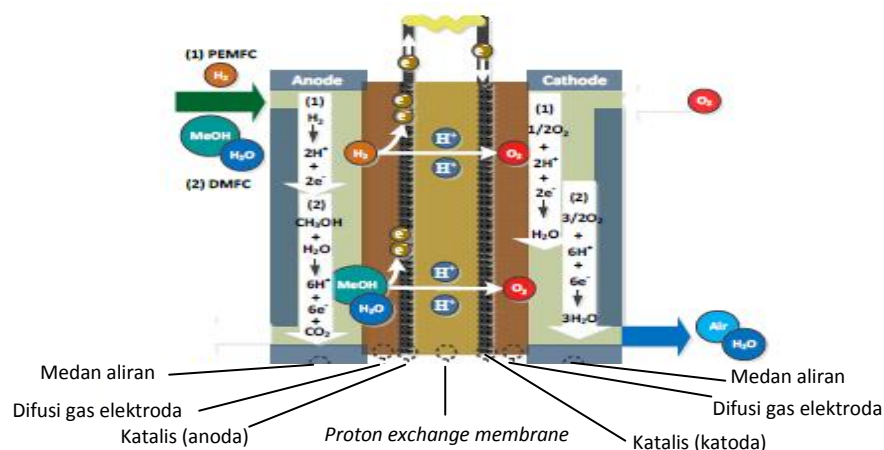


Gambar 2.1. Perbandingan 6 tipe sel bahan bakar berdasarkan jenisnya. (Vaghari *et al.*, 2013:2)

Perbedaan 6 tipe sel bahan bakar dapat diilustrasikan dari Gambar 2.1 bahwa setiap tipe sel bahan bakar memiliki temperatur operasi yang berbeda seperti SOFC yang beroperasi pada temperatur 700-1000°C, MCFC pada 630-650°C, AFC pada 50-200°C, PAFC pada 190-200°C, PEMFC pada 50-200°C, dan DMFC pada 50-110°C. Jenis elektrolit yang digunakan juga berbeda untuk setiap sel bahan bakar, SOFC menggunakan keramik padat zirkonia oksida, MCFC menggunakan keramik padat ceragodolinia oksida, AFC menggunakan lelehan litium karbonat, PAFC menggunakan kalium hidroksida, PEMFC dan DMFC menggunakan asam sulfat atau larutan asam sulfat yang dicampurkan ke dalam membran padat atau larutan asam sulfat. Bahan bakar untuk SOFC, MCFC, AFC, PAFC dan PEMFC menggunakan H_2 sedangkan, DMFC menggunakan metanol (MeOH).

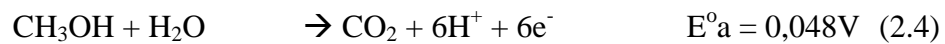
2.2 Direct Methanol Fuel Cell (DMFC)

Ada dua tipe *proton exchange membrane fuel cell* (PEMFC) yaitu *hydrogen fuel cell* dan *direct methanol fuel cell* (DMFC) keduanya merupakan *proton exchange membrane* yang dimanfaatkan untuk transfer proton. Dalam *hydrogen fuel cell* pada anoda, hidrogen teroksidasi membebaskan dua proton dan dua elektron. Proton terkonduksi oleh lapisan katalis melalui *proton exchange membrane* dan elektron berjalan melalui lintasan listrik pada katoda, oksigen tereduksi menghasilkan air. Sedangkan dalam *direct methanol fuel cell* larutan metanol dan air diumpankan pada anoda dimana metanol dan air secara internal teroksidasi membentuk elektron dan proton. Reaksi pada katoda dalam DMFC hampir sama dengan *hydrogen fuel cell* (Vaghari *et al.*, 2013:4). Dalam DMFC metanol secara langsung diberikan pada sel tanpa ada pengolahan bahan bakar. Metanol dapat dioperasikan dalam sistem sel bahan bakar pada temperatur kamar, dibandingkan hidrogen yang beroperasi pada temperatur lebih tinggi dari 80°C (Othman *et al.*, 2010:1).

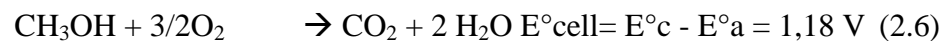


Gambar 2.2. Skematik sistem DMFC (Ye *et al.*, 2012:914).

Sistem DMFC dapat diilustrasikan pada Gambar 2.2, metanol pada anoda yang mengalami oksidasi menghasilkan ion hidrogen (H^+) dan elektron (e^-) (persamaan (2.4)). Elektron terlepas mengalir melewati suatu lintasan listrik sepanjang anoda menuju katoda. Secara serempak ion hidrogen mengalir menuju katoda melewati membran elektrolit. Pada katoda, elektron dan ion hidrogen akan bereaksi dengan oksigen membentuk air dan melepaskan panas (persamaan 2.5) (Othman *et al.*,2010:1).



Pada DMFC reaksi sel menghasilkan gas CO_2 dan H_2O seperti berikut:



(Handayani, 2008:39).

Dalam operasi DMFC, PEM memiliki tiga fungsi utama, diantaranya : (1) sebagai konduktor ion antara anoda dan katoda, (2) sebagai pemisah bahan bakar (metanol) dan oksidan (oksigen atau air), dan (3) sebagai insulator antara katoda dan anoda sehingga elektron bertingkah laku melewati suatu lintasan elektronik dan tidak langsung melewati membran (Othman *et al.*,2010:1). Secara umum DMFC ini digunakan untuk keperluan energi alat-alat *portable* seperti *handphone*, laptop, kalkulator dan juga sebagai mesin penggerak *fuel cell* pada kendaraan bermotor (Im, 2011:26).

2.3 Membran untuk *Direct Methanol Fuel Cell*

Proton exchange membrane (PEM) diaplikasikan secara luas pada berbagai bidang diantaranya dalam proses pemurnian dan sel bahan bakar (*fuel cells*). Sifat utama yang dimiliki oleh membran ini adalah kemampuannya untuk menukarkan ion (Pramono *et al*, 2012:71). PEM merupakan salah satu komponen yang sangat penting yang digunakan pada *fuel cell*. Komponen ini berfungsi untuk memisahkan reaktan dan sebagai sarana transportasi ion hidrogen (H^+) yang dihasilkan oleh reaksi anoda menuju katoda. Karakteristik membran elektrolit untuk aplikasi DMFC adalah konduktivitas ionik yang besar, menghindari adanya permeabilitas metanol, kestabilan kimia dan mekanik (Hartanto *et al.*, 2007:206).

Saat ini membran yang banyak digunakan untuk aplikasi PEMFC/DMFC adalah membran yang terbuat dari fluoro polimer dengan menambahkan rantai cabang yang mengandung gugus sulfonat, membran ini dikenal dengan nama nafion. Kemampuan nafion untuk penghantar proton sudah cukup efisien dengan konduktivitas sekitar 0,082 S/cm. Adapun permasalahan utama dari sistem DMFC ini adalah adanya permeabilitas metanol melalui membran (*methanol crossover*) yang sulit dihindari. *Methanol crossover* tidak hanya menyebabkan sebagian kecil bahan bakar (metanol) yang digunakan hilang tetapi juga menyebabkan katoda tergenang yang berakibat laju reaksi di katoda menjadi lebih lambat yang berarti menurunkan kerja voltase sel secara keseluruhan (Hartanto *et al.*, 2007:206).

Sifat PEM yang baik adalah memiliki permeabilitas metanol relatif rendah, stabilitas termal baik, kemampuan modifikasi kimia, dapat menyimpan air pada

temperatur tinggi, dan harga relatif murah. Kitosan sangat menarik perhatian di berbagai bidang, seperti teknologi pengolahan air, membran pemisah, dan PEM. (Tohidian *et al.*, 2013:2124). Membran berbahan dasar kitosan dengan mudah dibentuk, hidrofilitas tinggi, dan memiliki sifat kimia dan stabilitas termal yang baik. Kitosan adalah biopolimer alam yang melimpah sehingga menarik perhatian sebagai material untuk *alkaline polymer electrolyte fuel cell*, *direct methanol fuel cell* dan *biofuel cell* (Vaghari *et al.*, 2013:7).

2.4 Membran Komposit

Komposit mempunyai suatu pengertian yang sangat luas dan kompleks. Secara umum definisi komposit adalah gabungan dua atau lebih material untuk mendapatkan suatu material baru. Bahan komposit mempunyai komposisi dan ciri-ciri yang berbeda dari sifat dan ciri konstituen asalnya. Dengan kata lain, bahan komposit adalah bahan yang heterogen yang terdiri dari fasa terdispersi dan fasa pendispersi. Fasa terdispersi selalu terdiri bahan pengukuh, sedangkan fasa pendispersi terdiri dari matriks (Im, 2011:30).

Membran komposit terdiri dari polimer organik dan pengisi anorganik yang dapat meningkatkan *performance* membran misalnya, zeolit yang telah ditambahkan ke dalam membran polimer untuk meningkatkan selektivitas pemisahan gas. Silika digunakan untuk mengurangi pembengkakan berlebihan sehingga dapat mengontrol kadar air, mengurangi permeabilitas metanol, meningkatkan stabilitas mekanik dan konduktivitas proton dalam PEM untuk sel bahan bakar (Ulbricht, 2006:2243).

Pada dekade terakhir, nanopartikel logam dan nanokomposit mendapat perhatian lebih terutama pada sifatnya. Sifat yang unik pada nanomaterial diakibatkan oleh ukurannya yang kecil dan luas permukaan yang spesifik. Teknologi nano ini dapat diaplikasikan dalam membuat membran nanokomposit. Contohnya adalah kitosan, karena diketahui bahwa kitosan merupakan polimer alam. Membran yang terbuat hanya dari kitosan saja memiliki kekurangan (Handayani, 2009:26) seperti hilangnya kekuatan mekanik membran pada keadaan basah (Vaghari *et al.*, 2013:9), sehingga harus dicampur/dikomposit dengan bahan lain (Handayani, 2009:26).

Nanokomposit organik-anorganik mewakili pendekatan lain yang berguna untuk modifikasi PEM. Clay dan nanopartikel silika merupakan dua bahan anorganik utama dalam modifikasi PEM. Inkorporasi clay dalam PEM memperkenalkan jalur berliku untuk molekul metanol yang menghasilkan penurunan *methanol crossover* dengan menurunnya derajat *swelling* metanol. Kehadiran nanopartikel silika di PEM membantu mempertahankan kadar air dan meningkatkan stabilitas termal polimer (Su *et al.*, 2007:21).

2.5 Teknik Pembuatan Membran Komposit

Menurut Mulder, sebagaimana dikutip oleh Muliawati (2012:38) ada beberapa teknik yang dapat digunakan untuk membuat membran yaitu *sintering*, *stretching*, *track-etching*, *template leaching*, inversi fasa, dan *coating*. Inversi fasa merupakan metode yang paling sering digunakan untuk membuat membran. Inversi fasa adalah proses transformasi polimer dari fasa cair ke fasa padat. Proses

pemadatan (solidifikasi) ini diawali dengan perubahan satu fasa cair menjadi dua fasa cair yang saling campur. Peristiwa ini disebut pemisahan cair-cair (*liquid-liquid demixing*). Salah satu fasa cair tersebut adalah fasa yang kaya polimer. Fasa ini akan memadat selama proses inversi fasa sehingga membentuk matriks padat (membran) (Pinem & Angela, 2011:3).

Metode inversi fasa dapat dilakukan melalui beberapa teknik, diantaranya:

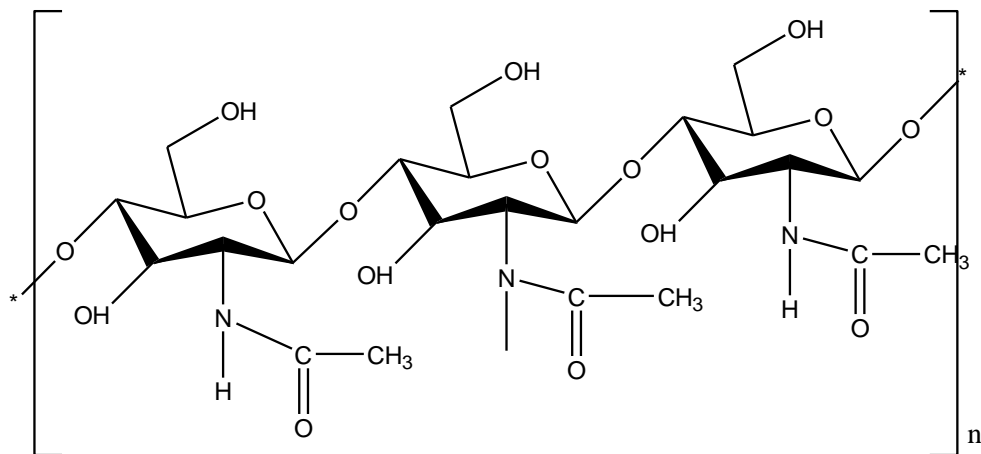
- 1) Pengendapan dengan penguapan pelarut
- 2) Pengendapan dalam fasa uap
- 3) Pengendapan dengan penguapan terkontrol
- 4) Pengendapan melalui pencelupan (Pinem & Angela, 2011:3).

Dibanding dengan teknik yang lain inversi fasa mempunyai kelebihan diantaranya mudah dilakukan, pembentukan pori dapat dikendalikan dan dapat digunakan pada berbagai macam polimer (Shofa *et al.*, 2012:2).

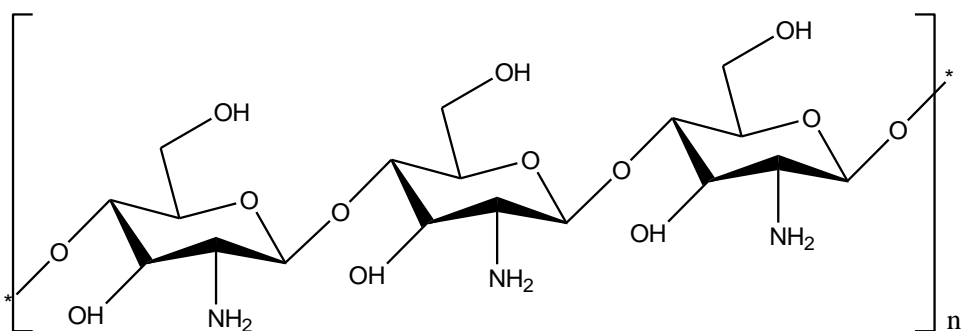
Besarnya perbedaan antara polimer dan material anorganik menyebabkan terjadinya penggumpalan *nanofillers*. Pencampuran larutan adalah jalan sederhana membuat membran nanokomposit polimer-anorganik. Pertama polimer dilarutkan dalam pelarut untuk membentuk larutan, dan selanjutnya nanopartikel anorganik ditambahkan ke dalam larutan dan terdispersi dengan pengadukan. Metode ini mudah dilakukan dan sesuai untuk semua jenis material anorganik, dan konsentrasi dari polimer dan komponen anorganik mudah dikontrol. Meskipun mudah, komposisi material anorganik memungkinkan terjadinya penggumpalan pada membran (Cong *et al.*, 2007:3).

2.6 Kitosan

Kitosan merupakan senyawa polimer dari 2-amino-2-dioksi- β -D-Glukosa yang dapat dihasilkan dari kitin yang dihilangkan gugus asetilnya dengan menggunakan basa pekat. Secara umum, kitin dengan derajat deasetilasi di atas 70% disebut sebagai kitosan. Saat ini kitosan mempunyai banyak sekali kegunaan, antara lain dalam bidang kesehatan, pengolahan air, membran, hidrogel, antioksidan, dan pengemas makanan (Purwanti, 2010:100). Struktur kitin dan kitosan dapat dilihat pada gambar berikut.



Kitin (poli-N-asetil-glukosamin)



Kitosan (poli-glukosamin)

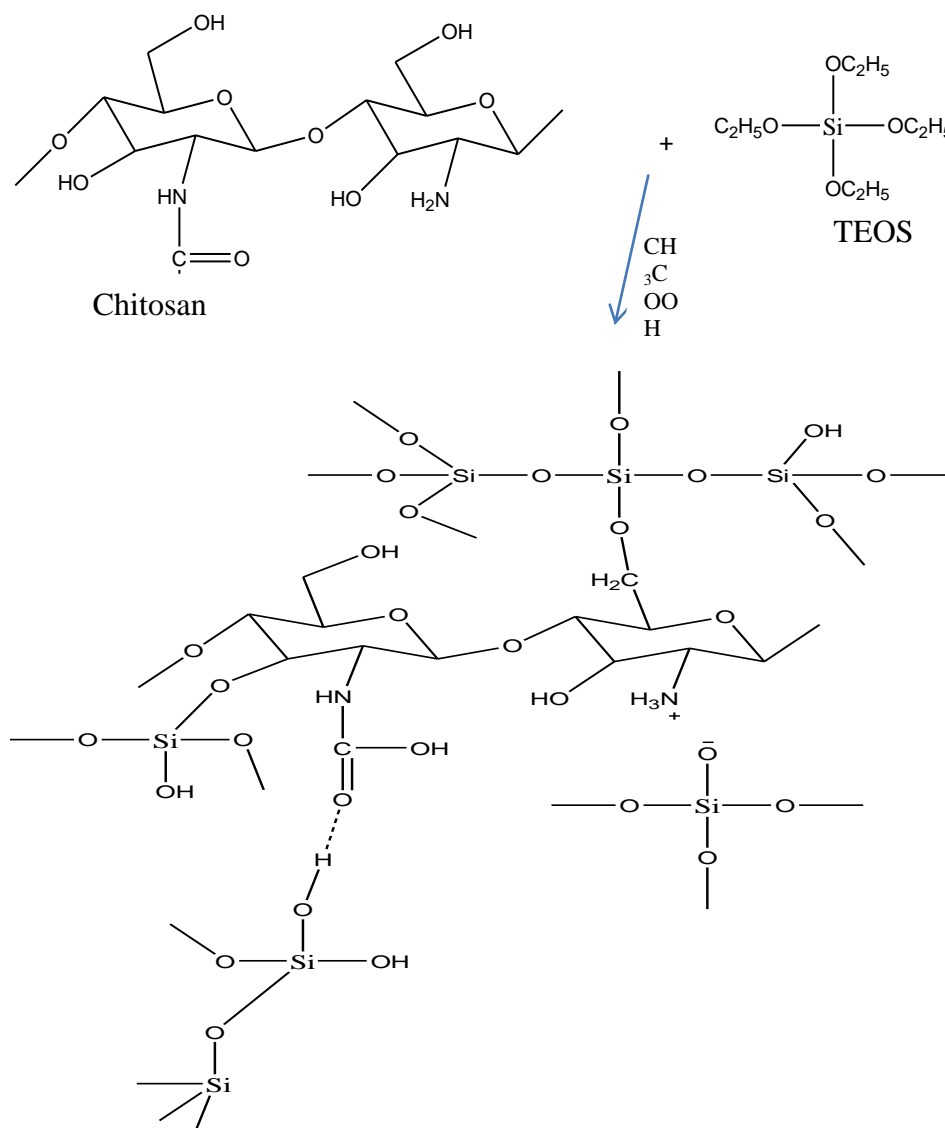
Gambar 2.3. Struktur molekul kitin dan kitosan(Kaban, 2009:2)

Dapat diperhatikan pada Gambar 2.3 struktur molekul kitin masih ada gugus asetil pada gugus atom C-2, sedangkan untuk kitosan gugus asetil pada gugus atom C-2 sudah dihilangkan.

Kitosan tidak larut dalam air tapi larut dalam pelarut asam dengan pH di bawah 6,0. Pelarut yang umum digunakan untuk melarutkan kitosan adalah asam asetat 1%, dengan pH sekitar 4,0. Pada pH di atas 7,0 stabilitas kelarutan kitosan sangat terbatas. Pada pH tinggi, cenderung terjadi pengendapan dan larutan kitosan membentuk kompleks polielektrolit dengan hidrokoloid anionik menghasilkan gel. Kitosan merupakan polielektrolit kationik (pKa 6,5) karena adanya gugus amino, hal ini sangat jarang terjadi secara alami (Kaban, 2009:4). Kitosan mengandung gugus $-NH_2$ bebas, gugus ini menghasilkan muatan positif ketika kitosan dilarutkan dalam media asam (Tiwary & Rana, 2010:444). Kitosan bersifat basa karena:

1. Dapat larut dalam media asam encer membentuk larutan yang kental, sehingga dapat digunakan untuk pembuatan gel dalam beberapa variasi konfigurasi seperti butiran, membran, pelapis, kapsul, serat dan spons.
2. Membentuk kompleks yang tidak larut dalam air dengan polielektrolit anion yang dapat digunakan untuk pembuatan butiran, gel, kapsul, dan membran.
3. Dapat digunakan sebagai pengkhelat ion logam berat di mana gelnya menyediakan sistem proteksi terhadap efek destruksi dari ion (Kaban, 2009:4).

Kitosan memiliki gugus hidroksil dan amin yang dapat memberi jembatan hidrogen secara intermolekuler atau intramolekuler. Dengan demikian terbentuk jaringan hidrogen yang kuat, membuat kitosan tidak larut dalam air. Gugus fungsi dari kitosan (gugus hidroksil primer pada C-6, gugus hidroksil sekunder pada C-3 dan gugus amino pada posisi C-2) membuatnya mudah dimodifikasi secara kimia (Kaban, 2009:5).



Gambar 2.4. Skematik gambaran reaksi hibrid kitosan-silika (Sagheer & Muslim, 2009:3).

Gambar 2.4 merupakan ilustrasi interaksi antara kitosan dan TEOS. Formasi yang diperkirakan adalah adanya ikatan hidrogen antara gugus amin dari kitosan dengan gugus silanol, ikatan ionik antara gugus amino kitosan dan gugus silanol, dan ikatan kovalen karena esterifikasi kitosan oleh gugus hidroksil pada gugus silanol jaringan silika.

2.7 Nanosilika

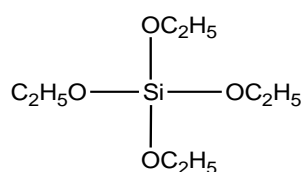
Silika banyak digunakan di industri karena sifat dan morfologinya yang unik, meliputi: luas permukaan dan volume porinya yang besar, dan kemampuan untuk menyerap berbagai zat seperti air, oli serta bahan radioaktif. Pada umumnya silika bisa bersifat hidrofobik ataupun hidrofilik sesuai dengan struktur dan morfologinya. Silika memiliki dua gugus fungsi yang berbeda pada permukaannya, yaitu gugus silanol (Si-OH) dan gugus siloksan (Si-O-Si). Suatu permukaan dengan 5-6 gugus silanol per nm^2 , menghasilkan silika yang hidrofilik. Gugus siloksan bersifat inert sehingga silika bersifat hidrofobik. Sifat hidrofobik ini muncul karena reaksi silika dengan organosilane atau silikon (Retnosari, 2013:6)

Partikel anorganik skala nano menjadi material baru dalam dunia optik dan properti magnetik dibandingkan dengan sebagian besar material konvensional. Secara luas partikel ini digunakan untuk pembuatan material hibrid organik-anorganik yang berpotensi besar dalam berbagai aplikasi industri karena karakteristiknya yang spesifik yang tidak dapat dijangkau oleh senyawa organik atau senyawa anorganik itu sendirian. Nanosilika telah digunakan secara luas sebagai

filler dalam membran nanokomposit dan nanosilika sangat menarik perhatian peneliti karena aplikasinya yang menjanjikan dalam bidang ilmu pengetahuan dan teknologi (Su *et al.*, 2013:1). Neburchilov *et al.* (2007) melaporkan bahwa adisi nanosilika pada membran nafion (nafion/SiO₂) untuk DMFC dapat meningkatkan konduktivitas proton dengan rasio 0,33-0,38 dibandingkan membran nafion.

Nanopartikel silika dapat diproduksi melalui dekomposisi temperatur tinggi dengan prekursor logam organik. Proses ini juga disebut sebagai *chemical vapor condensation* (CVC). Dalam CVC, silika nanopartikel diproduksi dengan mereaksikan silikon tetraklorida. Kesulitan dalam metode ini adalah mengontrol reaksi SiCl₄ dengan hidrogen dan oksigen, ukuran partikel, morfologi, dan fase komposisi adalah kerugian utama dalam sintesis ini. Meskipun demikian, metode ini menonjol dan telah digunakan untuk menghasilkan nanopartikel silika secara komersial dalam bentuk serbuk (Rahman & Padavettan, 2012:2).

Proses sol-gel menjadi penelitian yang menarik yang sedang dipelajari untuk sintesis silika nanopartikel. Metode Stober pertama kali diperkenalkan menggunakan katalis amonia pada hidrolisis dan kondensasi *ethoxysilanes* dengan alkohol sebagai pelarut untuk menghasilkan partikel silika yang seragam. (Jafrezadeh *et al.*, 2009:328). TEOS merupakan prekursor silika yang umum digunakan karena mudah dimurnikan dan kecepatan reaksinya lambat dan terkontrol (Pandey *et al.*, 2011:75). Gambar 2.5 merupakan rumus struktur TEOS (*Tetraethylorthosilicate*).



Gambar 2.5 Rumus struktur *Tetraethylorthosilicate* (TEOS)

Bogush dan Zukoski sebagaimana dikutip oleh Jafarzadeh *et al* (2009) telah berhasil menghasilkan partikel silika monodispersi dengan kisaran ukuran 40 nm dan beberapa mikrometer dengan modifikasi metode Stöber. Bogush dan Zukoski percaya bahwa konsentrasi TEOS, konsentrasi amonia, konsentrasi air, serta jenis pelarut (alkohol), dan suhu reaksi merupakan parameter utama yang mengatur ukuran dan distribusi partikelnya. Selain itu, proses sol-gel telah menjadi penelitian yang menarik yang sedang dipelajari untuk sintesis silika nanopartikel (Jafarzadeh *et al.*, 2009:328).

Prosessol-gel dapat dilihat dari dua langkah proses pembentukan. Langkah pertama adalah hidrolisis logam alkoksida dan yang kedua adalah reaksi polikondensasi. Reaksi sol-gel dari alkoxy silane dapat digambarkan sebagai berikut:

Hidrolisis: (sumber: Zou *et al.* 2008:3902)



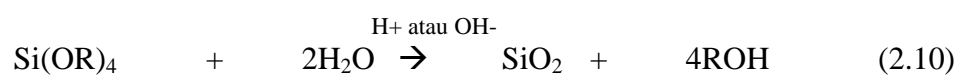
Polikondensasi :



Dan/ atau



Jika reaksi sol-gel selesai silika yang diperoleh memadat, proses ini dapat diringkas menurut persamaan berikut:



Prekursor yang paling umum digunakan adalah TEOS karena mudah dimurnikan dan memiliki laju reaksi relatif lambat dan terkontrol (Zou *et al.* 2008:3902).

2.8 Karakterisasi

2.8.1 Analisis Ukuran Partikel dengan *Surface Area Analyzer*

Teknologi karakterisasi partikel banyak digunakan dalam industri di seluruh dunia. *Surface Area Analyzer* digunakan untuk karakterisasi partikel serbuk dan berpori seperti pada bidang otomotif, kimia, keramik, kertas, baterai pemisah, penyaringan, farmasi, dan tenaga metalurgi. Untuk pengujian sebelum penyerapan gas, permukaan padatan harus bebas dari kontaminasi seperti air dan minyak. Pembersihan permukaan (*degassing*) lebih dipilih untuk mengangkat sampel padat dalam sel kaca dan di bawah pemanasan vakum atau aliran gas. Molekul gas masuk pada permukaan padatan (*adsorbent*) dan cenderung membentuk lapisan tipis yang menutupi seluruh permukaan *adsorbent*. *Brunauer, Emmett and Teller* (B.E.T) adalah teori yang dapat memperkirakan jumlah molekul yang dibutuhkan untuk menutupi permukaan *adsorbent* dengan *monolayer* dari molekul *adsorbate*, N_m . *Multiplying* N_m dari permukaan sekat-sekat pesilangan dari molekul *adsorbate* yang diberikan pada daerah permukaan sampel (Quantachrome Corporation, 2008:2).

Ketika melakukan pengukuran BET, sampel ditempatkan dalam *chamber* kemudian divakumkan. Tujuannya adalah agar tidak ada atom gas yang menempel pada permukaan material. Kemudian gas dalam jumlah tertentu dimasukkan ke dalam *chamber*. Jumlah gas ini menghasilkan tekanan awal P_0 . Gas yang digunakan umumnya gas *inert*. Sebagian atom gas kemudian mulai menempel pada permukaan sampel (teradsorpsi) hingga akhirnya seluruh

permukaan sampel sudah ditutupi penuh oleh molekul gas. Tidak ada adsorpsi lebih lanjut sehingga tekanan di dalam *chamber* tidak berubah lagi dan menjadi P (tekanan keseimbangan) (Abdullah & Khairurrijal, 2010:96).

Perbedaan tekanan awal dan tekanan keseimbangan memberikan informasi berat atom gas yang diadsorpsi permukaan sampel. Persamaan yang menghubungkan kedua tekanan tersebut adalah

$$\frac{1}{W\left[\left(\frac{P_0}{P}\right)-1\right]} = \frac{1}{WmC} + \frac{C-1}{WmC} \frac{P}{P_0} \quad (2.11)$$

Dengan c adalah konstanta, W adalah berat atom yang diadsorpsi dalam satuan mol per gram sampel, dan Wm adalah berat atom yang menempel pada permukaan sampel untuk membentuk satu lapisan penuh pada permukaan sampel dalam satuan mol per gram sampel. Nilai inilah yang sangat penting untuk menentukan luas permukaan sampel (Abdullah & Khairurrijal, 2010:97).

Nilai W dapat dihitung dari perubahan tekanan gas. Dari data P_0 dan P serta harga W yang dihitung maka dapat digunakan untuk membuat kurva $\frac{1}{W\left[\left(\frac{P_0}{P}\right)-1\right]}$ sebagai fungsi P/P_0 . Perpotongan kurva dengan sumbu tegak (i) adalah $1/WmC$. Kemiringan kurva (s) tersebut adalah $(c-1)/WmC$. Berdasarkan s dan i, Wm dapat ditentukan dengan persamaan:

$$Wm = \frac{1}{WmC} \quad (2.12)$$

Konstanta BET (C) dapat ditentukan dari persamaan:

$$C = \frac{s}{i} + 1 \quad (2.13)$$

Luas permukaan total dapat dihitung dari persamaan:

$$St = \frac{Wm NA \sigma}{M} \quad (2.14)$$

dengan St adalah luas permukaan total, N_A adalah bilangan Avogadro, dan σ adalah luas penampang atom *adsorbate* (Lowell & Shields, 1998:22).

Metode BET dapat digunakan untuk memprediksi diameter rata-rata partikel dalam serbuk jika dianggap ukuran partikel berbentuk bola. Cara menentukannya sebagai berikut. Misalkan diameter rata-rata partikel adalah D . Luas permukaan satu partikel adalah

$$S_1 = \pi D^2 \quad (2.15)$$

Jika terdapat N partikel maka luas total permukaan semua partikel adalah

$$S = NS_1 \quad (2.16)$$

Volum satu partikel adalah

$$V_1 = \frac{\pi D^3}{6} \quad (2.17)$$

Jika masa jenis partikel adalah ρ maka massa satu partikel adalah

$$m_1 = \rho V_1 \quad (2.18)$$

Dan massa total semua partikel adalah

$$m = Nm_1 \quad (2.19)$$

Luas permukaan spesifik sampel menjadi

$$s = \frac{S}{m} = \frac{Ns_1}{Nm_1} = \frac{\pi D^2}{\rho \pi D^3 / 6} \quad (2.20)$$

atau

$$D = \frac{6}{\rho s} \quad (2.21)$$

Nilai p diperoleh dari referensi sedangkan nilai s diperoleh dari pengukuran BET. Dari dua nilai tersebut maka diameter rata-rata partikel dapat ditentukan (Abdullah & Khairurrijal, 2010:100).

2.8.2 Uji Swelling

Swelling (pengembangan) adalah peningkatan volume material pada saat kontak dengan cairan, gas, atau uap. Pengujian ini dilakukan antara lain untuk memprediksi zat yang bisa terdifusi melalui material-material tertentu. Berhubungan dengan sifat termodinamika polimer dalam larutan berbeda-beda, maka tidak ada teori yang bisa memprediksikan dengan pasti tentang sifat pengembangan. Ketika matriks mengembang, ion-ion kecil terperangkap dalam matriks, sehingga memberikan peluang yang lebih besar bagi pelarut untuk mengisi ruang-ruang kosong yang ditinggalkan (Gustian, 2013)

Swelling air penting dalam menentukan kinerja akhir dari membran pertukaran proton. Dalam semua bahan polimer, air dibutuhkan sebagai fase gerak untuk memfasilitasi konduktivitas proton. Kontrol penyerapan air sangat penting untuk mengurangi efek pembengkakan dan degradasi sifat mekanik membran di lingkungan lembab, seperti tekanan antar membran elektroda (Hickner *et al.*, 2004:4589).

Adapun cara pengujiannya yaitu sampel membran dikeringkan dalam oven kemudian ditimbang, diperoleh berat kering membran (*W_{kering}*). Kemudian sampel membran tersebut direndam dalam air selama 24 jam pada suhu kamar. Kemudian sampel membran yang telah direndam air ditimbang dan didapatkan

berat basah membran (W_{basah}) (Hartanto *et al.*, 2007:206). *Swelling* air pada membran dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$Swelling = \frac{W_{basah} - W_{kering}}{W_{kering}} \times 100\% \quad (2.22)$$

2.8.3 Uji Konduktivitas Proton

Konduktivitas proton ditentukan dua mekanisme: "lompatan proton" (Grotthus) dan migrasi proton terhidrasi (Vehicle). Mekanisme Grotthus transfer proton terjadi melalui ikatan hidrogen, sedangkan pada mekanisme Vehicle transfer proton terjadi dengan bantuan air $[H^+(H_2O)_n]$ (Li, 2009: 16). Penggunaan aditif dalam membran merupakan pendekatan utama untuk meningkatkan konduktivitas proton (Neburchilov *et al.*, 2007:223). Pengukuran konduktivitas proton dilakukan pada kelembaban relatif 98%. Spesimen direndam dalam aqua demineral sebelum tes. Konduktivitas (σ) dari penampang melintang sampel dihitung dari data impedansi (Su *et al.*, 2007:23).

LCR Meter adalah instrumen *portable test* dengan akurasi yang tinggi digunakan untuk mengukur induktor, kapasitor dan resistor dengan akurasi dasar 0,2%. LRC meter adalah instrumen pengukuran impedansi yang paling canggih untuk saat ini. Frekuensi pengukuran adalah 100Hz, 120Hz, 1KHz, 10KHz atau 100KHz dapat dipilih berdasarkan rentang aplikasi. Tegangan uji 50mVrms, 0,25Vrms, 1Vrms atau VDC (hanya DCR) juga dapat dipilih berdasarkan rentang aplikasi (Parkway & Linda, 2009:1).

LCR meter memiliki aplikasi dalam laboratorium teknik listrik, fasilitas produksi, layanan penjualan, dan sekolah. LCR meter dapat digunakan untuk menentukan nilai ESR dari kapasitor, nilai jenis, nilai presisi, mengukur induktor, kapasitor atau resistor yang belum diketahui, dan untuk mengukur kapasitansi, induktansi atau resistansi dari kabel, saklar, *circuit board foils* dan lain sebagainya (Parkway & Linda, 2009:2).

Konduktivitas membran diukur menggunakan alat LCR-meter. Membran terlebih dahulu diukur ketebalannya menggunakan jangka sorong digital dan dipotong menjadi ukuran 2x2 cm². Membran dijepit di antara 2 elektroda yang kemudian dihubungkan dengan kutub positif dan negatif pada alat LCR meter sehingga terukur nilai impedensi membrannya (Putro, 2013:3). Berikut adalah persamaan yang digunakan untuk menentukan konduktivitas proton:

$$\sigma = G \frac{L}{A} \quad (2.23)$$

Dengan σ : Konduktivitas proton (S/cm atau $\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$)
 G: Konduktansi (S)
 L: Tebal membran (cm)
 A: Luas penampang (cm²) (Handayani, 2008:63)

2.8.4 Permeabilitas metanol

Permeabilitas suatu membran merupakan ukuran kecepatan dari suatu spesi atau konstituen menembus membran. Permeabilitas atau fluks yang mengalir melalui membran didefinisikan dengan jumlah volume permeat yang melewati membran per satuan luas permukaan per satuan waktu. Harga fluks menunjukkan kecepatan alir permeat saat melewati membran. Harga fluks ini sangat tergantung pada jumlah dan ukuran pori-pori membran (Muliawati, 2012:47). Karakteristik

PEM yang baik adalah yang memiliki permeabilitas rendah (Hickner *et al.*, 2004:4587).

Permeabilitas metanol diukur pada suhu kamar menggunakan metode difusi sel menggunakan persamaan 2.24. Membran diletakkan diantara dua sel (A dan B). Mula-mula sel A berisi larutan metanol 1M (CA) sebagai sisi umpan, dan sel B berisi *aquadest* sebagai sisi *permeation*. Masing-masing sel diaduk selama 3 jam, kemudian larutan di sel B dianalisis konsentrasi metanolnya (CB). Konsentrasi metanol diukur berdasarkan densitas larutan (Dewi, 2009: 29). Persamaan untuk menentukan permeabilitas metanol adalah sebagai berikut:

$$P = \frac{1}{A} \frac{C_B L}{C_A t} V_B \quad (2.24)$$

Dengan P : Permeabilitas metanol membran (cm²/s)

A : Luas membran (cm²)

C_A : konsentrasi metanol dalam reservoir A (M)

C_B : konsentrasi metanol dalam reservoir B (M)

V_B : volume larutan metanol dalam reservoir B (cm³)

t : waktu permeasi (s)

L : tebal membran (cm) (Hartanto *et al.*, 2007:207).

2.8.5 Selektivitas membran

Di dalam membran untuk proses pemisahan seperti pervaporasi dan pemisahan gas, selektivitas merupakan parameter yang didefinisikan sebagai rasio aliran permeasi dua komponen. Selektivitas digunakan untuk mengevaluasi efisiensi pemisahan dari membran. Dalam aplikasi DMFC digunakan untuk menentukan selektivitas PEM terhadap proton dan metanol. Nilai selektivitas ditentukan berdasarkan persamaan (3.1).

$$\beta = \frac{\sigma}{P} \quad (2.25)$$

dengan: β : selektivitas membran
 σ : konduktivitas proton
P : permeabilitas metanol (Wang *et al.*, 2010: 284).

2.8.6 Analisis Gugus Fungsi

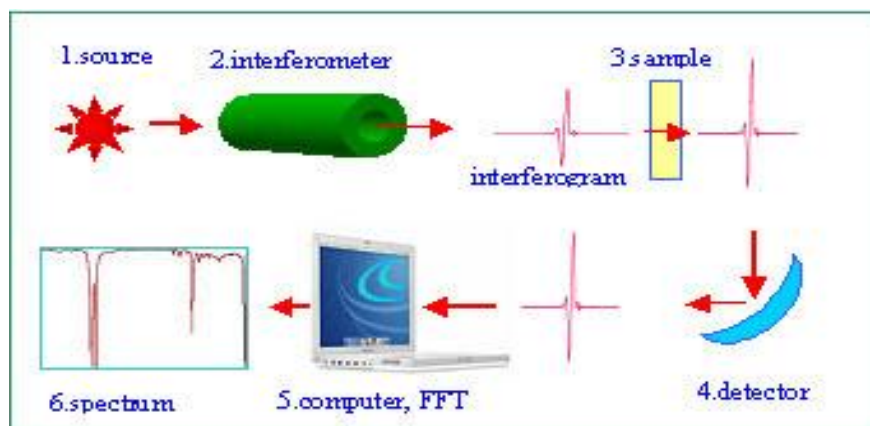
Fourier Transform InfraRed merupakan kepanjangan dari FTIR, metode yang digunakan adalah spektroskopi infra merah. Dalam spektroskopi infra merah, radiasi IR berjalan melewati sampel. Beberapa radiasi IR diserap oleh sampel dan yang lain dilewatkan (*transmitted*). Hasil spektrum yang ditampilkan merupakan molekul yang diserap dan yang ditransmisikan, menimbulkan puncak seperti sidik jari yang dihasilkan dari sampel. Seperti sidik jari yang ditampilkan tidak ada struktur molekul lain yang memiliki spektrum infra merah unik yang sama, sehingga spektroskopi infra merah sangat berguna untuk beberapa jenis analisis (Thermo Nicolet, 2001:2).



Gambar 2.6. Instrumen FTIR

Instrumen FTIR memiliki 5 komponen. Berikut ini adalah komponen-komponen yang terintegrasi dalam instrumen FTIR.

- 1) *Source*,
- 2) *Interferometer*,
- 3) *Sample*,
- 4) *Detector*, dan
- 5) *Computer*



Gambar 2.7. Skema prinsip kerja instrumen FTIR

Dari Gambar 2.7 Dapat diilustrasikan mengenai prinsip kerja instrumen FTIR. Berikut merupakan proses analisis sampelnya. Energi *InfraRed* yang dipancarkan dari sebuah benda hitam menyala. Energi ini melewati logam yang mengontrol jumlah energi yang diberikan kepada sampel. Sinar memasuki interferometer dan spectral encoding mengambil tempat, kemudian sinyal yang dihasilkan keluar dari interferogram. Sinar memasuki kompartemen sampel diteruskan melalui cermin dari permukaan sampel yang tergantung pada jenis analisis. Sinar lolos ke detector untuk pengukuran akhir. Detector ini khusus digunakan untuk mengukur sinar interferogram khusus. Sinyal diukur secara digital dan dikirim ke komputer untuk diolah oleh Fourier Transformation. Spektrum disajikan untuk interpretasi lebih lanjut (Thermo Nicolet, 2001:5).

Pengujian FTIR memiliki 3 fungsi, yaitu (1) untuk mengidentifikasi material yang belum diketahui, (2) untuk menentukan kualitas atau konsistensi sampel, dan (3) untuk menentukan intensitas suatu komponen dalam sebuah campuran. FTIR merupakan pengujian kuantitatif untuk sampel. Ukuran puncak (*peak*) data FTIR menggambarkan jumlah atau intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam sebuah sampel (Thermo Nicolet, 2001:2).

Adapun teknik preparasi sampel pengujian FTIR untuk sampel membran yaitu dengan mencampurkan 1 mg membran dengan 100 mg KBr. Campuran kemudian dihaluskan dengan mortar dan dimasukkan dalam pellet dan ditekan hingga membentuk lapisan yang transparan. Selanjutnya pellet dimasukkan ke tempat sampel dan diuji pada daerah spektra 300-4000 cm^{-1} (Wafiroh & Abdulloh, 2012:39).

Tabel 2.1. Daftar gugus fungsi kitosan-silika

Gugus fungsi	Billangan gelombang (cm^{-1})	Referensi
Si-OH	969	Sagheer & Muslim, 2010
Si-O-Si	1000-1100	Sudiarta <i>et al.</i> , 2013
Si-O-C	1069 dan 795	Sagheer & Muslim, 2010
Si-O-Al	787 dan 542	Ghogomu <i>et al.</i> , 2013
-OH	3400-3500	Sudiarta <i>et al.</i> , 2013
C-O	1060 dan 1084	Sagheer & Muslim, 2010
C-N	1616	Sagheer & Muslim, 2010
C-H	1402	Sagheer & Muslim, 2010
C-O-C	1152	Sagheer & Muslim, 2010

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Semarang. Sintesis dan karakterisasi nanosilika dan membran komposit kitosan-nanosilika dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika dan Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (MIPA) Universitas Negeri Semarang. Analisis gugus fungsi dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Gadjah Mada (UGM) Yogyakarta.

3.2 Variabel Penelitian

Variabel penelitian ini dibagi menjadi 3 macam yaitu:

3.2.1 Variabel Bebas

Variabel bebas pada penelitian ini adalah komposisi nanosilika dengan variasi berat diantaranya adalah 0 ; 0,5 ; 1 ; 2 ; 3 ; 5 ; dan 10 % b/b kitosan.

3.2.2 Variabel Terikat

Variabel terikat pada penelitian ini adalah karakteristik membran kitosan-nanosilika berdasarkan konduktivitas proton, *swelling* air, dan permeabilitas metanol.

3.2.3 Variabel Kontrol

33

Variabel kontrol untuk sintesis nanosilika dan membran komposit pada penelitian ini meliputi alat penelitian, cara kerja, kecepatan pengadukan campuran, temperatur sintesis membran 60°C, berat kitosan 1 gram, konsentrasi pelarut (CH₃COOH) dan ukuran cetakan 20 x 20 cm.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat yang digunakan dalam penelitian

Seperangkat alat gelas (beaker glass, gelas ukur, pipet tetes, pipet gondok, labu takar, pengaduk) (Pirex), Plat kaca 20 x 20 cm, magnetic stirrer (IKAMAG), oven (Mammert), *Furnace* (Barnstead Thermolyne 1400), Inkubator (Mammert) neraca analitik (Ohaus), jangka sorong digital (Krisbow), piknometer, alat uji permeabilitas, spektrofotometer Shimadzu FTIR-8201 PC (Laboratorium Kimia Organik FMIPA UGM), *Surface Area Analyzer* (Nova e series Quantachrome Instrument), dan alat ukur LCR meter (Agilent U1733C).

3.3.2 Bahan yang digunakan dalam penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : Tetraethylorthosilicat (TEOS, 99% Merck), Ethanol absolut (C₂H₅OH 99% - 100%, ρ= 0,79 kg/l Merck), Amonia (NH₃ 25 %, ρ = 0,903 kg/l Merck), aqua demin, Kitosan, Asam asetat (CH₃COOH 99% E, ρ= 1,05 kg/l MERCK), Metanol (99,9%, ρ= 0,79 kg/l Merck), dan Natrium Hidroksida 1N (NaOH Merck).

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Pembuatan nanosilika

Sebanyak 2,27 mL TEOS dilarutkan dalam 46 mL etanol absolut diaduk pada kecepatan 6000 rpm (skala 5) dengan *magnetic stirrer* pada temperatur ruang selama 15 menit (Ibrahim *et al.*, 2010: 987). Kemudian ditambah amonia tetes demi tetes sampai pH=10 (Beganskiene *et al.*, 2004: 288). Setelah 1 jam, ditambahkan 0,9 mL aquademin tetes demi tetes ke dalam larutan. Pengadukan dilanjutkan selama 6 jam. Kemudian larutan didiamkan untuk proses *aging* selama 24 jam. Setelah proses *aging* selanjutnya dioven pada suhu 80°C selama 24 jam, kristal yang terbentuk digerus sampai halus untuk selanjutnya dikalsinasi selama 2 jam pada suhu 600°C (Rahman *et al.*, 2012). Sampel yang diperoleh diuji ukuran partikelnya menggunakan instrumen *Surface Area Analyzer* dengan metode BET (*Brunauer, Emmett and Teller*).

3.4.2 Pembuatan membran kitosan-nanosilika

Sintesis membran komposit dilakukan dengan menggunakan metode inversi fasa. Pertama, nanosilika masing-masing komposisi 0; 0,5; 1; 2; 3; 5; 10% b/b kitosan dilarutkan dalam 55 mL asam asetat 2% diaduk pada temperatur 60° C selama 7 jam. Kedua, kitosan sebanyak 1 gram dilarutkan dalam 50 mL asam asetat 2% pada temperatur ruang selama 4 jam. Kemudian 50 mL larutan kitosan dituang kedalam larutan nanosilika dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 4 jam pada temperatur 60°C. Larutan yang telah homogen disebut juga sebagai

larutan *dope* yang telah tidak ada gelembung udaranya, selanjutnya dituang pada cetakan kaca ukuran 20 x 20 cm dan dikeringkan dalam inkubator pada temperatur 50°C selama 24 jam sehingga dihasilkan membran kering. Membran kering direndam dengan NaOH 1N selama beberapa waktu kemudian dicuci dengan aquademin hingga pH netral dan dikeringkan pada suhu ruang.

3.4.3 Tahap karakterisasi

3.4.3.1 Uji swelling air

Untuk menentukan daya serap membran terhadap air maka dilakukan pengujian *swelling* air. Membran hasil sintesis dipotong dengan berat $\pm 0,01$ gram, masing-masing 3 kali ulangan pada lokasi yang acak. Membran dikeringkan dahulu dalam oven pada temperatur 125°C selama 5 jam kemudian ditimbang bobot keringnya (D). Selanjutnya membran direndam dalam aquades selama 24 jam, kemudian air dihilangkan (diseka dengan tissue) selanjutnya ditimbang dan diperoleh bobot basahnya (W). Nilai persen serapan diperoleh dari persamaan (2.22) (Hartanto *et al.*, 2007: 206).

3.4.3.2 Konduktivitas proton

Untuk menentukan kemampuan membran untuk aplikasi DMFC maka harus diuji konduktivitas proton. Konduktivitas proton (σ) diukur menggunakan alat LCR-meter. Membran terlebih dahulu diukur ketebalannya (L) dan dipotong dengan ukuran 2x2 cm (Putro, 2013: 3). Frekuensi yang digunakan pada penelitian ini adalah 100 kHz dengan tegangan 20 mV (Im, 2011: 59). Sebelum pengukuran

membran direndam aquades terlebih dahulu dengan aquades selama 24 jam (Dhuhita & Arti, 2010: 50). Membran basah dijepit diantara dua elektroda yang kemudian dihubungkan dengan kutup positif dan negatif pada alat LCR-meter sehingga terukur nilai konduktivitas membrannya. Luas penampang membran (A) merupakan luas membran efektif yang terhubung dengan elektroda. Nilai konduktivitas proton diperoleh menggunakan persamaan (2.23) (Putro, 2013).

3.4.3.4 Permeabilitas metanol

Permeabilitas metanol ditentukan menggunakan difusi sel. Sel terdiri dari dua resevoir yang dipisahkan oleh membran secara vertikal. Salah satu resevoir ($V_A=300\text{mL}$) dari sel diisi dengan larutan metanol (1 M). Pada resevoir lain ($V_B = 300\text{mL}$) diisi dengan aquades (Li *et al.*, 2006: 52). Membran (3,8 x 3,8 cm) diapit antara dua resevoir yang keduanya diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 3 jam pengujian. Kemudian, konsentrasi metanol dalam resevoir B diukur dengan menggunakan piknometer berdasarkan berat jenisnya. Permeabilitas metanol membran (P) dihitung menggunakan persamaan (2.24) (Dewi, 2009: 29).

3.4.3.5 Selektivitas membran

Uji selektivitas digunakan untuk mengevaluasi kemampuan PEM dalam pemisahan terhadap proton dan metanol. Nilai selektivitas ditentukan berdasarkan persamaan (2.25) (Wang *et al.*, 2010: 284).

3.4.3.6 Analisis gugus fungsi

Analisis gugus fungsi membran kitosan-silika diukur menggunakan spektrofotometer FTIR. Sampel ditempatkan ke dalam tempat sampel dan diukur serapannya pada bilangan gelombang $400-4000\text{ cm}^{-1}$. Analisis ini dilakukan pada sampel yang paling optimum berdasarkan hasil uji *swelling* air dan selektivitas membran berdasarkan uji konduktivitas proton dan permeabilitas metanol (Putro, 2013: 3).

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penyajian hasil dan pembahasan disusun berdasarkan urutan sebagai berikut: i) preparasi yang meliputi sintesis nanosilika dan karakterisasinya menggunakan *Surface Area Analyzer*, ii) sintesis membran komposit kitosan-nanosilika, dan iii) karakterisasi membran komposit kitosan-nanosilika yang meliputi uji *swelling* air dan metanol, uji permeabilitas metanol, uji konduktivitas proton, dan analisis gugus fungsi menggunakan FTIR (*Fourier Transform InfraRed*).

4.1 Preparasi

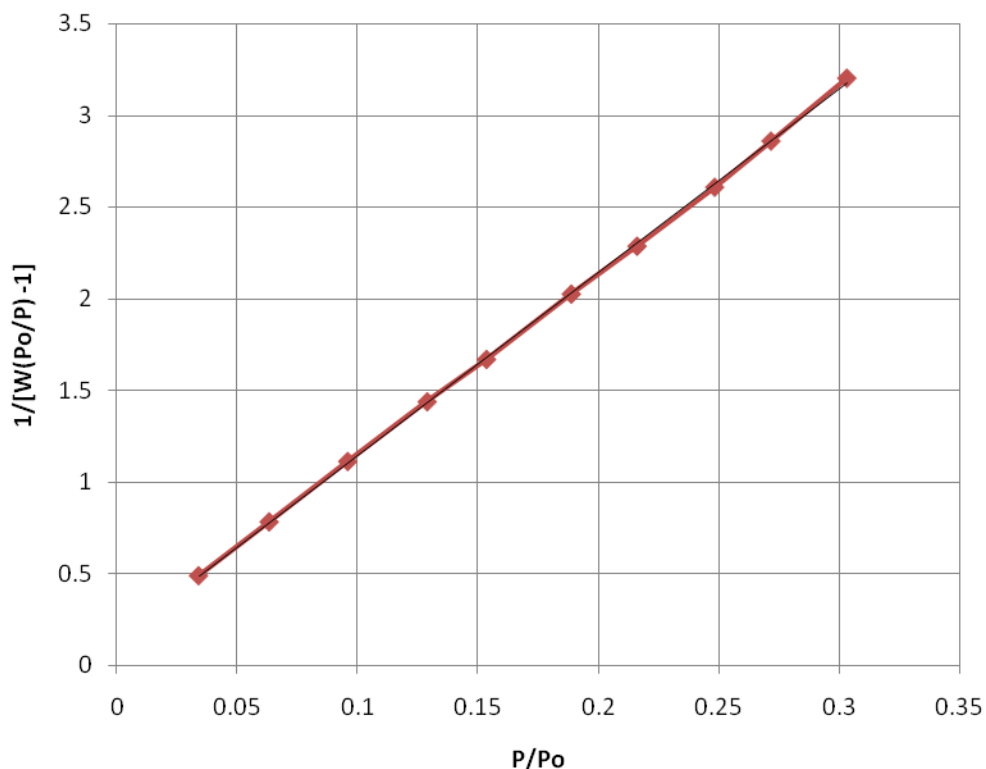
4.1.1 Sintesis Nanosilika

Pada penelitian ini nanosilika disintesis dengan menggunakan metode sol-gel dengan *Tetraethylorthosilicate* (TEOS) sebagai prekursor dalam pelarut etanol. Untuk mempercepat reaksi hidrolisis, NH_3 ditambahkan sebagai katalis dalam campuran. Penambahan katalis dilakukan tetes demi tetes. Apabila penambahan terlalu cepat dapat menyebabkan ukuran partikel menjadi besar, karena akan terjadi peningkatan konsentrasi hidrolisis monomer sehingga kecepatan nukleasi menjadi lebih besar. Kecepatan nukleasi sebanding dengan kecepatan pertumbuhan partikel (Jafarzadeh *et al.*, 2013:330). Penambahan NH_3 dilakukan hingga pH 10 ($\pm 0,75\text{mL}$) karena dibutuhkan selama proses hidrolisis

(Beganskiene *et al.*, 2004:288), karena apabila konsentrasi NH_3 lebih tinggi dapat meningkatkan ukuran partikel (Rahman & Padavettan, 2012:3). Selanjutnya sebanyak 0,9 mL H_2O ditambahkan untuk memfasilitasi proses hidrolisis. Pengadukan dilakukan dengan kecepatan kira-kira 6000 rpm (skala 5) selama 6 jam. Dilanjutkan proses *aging* selama 24 jam dan pengeringan dilakukan pada temperatur 80°C selama 24 jam. Pengeringan dilakukan dengan tujuan menguapkan semua pelarut sehingga diperoleh serbuk halus berwarna putih yang selanjutnya digerus supaya ukuran partikel homogen. Serbuk ini selanjutnya dikalsinasi selama 2 jam pada temperatur 600°C untuk mendapatkan nanosilika. Hasil sintesis diperoleh serbuk silika sebanyak 0,68 gram, selanjutnya diuji ukuran partikelnya menggunakan *Surface Area Analyzer* berdasarkan metode BET.

4.1.2 Karakterisasi Nanosilika

Metode BET dapat digunakan untuk memprediksi diameter rata-rata partikel dalam serbuk jika dianggap ukuran partikel berbentuk bola (Abdullah & Khairurrijal, 2010:100). Gambar 4.1 adalah data hasil pengujian dengan menggunakan SAA dengan teori BET.



Gambar 4.1 Grafik multipoin plot BET

BET Summary

<i>Slope</i>	: 10,010
<i>Intercept</i>	: $1,388 \times 10^1$
Koefisien korelasi	: 0,999884
Konstanta C	: 73,096
Luas permukaan	: $343,158 \text{ m}^2/\text{g}$
	: $343158 \text{ m}^2/\text{kg}$

Dari data grafik dan kesimpulan BET yang diperoleh, digunakan untuk menentukan diameter rata-rata partikel silika. Diameter partikel (D) silika ditentukan dari data massa jenis silika (ρ) dan luas permukaan (s) yang diperoleh dari pengukuran dengan metode BET kemudian dihitung dengan menggunakan persamaan 2.17, untuk perhitungannya dapat dilihat pada Lampiran 3. Dari perhitungan tersebut diperoleh diameter rata-rata partikel silika yang telah disintesis adalah 6,59 nm. Berdasarkan hasil pengukuran BET dan perhitungannya

maka silika hasil sintesis merupakan silika nanopartikel karena memiliki diameter partikel kurang dari 100 nm.

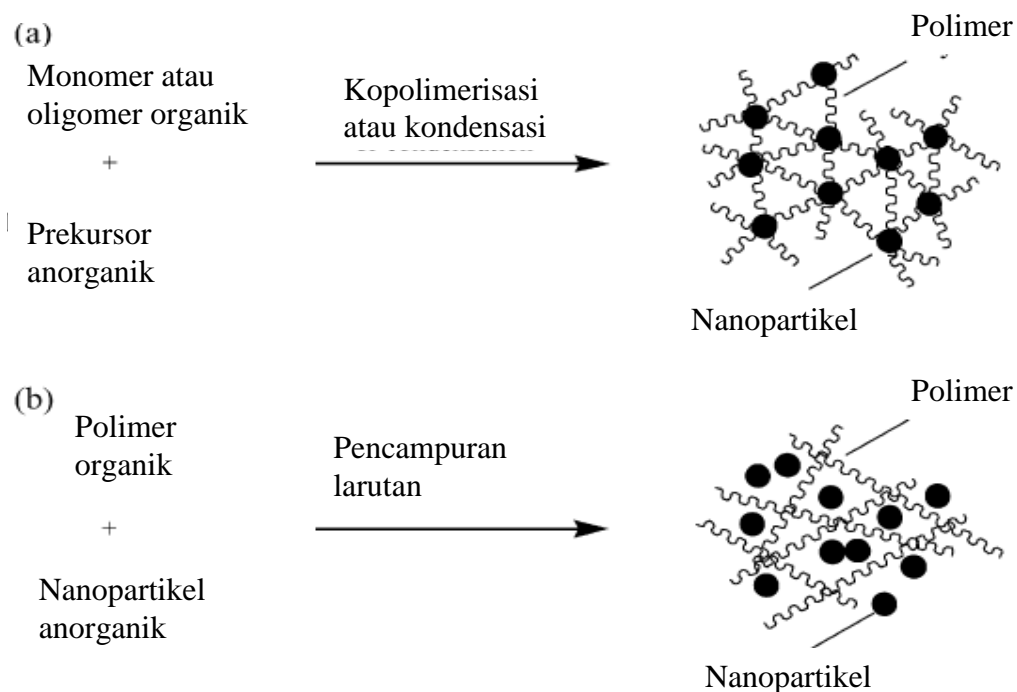
Tabel 4.1 Variasi komposisi kitosan-nanosilika

Komposisi nanosilika (%)	Berat kitosan (gram)	Berat nanosilika (gram)
0	1	0
0,5	1	0,005
1	1	0,01
2	1	0,02
3	1	0,03
5	1	0,05
10	1	0,1

4.2 Sintesis Membran Komposit

Selama dekade terakhir ini, membran komposit polimer-nanosilika menjadi perhatian banyak peneliti karena preparasinya mudah yaitu melalui *casting* larutan campuran nanosilika dan polimer (Tripathi & Shahi, 2010:951). Asam asetat 2% sebagai pelarut karena kelarutan kitosan paling baik dalam pelarut asam pH dibawah 6 (Kaban, 2009:4). Tahap awal sintesis membran kitosan-nanosilika adalah dengan melarutkan nanosilika terlebih dahulu dalam pelarut asam asetat 2% pada temperatur 60°C. SiO₂ merupakan senyawa yang sukar larut dalam air karena sifatnya yang hidrofobik, namun kelarutan silika meningkat dalam air apabila temperatur dinaikkan dan pengadukan yang lama (Pratomo *et al.*, 2013:361). Pengadukan dilakukan dengan kecepatan kira-kira 6000 rpm (skala 5) yang bertujuan untuk mendapatkan larutan nanosilika yang homogen. Apabila nanosilika tidak dilarutkan terlebih dahulu dalam pelarut, maka sangat sulit nanosilika dapat larut dalam larutan polimer kitosan. Selanjutnya larutan homogen nanosilika dicampurkan dengan larutan kitosan, tujuannya agar

terjadi interaksi antara kitosan dengan nanosilika. Interaksi kitosan nanosilika dapat ditinjau dari uji dengan FTIR.



Gambar 4.2 Ilustrasi interaksi nanopartikel dan matriks polimer (Cong *et al.*, 2007:283).

Gambar 4.2 merupakan ilustrasi interaksi yang terjadi antara kitosan dan nanosilika. a) terjadinya ikatan kovalen antara nanopartikel yang masuk ke dalam matriks polimer dan b) terjadinya interaksi antara nanopartikel dengan matriks polimer melalui ikatan hidrogen dan ikatan Van Der Waals. Interaksi ini dapat dilihat dari analisis gugus fungsi dengan FTIR.

Homogenitas larutan kitosan-nanosilika didapatkan melalui pengadukan dengan proses *stirrer* selama 4 jam pada temperatur 60°C dengan kecepatan konstan yaitu 6000 rpm. Temperatur dan kecepatan pengadukan sangat mempengaruhi homogenitas larutan *dope*. Proses pencampuran larutan kitosan dengan larutan nanosilika dilakukan dengan komposisi nanosilika diantaranya

adalah 0%; 0,5%; 1%; 2%; 3%; 5% dan 10% b/b kitosan. Ketebalan membran dijaga dengan menyeragamkan ukuran cetakan dan volume larutan kitosan-nanosilika. Larutan kitosan-nanosilika yang telah dicetak kemudian dikeringkan dalam inkubator pada suhu 50°C hingga proses gelatinisasi bertahap yang kemudian diikuti dengan proses gel yang mengering karena pelarut menguap sempurna.

Membran kitosan-nanosilika dalam keadaan kering masih bersifat asam karena menggunakan pelarut asam dan juga mudah larut dalam air sehingga perlu dinetralkan dengan basa, selain itu perendaman dengan NaOH berfungsi sebagai larutan nonpelarut yang dapatberdifusi ke bagian bawah membranyang berhimpitan dengan kacasehingga membran tersebut akanterdorong ke atas dan terkelupas (Kusumawati, 2009:118). Membran kitosan yang sudah kering berbentuk seperti lembaran plastik tipis dan agak lembek ketika direndam dengan air (Prameswari, 2013:37).

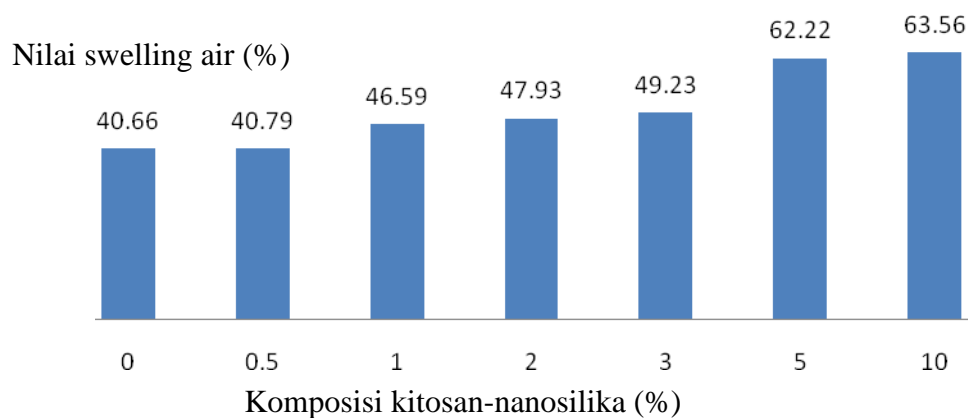
Tabel 4.2 Perbandingan sifat fisik membran berdasarkan komposisi nanosilika

Komposisi nanosilika (%)	Sifat fisik membran
0	Permukaan halus, ketebalan rata-rata 4×10^{-3} cm, dan transparan
0,5	Permukaan halus, ketebalan rata-rata 3×10^{-3} cm, dan transparan
1	Permukaan halus, ketebalan rata-rata 3×10^{-3} cm, dan tidak terlalu transparan
2	Permukaan sedikit kasar, ketebalan rata-rata 2×10^{-3} cm, dan tidak terlalu transparan
3	Permukaan sedikit kasar, ketebalan rata-rata 1×10^{-3} cm, dan tidak terlalu transparan
5	Permukaan kasar, ketebalan rata-rata 1×10^{-3} cm, dan kurang transparan
10	Permukaan kasar, ketebalan rata-rata 1×10^{-3} cm, dan kurang transparan

4.3 Karakterisasi Membran Komposit

4.3.1 *Swelling* air

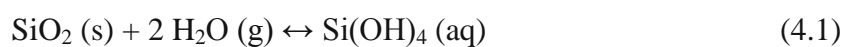
Swelling air atau sering disebut daya serap membran terhadap air dihitung dengan menimbang berat kering dan berat basah membran. Kandungan air membran merupakan salah satu bagian yang cukup penting karena berhubungan dengan kemampuan konduktivitasnya (Dhuhita dan Arti, 2010:54). Uji *swelling* air dilakukan untuk mengetahui seberapa besar air yang diserap membran karena air pada membran berfungsi sebagai media transport proton, namun jika terlalu banyak dapat menyebabkan membran menjadi rapuh (Hartanto *et al.*, 2007:207). Uji ini dilakukan pada semua membran kitosan-nanosilika dengan komposisi nanosilika 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5; dan 10%. Gambar 4.3 adalah grafik nilai *swelling* air berdasarkan perbedaan komposisi nanosilika.



Gambar 4.3 Grafik hubungan antara nilai *swelling* air dengan komposisi nanosilika.

Swelling air untuk membran komposit kitosan-nanosilika dapat dilihat pada Gambar 4.3 bahwa kenaikan nilai *swelling* air meningkat dari komposisi nanosilika 0% hingga 10%. Hasil uji menunjukkan semakin besar jumlah

nanosilika yang ditambahkan maka nilai *swelling* air juga meningkat. Tingginya komposisi silika di dalam matriks membran relatif meningkatkan muatan air oleh karena jumlah gugus hidrofilik Si-OH dan jumlah air yang terserap melalui pori (Pereira *et al.*, 2007). SiO₂ merupakan suatu anhidrat dari asam silikat (H₂SiO₃). Apabila SiO₂ dilarutkan dalam air dengan pengadukan yang lama maka akan terbentuk Si-OH (Kurniati, 2009:9). Reaksi dapat dilihat pada persamaan 4.1.



Semakin banyak komposisi silika, maka semakin banyak pula gugus Si-OH yang menyebabkan terbentuknya pori agregat.

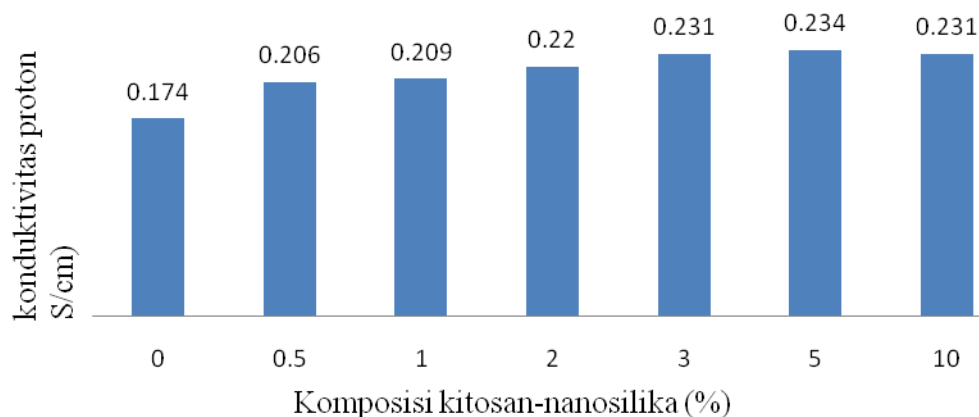
Semakin tinggi nilai *swelling* air maka kandungan air terabsorpsi dalam membran akan semakin besar. Hal ini mempengaruhi kinerja membran sebagai PEM. Secara teori, semakin tinggi nilai *swelling* maka konduktivitas proton akan semakin tinggi karena semakin banyak molekul air dalam membran yang dapat menjadi media transfer proton. Namun meningkatnya *swelling* air dapat meningkatkan permeabilitas metanol dan menurunkan stabilitas membran yang menyebabkan terjadinya penurunan kinerja PEM (Dhuhita dan Arti, 2010:55).

Departemen Energi U.S telah menetapkan *swelling* air pada membran untuk target konduksi adalah dengan derajat penyerapan maksimal 50% (Hickner *et al.*, 2004:4587). Jika penyerapan airnya terlalu tinggi (lebih dari 50%) membran tersebut akan lunak sehingga *life time* membran lebih singkat. Membran yang lunak tidak dapat digunakan dalam *fuel cell* karena tidak dapat berfungsi sebagai penyekat diantara dua elektroda (Handayani, 2009:54). Berdasarkan hasil pengujian %*swelling* air dapat dilihat pada Gambar 4.3 bahwa membran komposit

yang berpeluang dapat digunakan untuk membran DMFC adalah pada komposisi nanosilika 1%, 2%, dan 3%. Ketiga membran tersebut nilai *swelling* airnya berturut-turut adalah 46,59%; 47,93%; dan 49,23%. Dari antara ketiga membran tersebut membran komposisi nanosilika 3% adalah yang paling optimum.

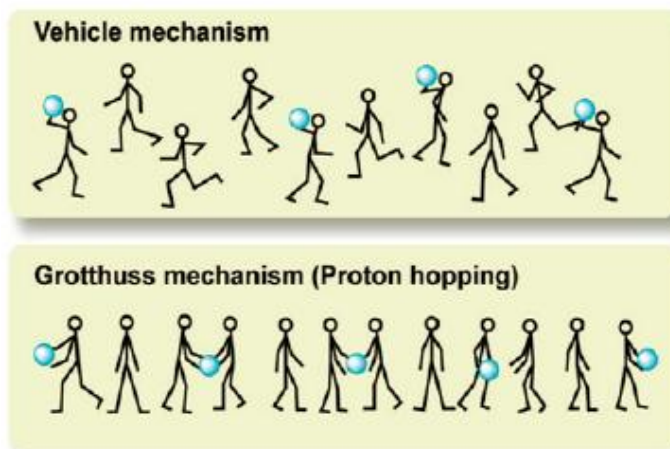
4.3.2 Konduktivitas Proton

Konduktivitas membran diukur menggunakan LCR-Meter dengan mengukur impedansi membran. Sebelum pengujian, membran harus dalam keadaan terhidrasi penuh atau benar-benar basah (Handayani *et al.*, 2007:131) yaitu dengan kelembaban relatif 98% (Su *et al.*, 2007:23) karena hantaran ionik hanya akan terjadi ketika membran dalam keadaan basah (terhidrat) (Zulfikar, 2009:259). Konduktivitas menunjukkan kemampuan suatu membran dalam menghantarkan proton, semakin besar nilainya maka membran tersebut semakin baik digunakan dalam sistem bahan bakar (Putro, 2013:7). Konduktivitas proton diperoleh dari data mentah yang kemudian diolah dengan menggunakan persamaan (2.23), sedangkan analisis data ditinjau pada Lampiran 3. Konduktivitas membran komposit kitosan-nanosilika dapat dilihat Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Grafik hubungan antara konduktivitas proton dengan komposisi nanosilika.

Dapat dilihat bahwa konduktivitas proton meningkat seiring meningkatnya komposisi nanosilika. Hal ini menunjukkan bahwa nanosilika yang masuk ke dalam matriks polimer adalah sebagai konduktor proton (Li *et al.*, 2011:285). Performamembran tergantung pada jumlah gugus ionik dan kecepatan hidrasi (Pereira *et al.*, 2007:36). Ada dua tipe konduksi proton dalam PEM yaitu mekanisme tipe *vehicle* dan tipe Grotthuss (*hopping*). Seperti dijelaskan pada Gambar 4.5 dalam mekanisme *vehicle* proton berpindah karena bantuan pembawa seperti air (H_3O^+ dan H_5O_2) dan pelarut. Secara keseluruhan konduktivitas proton ditentukan oleh koefisien difusi *vehicle*. Sedangkan pada mekanisme Grotthuss, konduksi proton terjadi melalui ikatan hidrogen (*proton hopping*). Perpindahan proton melalui pelarut tidak dibutuhkan, namun reorganisasi lingkungan proton yang terdiri dari reorientasi satu ikatan hidrogen atau lebih dibutuhkan untuk pembentukan jalur yang tidak terputus untuk perpindahan proton. Berikut ini adalah gambar ilustrasi transport proton melalui mekanisme *vehcile* dan mekanisme Grotthuss.



Gambar 4.5 Ilustrasi transport proton mekanisme *vehicle* dan mekanisme Grotthuss (Li, 2009:16).

Semakin tinggi komposisi nanosilika maka konduktivitas proton semakin tinggi pula karena dipengaruhi adanya gugus Si-OH nanosilika yang dapat memfasilitasi konduksi proton, namun terjadi penurunan pada komposisi nanosilika 10%. Penurunan konduktivitas ini dapat disebabkan penambahan silika berlebih yang menimbulkan terbentuknya asam silikat. Semakin pekat asam yang terbentuk maka ion H^+ yang terdisosiasi semakin berkurang sehingga konduktivitas proton semakin kecil (Suka *et al.*, 2010:4).

Pada komposisi nanosilika 5% mempunyai konduktivitas tertinggi yaitu 0,234S/cm. membran yang mempunyai konduktivitas proton lebih besar dari 1×10^{-5} S/cm dapat digunakan untuk operasi sel bahan bakar (Zulfikar, 2009:259). Nilai konduktivitas membran komposisi nanosilika 5% juga sudah melebihi nilai konduktivitas proton nafion yaitu 0,1 S/cm (Suka *et al.*, 2010:4) dan Tabel 4.1 adalah data perbandingan nilai konduktivitas proton membran hasil sintesis terhadap membran nafion.

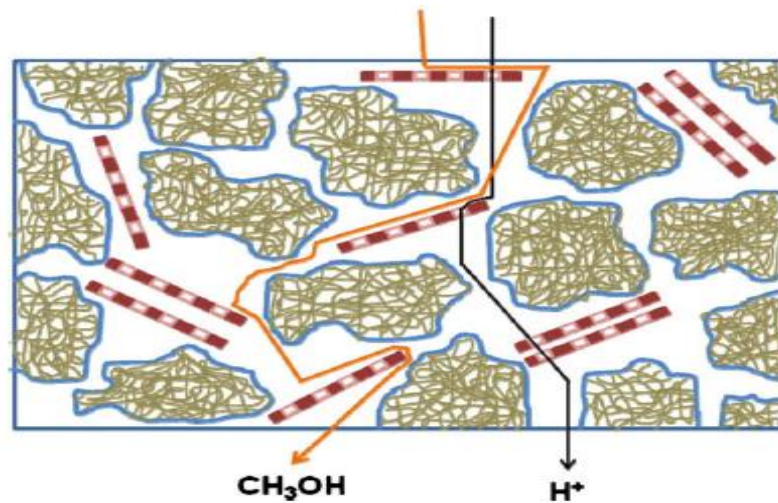
Tabel 4.3 Perbandingan nilai konduktivitas proton

Sampel membran	Konduktivitas proton (S/cm)	Referensi
Si-K 5%	0,234	Data primer
Nafion	0,1	Suka <i>et al.</i> , 2010
Persyaratan untuk PEM	$>1 \times 10^{-5}$	Zulfikar, 2009

Meskipun membran pada komposisi nanosilika 5% mempunyai nilai konduktivitas tertinggi tetapi, membran ini mempunyai nilai *swelling* air yang besar yaitu 62,22%. Hal tersebut kurang baik untuk pemakaian pada DMFC. Sehingga untuk nilai konduktivitas berdasarkan nilai *swelling* air membran komposit yang baik adalah pada komposisi nanosilika 3% dengan konduktivitas proton sebesar 0,231 S/cm.

4.3.3 Permeabilitas metanol

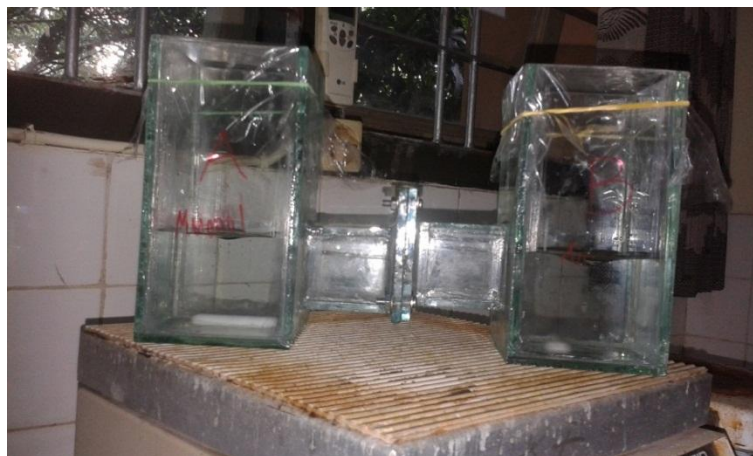
Permeabilitas didefinisikan sebagai suatu produk kelarutan dan difusivitas *penetrant* (metanol/gas), yang terjadi melalui mekanisme difusi. Hal ini lebih lanjut bergantung pada volume pori dalam membran. Ada dua tipe pori dalam polimer membran: jaringan pori atau *ionic clusters* dan pori agregat. Transport proton terjadi melalui kedua tipe pori tersebut, sementara itu transport massa (metanol, air, dan gas) terjadi hanya melalui pori agregat (Tripathi & Shahi, 2011:956). Jaringan pori adalah rongga kecil antara rantai polimer yang bertanggung jawab terhadap konduksi proton, sedangkan pori agregat adalah rongga besar yang melingkupi agregat polimer yang menyebabkan terjadinya transport masa (metanol) (Tripathi *et al.*, 2009:153).



Gambar 4.6 Ilustrasi transport proton dan transport masa dalam membran (Hudiono *et al.*, 2009:428).

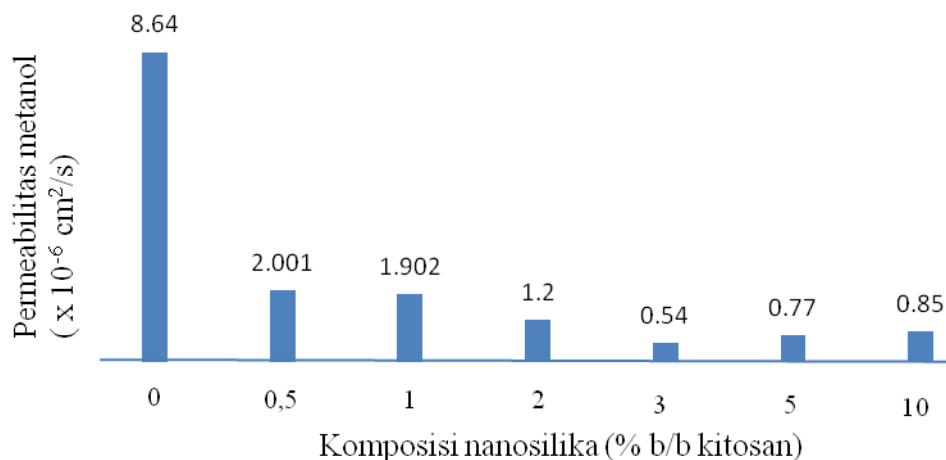
Gambar 4.6 merupakan ilustrasi transport proton dan transport masa secara kualitatif. Daerah hijau dimisalkan sebagai bagian hidrofob, garis biru dimisalkan sebagai bagian hidrofilik, dan lapisan merah dimisalkan sebagai jaringan pori. Garis panah H^+ merupakan proses transport proton, sedangkan garis panah CH_3OH adalah proses transport massa (metanol).

Permeabilitas metanol merupakan suatu proses pengukuran mekanisme perpindahan larutan metanol dan air melalui suatu membran. Membran diletakkan diantara dua bejana yang nantinya akan diukur konsentrasi metanol yang berdifusi dari bejana A menuju bejana B. Gambar 4.7 adalah alat pengujian permeabilitas metanol membran kitosan-nanosilika.



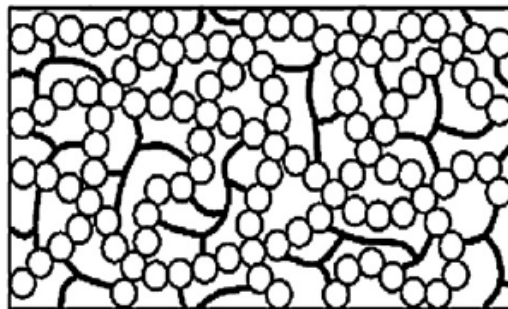
Gambar 4.7 Uji permeabilitas metanol.

Permeabilitas metanol berhubungan dengan *methanol crossover* dalam PEM. *Methanol crossover* ditunjukkan dengan adanya transport metanol dari bejana A menuju bejana B yang dapat ditentukan berdasarkan massa jenis larutan. Konsentrasi metanol (C_B) ditentukan berdasarkan massa jenis larutan yang diperoleh dari hasil pengujian. Massa jenis larutan tersebut disubstitusikan ke dalam persamaan linier dari kurva kalibrasi sehingga diperoleh C_B . Perhitungan dapat ditinjau pada lampiran. *Methanol crossover* menyebabkan menurunnya kinerja voltase *fuel cell* secara keseluruhan. Permeabilitas membran komposit kitosan-nanosilika diperoleh dari data mentah yang kemudian diolah dengan menggunakan persamaan (2.24), perhitungannya dapat ditinjau pada Lampiran 3. Gambar 4.8 adalah nilai permeabilitas metanol dari membran yang telah disintesis.



Gambar 4.8 Grafik hubungan permeabilitas metanol dengan komposisi nanosilika.

Gambar 4.8 menunjukkan permeabilitas metanol menurun dengan meningkatnya konsentrasi nanosilika. Komposit nanosilika terhadap matriks polimer kitosan dapat mengurangi *methanol crossover* yang ditandai dengan menurunnya nilai permeabilitas metanol berdasarkan komposisi material komposit (Li *et al.*, 2006:55). Silika pada membran kitosan dapat menyerap metanol pada permukaan membran sehingga sebagian besar metanol tidak melewati membran (Suka *et al.*, 2010:4). Penurunan permeabilitas metanol membran disebabkan ukuran dan volume pori-pori membran yang diperkirakan lebih kecil dibandingkan ukuran molekul metanol sehingga metanol tidak dapat melintasi membran.



Gambar 4.9 Ilustrasi hibrid polimer organik anorganik (Tripathi & Shahi, 2011:951).

Gambar 4.9 merupakan ilustrasi komposit nanosilika terhadap matriks polimer kitosan. Pada gambar tersebut dimisalkan jaringan lingkaran merupakan nanosilika yang berinteraksi dengan matriks polimer. Semakin banyak nanosilika yang ditambahkan ke dalam matriks polimer, maka semakin besar kemungkinan terbentuknya pori agregat.

Dari Gambar 4.9 dapat dilihat bahwa permeabilitas metanol menurun dari komposisi nanosilika 0% hingga 3%, hal ini sesuai dengan pengaruh penambahan nanosilika yang menutupi pori membran, namun pada komposisi nanosilika 5% permeabilitas metanol mulai meningkat. Kenaikan permeabilitas metanol ini sesuai dengan karakteristik sebelumnya yaitu *swelling* air yang juga meningkat pada penambahan nanosilika 5% dan 10%. Semakin banyak komposisi nanosilika yang ditambahkan pada polimer dapat menyebabkan terbentuknya pori-pori (pori agregat). Pori agregat ini yang menyebabkan permeabilitas meningkat, karena transfer massa (metanol) dapat terjadi melalui pori agregat (Handayani, 2009:64).

Komposisi nanosilika 3% mempunyai permeabilitas terendah yaitu $5,43 \times 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$. Bila dibandingkan dengan nilai permeabilitas metanol nafion sebesar $4,9 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$ (Suka *et al.*, 2010: 5), jelas bahwa nilai permeabilitas metanol nafion lebih besar dibandingkan dengan membran komposit kitosan-nanosilika. Adapun syarat PEM untuk aplikasi DMFC yaitu dengan koefisien difusi metanol lebih kecil dari $5,6 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$ (Neburchilov *et al.*, 2007:222).

Tabel 4.4 perbandingan permeabilitas metanol membran hasil sintesis dan membran nafion.

Sampel membran	Permeabilitas metanol (cm^2/s)	Referensi
Si-K 3%	$5,43 \times 10^{-7}$	Data primer
Nafion	$4,9 \times 10^{-5}$	Suka <i>et al.</i> , 2010
Persyaratan PEM	$<5,6 \times 10^{-6}$	Neburchilov <i>et al.</i> , 2007

Dapat dilihat pada Tabel 4.3 bahwa semua membran hasil sintesis dengan penambahan nanosilika dapat digunakan sebagai PEM karena memiliki nilai koefisien difusi metanol dibawah persyaratan PEM. Dari semua membran yang telah disintesis pada komposisi nanosilika 3% adalah yang paling optimum berdasarkan uji permeabilitas metanol.

4.3.4 Selektivitas membran

Di dalam membran untuk proses pemisahan seperti pervaporasi dan pemisahan gas, selektivitas merupakan parameter yang didefinisikan sebagai rasio aliran permeasi dua komponen. Selektivitas digunakan untuk mengevaluasi efisiensi pemisahan dari membran. Dalam aplikasi DMFC digunakan untuk menentukan selektivitas PEM proton dan metanol, dapat didefinisikan sebagai

$\beta = \sigma/P$ dengan β adalah selektivitas, σ adalah konduktivitas proton, dan P adalah permeabilitas metanol (Wang *et al.*, 2010: 284).

Tabel 4.5 perbandingan selektivitas membran kitosan-nanosilika 3% dengan nafion.

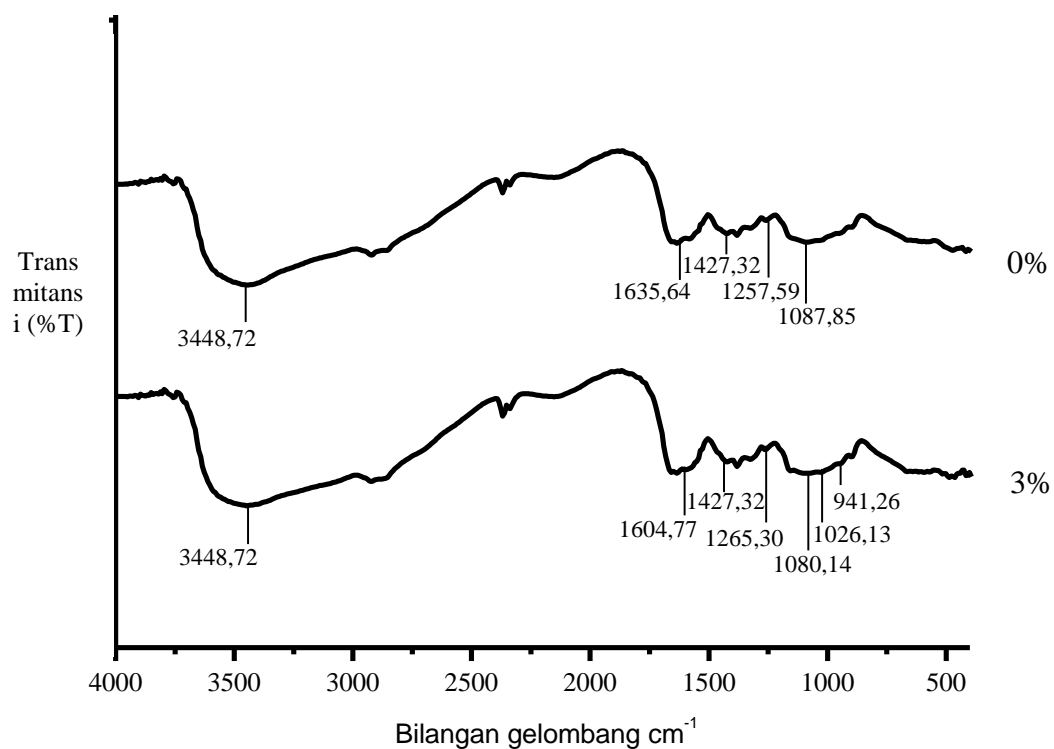
Membran kitosan-nanosilika (%)	Selektivitas membran (S s cm ⁻³)	Selektivitas nafion (S s cm ⁻³) (Suka <i>et al.</i> , 2010)
0	2,02 x 10 ⁴	2,04 x 10 ³
0,5	1,03 x 10 ⁵	2,04 x 10 ³
1	1,92 x 10 ⁵	2,04 x 10 ³
2	1,83 x 10 ⁵	2,04 x 10 ³
3	5,91 x 10 ⁵	2,04 x 10 ³
5	3,02 x 10 ⁵	2,04 x 10 ³
10	2,71 x 10 ⁵	2,04 x 10 ³

Tabel 4.5 menunjukkan bahwa semua membran hasil sintesis dapat digunakan sebagai pengganti nafion karena memiliki nilai selektivitas lebih tinggi dibandingkan nafion. Dari semua membran kitosan-nanosilika yang disintesis, membran dengan komposisi nanosilika 3% menunjukkan nilai selektivitas yang paling optimum yaitu dengan nilai selektivitas $5,91 \times 10^5$ S s cm⁻³.

4.3.5 Analisis gugus fungsi

Interaksi antara kitosan dan silika diperkirakan karena terbentuknya ikatan hidrogen antara gugus amida dari kitosan dengan gugus silanol. Ikatan ionik terjadi antara gugus amino dari kitosan dengan gugus silanol, dan ikatan kovalen yang terjadi karena esterifikasi gugus hidroksil dari kitosan dengan gugus silanol dari jaringan silika (Sagheer & Muslim, 2009:2). Reaksi dapat ditinjau pada Gambar 2.4.

Analisis dengan FTIR adalah untuk membuktikan adanya interaksi antara matriks polimer dengan silika. pada analisis ini membran yang diuji adalah yang optimum berdasarkan uji selektivitas yaitu membran dengan komposisi nanosilika 3%. Gambar 4.10 merupakan perbandingan spektrum IR membran pada komposisi nanosilika 0% dan 3%.



Gambar 4.10 Perbandingan spektrum IR membran komposisi nanosilika 0% dan 3%.

Karakteristik spektrum IR kitosan pada membran ditandai dengan adanya gugus -C-N pada membran komposisi nanosilika 0% dan 3% yang berturut-turut muncul pada bilangan gelombang 1635,64 cm⁻¹ dan 1604,77 cm⁻¹. Ikatan -C-H muncul pada bilangan gelombang 1427,32 cm⁻¹. Gugus -C-O yang merupakan karakteristik polisakarida muncul pada bilangan gelombang 1257,59 cm⁻¹ dan 1087,85 pada membran komposisi nanosilika 0%, sedangkan pada membran

nanosilika 3% muncul pada bilangan gelombang $1265,30 \text{ cm}^{-1}$ (Sagheer & Muslim, 2009:2). Serapan gugus hidroksil ($-\text{OH}$) muncul pada bilangan gelombang $3448,72 \text{ cm}^{-1}$. Serapan disekitar bilangan gelombang $1000-1100 \text{ cm}^{-1}$ menandakan adanya gugus $-\text{C}-\text{O}-\text{C}$ (Mahatmanti *et al.*, 2014: 134). Gugus $-\text{C}-\text{O}-\text{C}$ muncul pada bilangan gelombang $1087,85 \text{ cm}^{-1}$ untuk membran komposisi nanosilika 0% dan terjadi pergeseran puncak yaitu $1080,14 \text{ cm}^{-1}$ pada komposisi nanosilika 3%. Pada Gambar 4.10 dapat diperhatikan munculnya serapan baru pada membran komposisi nanosilika 3%. Interaksi antara kitosan dengan nanosilika ditunjukkan dengan munculnya serapan baru pada daerah bilangan gelombang $1000-1250 \text{ cm}^{-1}$. Serapan gugus siloksan ($\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$) muncul pada bilangan gelombang $1026,13 \text{ cm}^{-1}$. Serapan gugus silanol ($\text{Si}-\text{OH}$) yang merupakan karakteristik silika muncul pada bilangan gelombang $941,26 \text{ cm}^{-1}$ (Sagheer & Muslim, 2009:3). Berdasarkan perbandingan *peak* membran 0% dan 3%, pada membran 3% tidak terjadi perubahan *peak* yang signifikan di daerah bilangan gelombang $1000-1250 \text{ cm}^{-1}$. Hal ini menandakan bahwa tidak terjadi interaksi kimia antara kitosan dengan nanosilika, melainkan hanya terjadi interaksi fisik dengan terbentuknya pori pada membran yang mempengaruhi karakteristik membran komposit.

BAB 5

PENUTUP

5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

5.1.1 Berdasarkan hasil uji selektivitas, membran yang paling optimum sebagai PEM untuk DMFC adalah membran kitosan-nanosilika 3% dengan nilai selektivitas adalah $5,91 \times 10^5 \text{ S s cm}^{-3}$.

5.1.2 Hasil karakterisasi membran komposit kitosan-nanosilika yang paling optimum yaitu pada komposisi 3% dengan hasil uji *swelling* air adalah 49,23%, konduktivitas proton adalah $0,231 \text{ S cm}^{-1}$, dan permeabilitas metanol adalah $5,43 \times 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$. Berdasarkan hasil uji dengan FTIR 3% tidak terjadi perubahan *peak* yang signifikan di daerah bilangan gelombang $1000-1250 \text{ cm}^{-1}$. Hal ini menandakan bahwa tidak terjadi interaksi kimia antara kitosan dengan nanosilika, melainkan hanya terjadi interaksi fisik yang dengan terbentuknya pori pada membran yang mempengaruhi karakteristik membran.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka penulis dapat memberi saran antara lain:

- 5.2.1 Perlu dilakukan pengkajian lebih lanjut dalam sintesis membran komposit supaya nanosilika dapat lebih mudah larut dalam larutan kitosan sehingga diperoleh larutan *dope* yang homogen.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M.& Khairurrijal. 2010. *Karakterisasi Nanomaterial Teori, Penerapan, dan Pengolahan Data*. Bandung: CV Rezeki Putera Bandung.
- Beganskiene, A., V. Sirutkaitis, M. Kurtinaitiene, R. Juskenas, & A. Kareiva. 2004. FTIR, TEM and NMR Investigations of Stöber Silica Nanoparticles. *Materials Science*, 10(4):288.
- Cong, H., M. Radosz, B. F. Towler, & Y. Shen. 2007. Polymer–Inorganic Nanocomposite Membranes for Gas Separation. *Separation and Purification Technology*, 55:281–291.
- Dewi, E. L. 2009. Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit Membran ABS Tersulfonasi sebagai Material Polielektrolit. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*,2(1):27-31.
- Dhuhita, A. & D. K. Arti. 2010. *Karakterisasi dan Uji Kinerja SPEEK, cSMM dan Nafion untuk Aplikasi Direct Methanol Fuel Cell (DMFC)*. Skripsi. Semarang: Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro.
- Ghogomu, J. N., T. D. Noifame, M.J. Ketcha, & J. Ndi. 2013. Removal of Pb(II) Ions from Aqueous Solution by Kaolinite and Metakaolinite Materials. *British Journal of Applied Science & Technology*, 3(4): 942-961.
- Giorgi, L. & F. Leccese. 2013. Fuel Cells: Technologies and Applications. *The Open Fuel Cells Journal*,6:1-20.
- Gustian, A. R. P. 2013. *Sintesis dan karakterisasi membran Kitosan-PEG (Polietilen Glikol) sebagai Alternatif Pengontrol Sistem Pelepasan Obat*. Skripsi. Semarang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Handayani, E. 2009. *Sintesa Membran Nanokomposit Berbasis Nanopartikel Biosilika dari Sekam Padi dan Kitosan sebagai Matriks biopolimer*. Tesis. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Handayani, S. 2008. *Membran Elektrolit Berbasis Polieteter-Keton Tersulfonasi untuk Direct Methanol Fuel Cell Suhu Tinggi*. Disertasi. Jakarta: Fakultas Tehnik Universitas Indonesia.

- Handayani, S., W. W. Purwanto, E. L. Dewi, & R. W. Soemanto. 2007. Sintesis dan Karakterisasi Membran Elektrolit Polieter-Eter Keton Tersulfonasi. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 8(2):129-133.
- Hartanto, S., S. Handayani, L. Marlina, & Latifah. 2007. Pengaruh Silika pada Membran Elektrolit Berbasis Polieter Eter Keton. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 8(3):205-208.
- Hickner, M. A., H. Ghassemi, Y. S. Kim, B. R. Einsla, & J. E. McGrath. 2004. Alternative Polymer Systems for Proton Exchange Membranes (PEMs). *Chemical Reviews*, 104(10):4587-4612.
- Hudiono, Y., S. Choi, S. Shu, W.J. Koros, M. Tsapatsis, & S. Nair. 2009. Porous Layered Oxide/Nafion Nanocomposite Membrane for Direct Methanol Fuel Cell. *Microporous and Mesoporous Materials*, 118:427-434.
- Ibrahim, I. A. M., A. A. F. Zikri, & M. A. Sharaf. 2010. Preparation of Spherical Silica Nanoparticles: Stober Silica. *Journal of America Science*, 6(11): 985-989.
- Im, M. 2011. *Pembuatan dan Karakterisasi Komposit Membran PEEK Silika/Clay untuk Aplikasi Direct Methanol Fuel Cell (DMFC)*. Tesis. Semarang: Program Pascasarjana Universitas Diponegoro.
- Jafarzadeh, M., I. A. Rahman, & C. S. Sipaut. 2009). Synthesis of Silica Nanoparticle by Modified Sol-Gel Process: The Effect of Mixing modes of the Reactants and Drying Techniques. *J Sol-Gel Sci Technol*, 50:328–336.
- Kaban, J. 2009. *Modifikasi Kimia dari Kitosan dan Aplikasi Produk yang Dihasilkan*. Medan : Universitas Sumatera Utara.
- Kurniati, E. 2009. Ekstraksi *Silica White Powder* dari Limbah Padat Pembangkit Listrik Tenaga Bumi Dieng. Surabaya: UPN Press.
- Kusumawati, N. 2009. Pemanfaatan Limbah Kulit Udang sebagai Bahan Baku Pembuatan Membran Ultrafiltrasi. *inotek*, 13(2):113-120.
- Li, C., G. Sun, S. Rena, J. Liu, Q. Wang, Z. Wu, H. Sun, & W. Jin. 2006. *Casting Nafion-sulfonated Organosilica Nanocomposite Membranes Used in Direct Methanol Fuel Cells*. China: Direct Alcohol Fuel Cells Laboratory, Dalian Institute of Chemical Physics, Chinese Academy of Sciences.
- Li, W. 2009. *Development and Understanding of New Membranes Based on Aromatic Polymers and Heterocycles for Fuel Cells*. Disertasi. Austin: The University of Texas at Austin.

- Li, X. J., C. C. Ke, S. G. Qu, J. Li, Z. G. Shao, & B. L. Yi. 2011. High Temperature PEM Fuel Cells Based on Nafion/SiO₂ Composite Membrane. *Energy Storage in the Emerging Era of Smart Grids*, ISBN: 978-953-307-269-2
- Lowell, S. & J. E. Shields. 1998. *Powder Surface Area and Porosity* (3th ed.). USA: Quantachromr Corporation.
- Mahatmanti, F.W, Nuryono dan Narsito. 2014. Physical Characteristics of Chitosan Based Film Modified with Silica and Polyethylene Glycol. *Indonesian Journal of Chemistry*, 14 (2): 131-137.
- Muliawati, E. C. 2012. *Pembuatan dan Karakterisasi Membran Nanofiltrasi untuk pengolahan Air*. Tesis. Semarang: Magister Teknik Kimia Universitas Diponegoro.
- Neburchilov, V., J. Martin, H. Wang, & J. Zhang. 2007. Polymer Electrolyte Membranes for Direct Methanol Fuel Cells, *Journal of Power Sources*, 169:221–238.
- Othman, M.H.D., A.F. Ismail, & A. Mustafa. 2010. Recent Development of Polymer Electrolyte Membranes for Direct Methanol Fuel Cell Application, *Malaysian Polymer Journal*, 5(2):1-36.
- Pandey, S.& S. B. Mishra. 2011. Sol–Gel Derived Organic–Inorganic Hybrid Materials: synthesis, characterizations and applications, *J Sol-Gel Sci Technol*, 59:73–94.
- Parkway, S. R. & Y. Linda. 2009. Models 885 & 886 LCR Meter Operating. Tersedia di : www.bkprecision.com [diakses 08/01/2014].
- Pereira, F., K. Valle, P. Belleville, A. Morin, S. Lambert, & C. Sanchez. 2008. Advanced Mesosstructured Hybrid Silica-Nafion Membranes for High-Performance PEM Fuel Cell, *Chem. Mater*, 20:1710-1718.
- Pinem, J. A. & R. Angela. 2011. *Sintesis Dan Karakterisasi Membran Hibrid PMMA/TEOT: Pengaruh Konsentrasi Polimer*. Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia. Riau: Fakultas Teknik Universitas Riau.
- Prameswari, T. 2013. *Sistesis Membran Kitosan-Silika Abu Sekam Padi untuk Dekolorisasi Zat Warna Congo Red*. Skripsi. Semarang: Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
- Pramono, E., P. S. A. Prabowo, C. Purnawan, & J. Wulansari. 2012. Pembuatan dan Karakterisasi Kitosan Vanilin Sebagai Membran Polimer Elektrolit, *Jurnal Penelitian Kimia*, 8(1):70-78.

- Pratomo, I., S. Wardhani, & D. Purwonugroho. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel, *Kimia Student Journal*, 2(1):358-364.
- Purwanti, A. 2010. Analisis Kuat Tarik dan Elongasi Plastik Kitosan Terplastisasi Sorbitol, *Jurnal Teknologi*, 3(2):99-106.
- Putro, A. S. 2013. *Membran Komposit Kitosan-Zeolit untuk Aplikasi Direct Methanol Fuel Cell*. Skripsi. Bogor : Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor.
- Quantachrome Instruments. 2008. *Nova e Series High-Speed Surface Area & Pore Analyzers*. USA: Corporate Headquarters Quantachrome Instruments.
- Rahman, I. A. & V. Padavettan. 2012. Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size-Dependent Properties, Surface Modification, and Applications in Silica-Polymer Nanocomposites, *Journal of Nanomaterials*, 2012:1-15.
- Rahman, I. A., M. Jafarazadeh, & C. S. Sipaut. 2011. Physical and Optical Properties of Organo-Modified Silica Nanoparticle Prepared by Sol-Gel, *J Sol-Gel Sci Technol*, 59:63–72.
- Retnosari, A. 2013. *Ekstraksi dan Penentuan Kadar SiO₂ Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (Fly Ash) Batu Bara*. Skripsi. Jember: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember.
- Sagheer, F. A. & S. Muslim. 2009. Thermal and Mechanical Properties of Chitosan/SiO₂ Hybrid Composites, *Journal of Nanomaterials*, 2010:1-7.
- Shofa, A. M. Y., L. Soliha, & R. T. Fauzia. 2012. *Modifikasi Membran Selulosa Asetat sebagai Membran Ultrafiltrasi: studi Pengaruh Komposisi terhadap Kinerja Membran*. Jember: Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Jember.
- Su, Q., P. Wang, L. Wang, & J. Zheng. 2013. A Novel Method For Surface Modification of Nanoparticles Based on Control of Charge Environment, *J Nanopart Res*, 15:1-12.
- Su, Y. H., Y. L. Liu, Y. M. Sun, J. Y. Lai, D. M. Wang, Y. Gao, B. Liu, & M. D. Guiver. 2007. Proton Exchange Membranes Modified with Sulfonated Silica Nanoparticles for Direct Methanol Fuel Cells, *Journal of Membrane Science*, 296:21–28.
- Sudiarta, I. W., N. P. Diantariani, & P. Suarya. 2013. Modifikasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Ligan Difenilkarbazon, *Jurnal Kimia*, 7(1): 57-63.

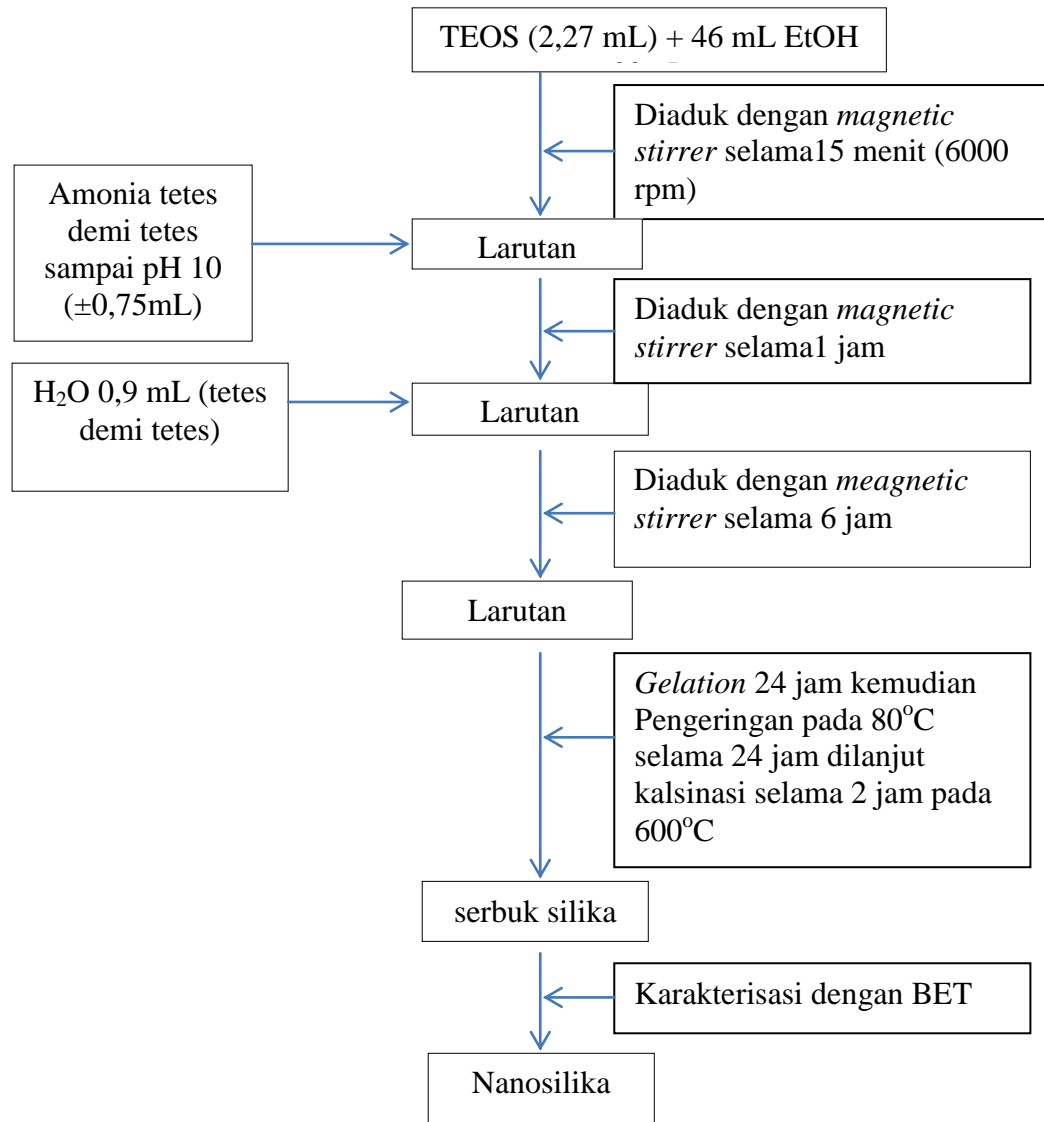
- Suka, I. G., W. Simanjuntak, & E. L. Dewi. 2008. Pembuatan Membran Polimer Elektrolit Berbasis Polistiren Akrilonitril (SAN) untuk Aplikasi Direct Methanol Fuel Cell, *Jurnal NaturIndonesia*, 13(1): 1-6.
- Teoh, K. H., S. Ramesh & A. K. Arof. 2012. Investigation on the Effect of Nanosilica Towards Corn Starch–Lithium Perchlorate-Based Polymer Electrolytes, *J Solid State Electrochem*, 16:3165–3170.
- Thermo Nicolet .2001. *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*. USA: Tersedia di www.thermonicolet.com [diakses 09/01/2014].
- Tiwary, A. K. & V. Rana. 2010. Cross-Linked Chitosan Films: Effect of Cross-Linking Density on Swelling Parameters, *J. Pharm. Sci.*, 23(4):443-448.
- Tohidian, M., S. R. Ghaffarian, S. E. Shakeri, E. Dashtimoghadam , M. M. Hasani , & Sadrabadi. 2013. Organically Modified Montmorillonite and Chitosan–Phosphotungstic Acid Complex Nanocomposites as High Performance Membranes for Fuel Cell Applications, *J Solid State Electrochem* 17:2123–2137.
- Tripathi, B. P. & V. K. Shahi. 2011. Organic-Inorganic Nanocomposite Polymer Electrolyte Membrane for Fuel Cell Application., *Progress in Polymer Science* 36:945–979.
- Tripathi, B. P., M. Kumar, V. K. Shahi. 2009. Highly Stable Proton Conduction Nanocomposite Polymer Electrolyte Membrane (PEM) Prepared by Pore Modification: An Extremely Low Methanol Permeable PEM, *Journal of Membrane Science*, 327:145-154.
- Ulbricht, M. 2006. Advanced Functional Polymer Membranes, *Polymer*, 47: 2217–2262.
- Vaghari, H., H. J. Malmiri, A. Berenjjan, & N. Anarjan. 2013. Recent Advances in Application of Chitosan in Fuel Cells, *Sustainable Chemical Processes*, 2013:1-16.
- Wafiroh, S. & Abdulloh. 2012. Pemanfaatan Selulosa Diastet dari Biofiber Limbah Pohon Pisang dan Kitosan dari Cangkang Udang sebagai Bahan Baku Membran Mikrofiltrasi untuk Pemurnian Nira tebu. *Prosiding Seminar Nasional*. Surabaya: Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga
- Wang, Y., Z. Jiang, H. Li, & D. Yang. 2010. Chitosan Membranes Filled by GPTMS-Modified Zeolite Beta Particles with Low Methanol Permeability for DMFC. *Chemical Engineering and Processing*, 49: 279-284.

- Ye, Y. S., J. Rick, & B. J. Hwang. 2012. Water Soluble Polymers as Proton Exchange Membranes for Fuel Cells, *Polymers* 4:913-963, Tersedia di: www.mdpi.com/journal/polymers [diakses 03/05/2013]
- Zou, H., S. Wu, & J. Shen. 2008. Polymer/Silica Nanocomposite: Preparation, Characterization, Properties, and Applications, *Chemical Reviews*, 108:3893–3957.
- Zulfikar, M. A., D. Wahyunigrum, & N. T. Berghuis. 2009. Pengaruh Konsentrasi Kitosan terhadap Sifat Membran Komposit Kitosan-Silika untuk Sel Bahan Bakar. *Prosiding Seminar Kimia Bersama*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.

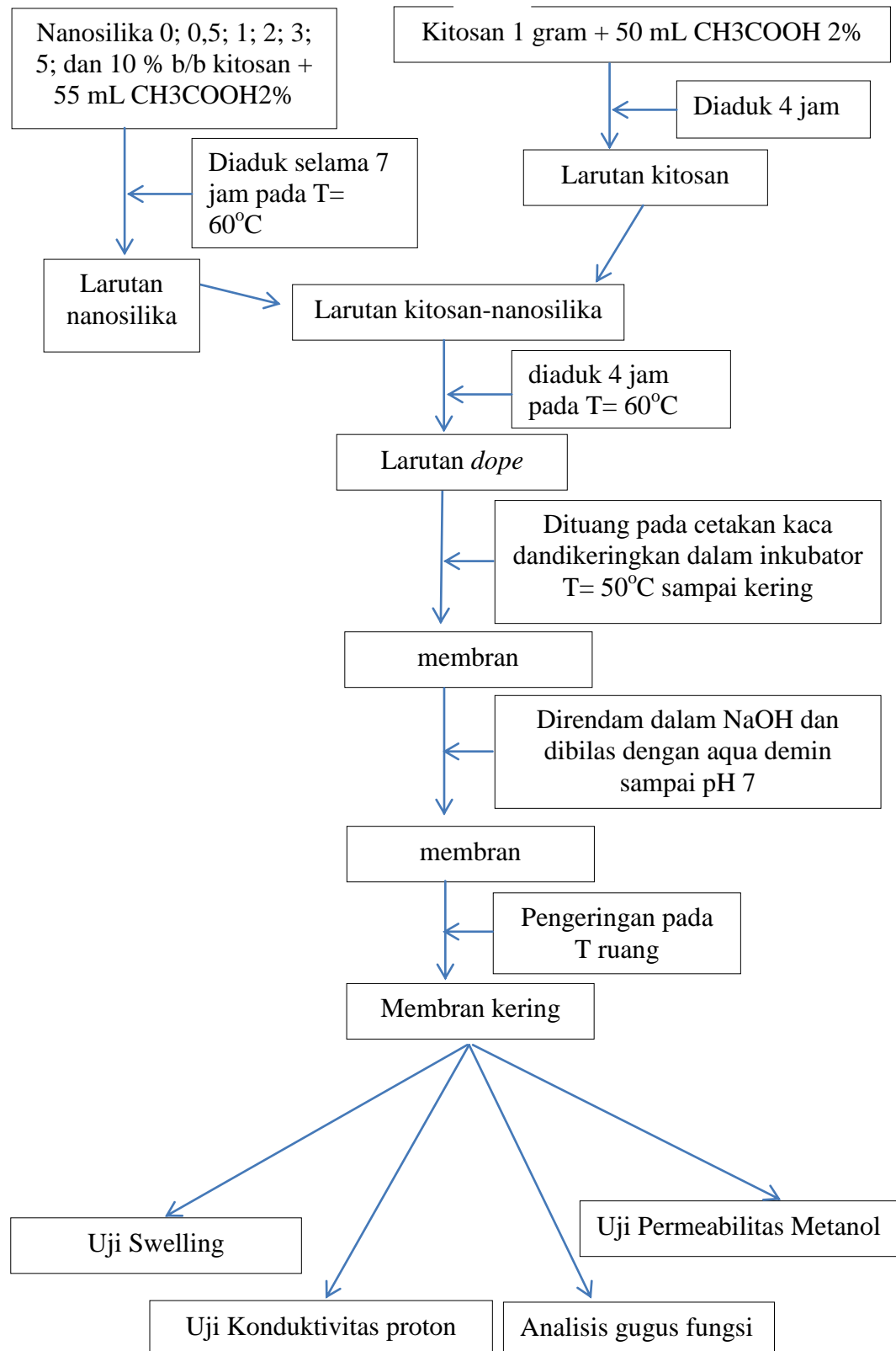
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram alir penelitian

1. Skema kerja pembuatan nanosilika



2. Skema kerja pembuatan membran kom 67



Lampiran 2. Cara pembuatan larutan yang digunakan

Pada penelitian ini akan digunakan larutan kitosan dengan konsentrasi 1% b/v dalam asam asetat 2% v/v. Demikian cara pembuatannya:

1. Pembuatan asam asetat 2% v/v

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 99,8\% = 1000 \times 2\%$$

$$V_1 = 20,04 \text{ mL}$$

Sebanyak 20,04 mL asam asetat 99,8% dilarutkan dengan aquades dalam labu takar 1000 mL hingga batas.

2. Pembuatan metanol 1 M

$$M = \frac{\rho \% 10}{Mr}$$

$$= \frac{0,79 \times 99,9 \times 10}{32,04}$$

$$= 24,632 \text{ M}$$

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$24,6306 V_1 = 1 \times 1000$$

$$V_1 = 40,5999 \text{ mL}$$

Matanol 99,9% sebanyak 40,5999mL dilarutkan dengan aquades dalam labu takar 1000 mL hingga tanda batas.

3. Pembuatan NaOH 1 N

$$N = M \times \text{ekivalen}$$

$$1 = M \times 1$$

$$M = 1$$

$$M = \frac{\text{massa}}{Mr} \times \frac{1}{\text{volume}}$$

$$1 = \frac{x}{40} \times \frac{1000}{100}$$

$$x = 4 \text{ gram}$$

Sebanyak 4 gram NaOH dilarutkan dengan aquades sampai batas dalam labu takar 100 mL.

4. **Perbandingan molar untuk sintesis nanosilika** berdasarkan Ibrahim *et al.*, 2010 yaitu TEOS: 0.2M; NH₃: 0.2M; H₂O: 1M berikut perhitungannya.

- a. TEOS 0,2M

$$\rho = 0,934 \text{ g/mL}$$

$$\text{massa} = \rho \times 1000 \text{ mL}$$

$$= 0,934 \times 1000$$

$$= 923 \text{ gram (massa larutan)}$$

$$\text{Maka massa TEOS adalah} = \text{Kadar TEOS} \times \text{massa larutan}$$

$$= 99\% \times 923$$

$$= 913,77 \text{ gram}$$

$$\text{Maka mol TEOS tiap 1 mL larutan adalah} = \frac{\text{massa TEOS}}{Mr \text{ TEOS}}$$

$$= \frac{913,77}{208,3}$$

$$= 4,39 \text{ mol}$$

Jadi konsentrasi TEOS p.a adalah 4,39 mol tiap 1 mL, sehingga konsentrasi TEOS adalah 4,39M. Maka volume TEOS yang dibutuhkan untuk 50 mL campuran dengan konsentrasi 0,2M adalah

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$0,2 \times 50 = 4,39 \times V_2$$

$$V_2 = \frac{0,2 \times 50}{4,39}$$

$$= 2,27 \text{ mL}$$

Jadi volume TEOS yang dibutuhkan adalah 2,27 mL.

b. NH_3 0,2M

$$\rho \text{ NH}_3 = 0,903 \text{ g/mL}$$

$$\text{massa} = \rho \times 1000 \text{ mL}$$

$$= 0,903 \times 1000$$

$$= 903 \text{ gram larutan NH}_3$$

Maka massa NH_3 adalah = kadar NH_3 x massa larutan

$$= 25\% \times 903$$

$$= 225,75 \text{ gram}$$

$$\text{Maka mol NH}_3 \text{ tiap 1 mL larutan adalah } = \frac{\text{massa NH}_3}{M_r \text{ NH}_3}$$

$$= \frac{225,75}{17,03}$$

$$= 13,26 \text{ mol}$$

Jadi didalam 1 mL NH_3 p.a terdapat 13,26 mol, jadi konsentrasi NH_3

p.a adalah 13,26M. Maka volume NH_3 p.a yang dibutuhkan untuk 50

mL larutan campuran dengan konsentrasi 0,2 M adalah:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$0,2 \times 50 = 13,26 \times V_2$$

$$V_2 = \frac{0,2 \times 50}{13,26}$$

$$= 0,75 \text{ mL}$$

Jadi volume NH_3 yang dibutuhkan adalah 0,75 mL. NH_3 yang dibutuhkan untuk membuat pH larutan campuran menjadi 10 yaitu 0,75mL.

c. H_2O 1M

$$M = \frac{\rho \times 10 \times \text{kadar}(\%)}{Mr}$$

$$1 = \frac{1 \times 10 \times \text{kadar}(\%)}{18,02}$$

$$\text{Kadar} = 1,802 \%$$

Jadi kadar H_2O dalam 1M H_2O adala 1,802%.

Untuk menentukan volume H_2O 1M dalam 50mL larutan campuran adalah sebagai berikut:

$$\text{Kadar } \text{H}_2\text{O} = \frac{\text{volume } \text{H}_2\text{O}}{\text{Volume campuran}} \times 100\%$$

$$1,802 \% = \frac{\text{Volume } \text{H}_2\text{O}}{50} 100\%$$

$$\text{Volume } \text{H}_2\text{O} = \frac{1,802\% \times 50}{100\%}$$

$$= 0,901 \text{ mL}$$

Jadi volume H_2O yang dibutuhkan adalah 0,901mL.

d. Volume Etanol yang dibutuhkan adalah:

$$\text{Volume etanol} = V_{\text{Total}} - (V_{\text{TEOS}} + V_{\text{NH}_3} + V_{\text{H}_2\text{O}})$$

$$= 50 - (2,27 - 0,75 - 0,901)$$

$$= 46,08 \text{ mL}$$

Maka volume pelarut etanol yang dibutuhkan untuk sintesis nanoslikika adalah 46,08 mL.

Lampiran 3. Data Pengamatan dan Analisis Data

1. Perhitungan diameter partikel silika metode BET

Diketahui : ρ (massa jenis) SiO_2 : $2,65 \text{ g/cm}^3 = 2,65 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$

s : luas permukaan : $343,158 \text{ m}^2/\text{g} = 343158 \text{ m}^2/\text{kg}$

D : diameter rata-rata partikel

$$D = \frac{6}{\rho s}$$

$$= \frac{6}{(2,65 \times 10^3 \times 343158)} = 6,5979 \times 10^{-9} \text{ m} = 6,59 \text{ nm}$$

2. Swelling air

Pada uji swelling air ini data berat kering (D) membran setelah dikeringkan dengan oven dan berat basah (W) membran setelah direndam dalam air selama 24 jam. Dari data yang diperoleh digunakan untuk menghitung nilai swelling air menurut persamaan dibawah. Berikut adalah data yang diperoleh:

Tabel hasil uji *swelling* air

Membran kitosan-nanosilika	Berat Kering (D)	Berat Basah (W)	Nilai <i>Swelling</i> (%)	Rata-rata <i>Swelling</i> (%)
Si-K 0%	0,0105	0,0146	39,0476	40,66
	0,0103	0,0146	41,7475	
	0,0102	0,0144	41,1764	
Si-K 0,5%	0,0104	0,0144	38,4615	40,79
	0,0103	0,0146	41,7475	
	0,0102	0,0145	42,1568	
Si-K 1%	0,0106	0,0153	44,3396	46,59
	0,0105	0,0153	45,7142	
	0,0103	0,0154	49,5145	
Si-K 2%	0,0105	0,0154	46,6666	47,93
	0,0105	0,0155	47,619	
	0,0103	0,0154	49,5145	
Si-K 3%	0,0104	0,0157	50,9615	49,23

	0,0106	0,0158	49,0566	
	0,0107	0,0158	47,6635	
Si-K 5%	0,0101	0,0165	63,3663	62,22
	0,0103	0,0167	62,1359	
	0,0103	0,0166	61,165	
Si-K 10%	0,0102	0,0166	64	63,56
	0,0105	0,0172	63,8095	
	0,0105	0,0171	62,8571	

$$\text{Swelling} = \frac{W-D}{D} \times 100$$

Dengan D = Bobot kering

W = Bobot basah

Untuk menentukan hasil uji *swelling* air maka dilakukan perhitungan dengan persamaan diatas sebagai berikut:

1. Membran Si-K 0%

$$\text{a. swelling air} = \frac{W-D}{D} \times 100\%$$

$$= \frac{0,0146-0,0105}{0,0105} \times 100\%$$

$$= 39,0476\%$$

$$\text{b.} = \frac{0,0146-0,0103}{0,0103} \times 100\%$$

$$= 41,7475\%$$

$$\text{c.} = \frac{0,0144-0,0102}{0,0102} \times 100\%$$

$$= 41,1764\%$$

$$\text{Rata-rata swelling air} = \frac{39,0476+41,7475+41,1764}{3}$$

$$= 40,66\%$$

2. Membran Si-K 0,5%

$$\text{a. swelling air} = \frac{0,0144-0,0104}{0,0104} \times 100\%$$

$$= 38,4615\%$$

$$b. \quad = \frac{0,0146 - 0,0103}{0,0103} \times 100\%$$

$$= 41,7475\%$$

$$c. \quad = \frac{0,0145 - 0,0102}{0,0102} \times 100\%$$

$$= 42,1568\%$$

$$\text{Rata-rata swelling air} = \frac{38,4615 + 41,7475 + 42,1568}{3}$$

$$= 40,79\%$$

3. Membran Si-K 1%

$$a. \quad \text{swelling air} = \frac{0,0153 - 0,0106}{0,0106} \times 100\%$$

$$= 44,3396\%$$

$$b. \quad = \frac{0,0153 - 0,0105}{0,0105} \times 100\%$$

$$= 45,7142\%$$

$$c. \quad = \frac{0,0154 - 0,0104}{0,0104} \times 100\%$$

$$= 49,5154\%$$

$$\text{Rata-rata swelling air} = \frac{44,3396 + 45,7142 + 49,5154}{3}$$

$$= 46,59\%$$

4. Membran Si-K 2%

$$a. \quad \text{swelling air} = \frac{0,0154 - 0,0105}{0,0105} \times 100\%$$

$$= 46,6666\%$$

$$b. \quad = \frac{0,0155 - 0,0105}{0,0105} \times 100\%$$

$$= 47,6190\%$$

$$c. \quad = \frac{0,0157 - 0,0103}{0,0103} \times 100\%$$

$$= 49,5145\%$$

$$\text{Rata-rata swelling air} = \frac{46,6666 + 47,6190 + 49,5145}{3}$$

$$= 47,93\%$$

5. Membran Si-K 3%

$$\text{a. swelling air} = \frac{0,0157 - 0,0104}{0,0104} \times 100\%$$

$$= 50,9615\%$$

$$\text{b.} = \frac{0,0158 - 0,0106}{0,0106} \times 100\%$$

$$= 49,0566\%$$

$$\text{c.} = \frac{0,0158 - 0,0107}{0,0107} \times 100\%$$

$$= 47,6635\%$$

$$\text{Rata-rata swelling air} = \frac{50,9615 + 49,0566 + 47,6635}{3}$$

$$= 49,23\%$$

6. Membran Si-K 5%

$$\text{a. swelling air} = \frac{0,0165 - 0,0101}{0,0101} \times 100\%$$

$$= 63,3663\%$$

$$\text{b.} = \frac{0,0167 - 0,0103}{0,0103} \times 100\%$$

$$= 62,1359\%$$

$$\text{c.} = \frac{0,0166 - 0,0103}{0,0103} \times 100\%$$

$$= 61,1650\%$$

$$\text{Rata-rata swelling air} = \frac{63,3663 + 62,1359 + 61,1650}{3}$$

$$= 62,22\%$$

7. Membran Si-K 10%

$$a. \text{ swelling air} = \frac{0,0166-0,0102}{0,0102} \times 100\%$$

$$= 64\%$$

$$b. = \frac{0,0172-0,0105}{0,0105} \times 100\%$$

$$= 63,8095\%$$

$$c. = \frac{0,0171-0,0105}{0,0105} \times 100\%$$

$$= 62,8571\%$$

$$\text{Rata-rata swelling air} = \frac{64+63,8095+62,8571}{3}$$

$$= 63,55\%$$

3. Uji Konduktivitas

Pada uji konduktivitas proton, membran yang telah diukur tebal dan luasnya direndam dalam air kemudian diukur konduktansinya dengan LCR-Meter, data yang diperoleh digunakan untuk menghitung konduktivitas proton membran menurut persamaan di bawah. Hasil yang diperoleh dituliskan dalam tabel berikut:

Tabel hasil uji konduktivitas proton

Komposisi Kitosan nanoilika	Konduktansi : (S/Ω ⁻¹)	Tebal membran (cm)	Luas membran (cm ²)	Konduktivitas proton (S/cm)
Si-K 0%	0,8018	6 x 10 ⁻³	2,77 x 10 ⁻²	0,174
Si-K 0,5%	0,8168	7 x 10 ⁻³	2,77 x 10 ⁻²	0,206
Si-K 1%	0,8299	7 x 10 ⁻³	2,77 x 10 ⁻²	0,209
Si-K 2%	0,8717	7 x 10 ⁻³	2,77 x 10 ⁻²	0,22
Si-K 3%	0,9174	7 x 10 ⁻³	2,77 x 10 ⁻²	0,231
Si-K 5%	0,9243	7 x 10 ⁻³	2,77 x 10 ⁻²	0,234
Si-K 10%	0,9173	7 x 10 ⁻³	2,77 x 10 ⁻²	0,231

$$\text{Diameter elektroda} = 1,88 \times 10^{-1} \text{ cm}$$

$$\text{Jari-jari} = 0,094 \text{ cm}$$

$$\begin{aligned} \text{Luas membran efektif} &= \pi r^2 \\ &= 3,14 \times 0,094^2 \\ &= 2,77 \times 10^{-2} \text{ cm}^2 \end{aligned}$$

Dengan σ : Konduktivitas proton (S/cm atau $\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$)
 G : Konduktansi (S/Ω^{-1})
 L : Tebal membran (cm)
 A : Luas membran (cm^2)

$$\sigma = G \frac{L}{A}$$

Untuk menentukan hasil uji konduktivitas proton maka dilakukan perhitungan dengan menggunakan persamaan diatas seperti berikut:

1. Membran Si-K 0%

$$\begin{aligned} \sigma &= 0,8018 \frac{6 \times 10^{-3}}{2,77 \times 10^{-2}} \\ &= 0,174 \text{ S/cm} \end{aligned}$$

2. Membran Si-K 0,5%

$$\begin{aligned} \sigma &= 0,8168 \frac{7 \times 10^{-3}}{2,77 \times 10^{-2}} \\ &= 0,206 \text{ S/cm} \end{aligned}$$

3. Membran Si-K 1%

$$\begin{aligned} \sigma &= 0,8299 \frac{7 \times 10^{-3}}{2,77 \times 10^{-2}} \\ &= 0,209 \text{ S/cm} \end{aligned}$$

4. Membran Si-K 2%

$$\begin{aligned} \sigma &= 0,8717 \frac{7 \times 10^{-3}}{2,77 \times 10^{-2}} \\ &= 0,22 \text{ S/cm} \end{aligned}$$

5. Membran Si-K 3%

$$\begin{aligned}\sigma &= 0,9174 \frac{7 \times 10^{-3}}{2,77 \times 10^{-2}} \\ &= 0,231 \text{ S/cm}\end{aligned}$$

6. Membran Si-K 5%

$$\begin{aligned}\sigma &= 0,9243 \frac{7 \times 10^{-3}}{2,77 \times 10^{-2}} \\ &= 0,234 \text{ S/cm}\end{aligned}$$

7. Membran Si-K 10%

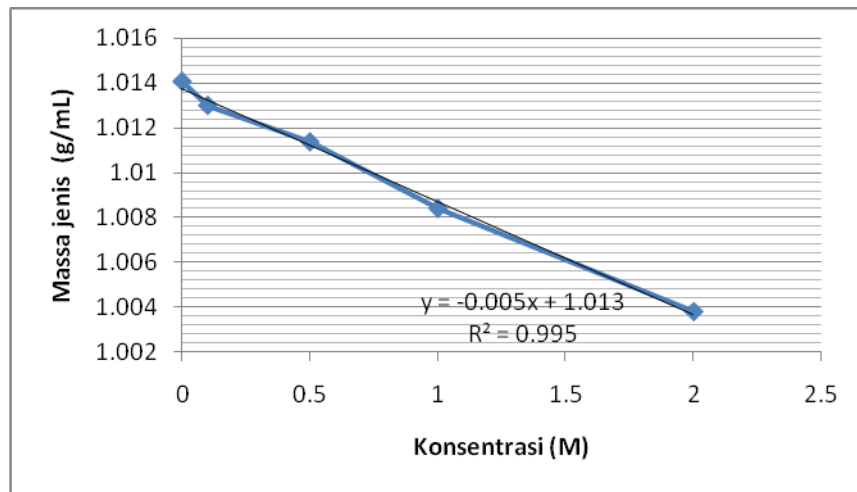
$$\begin{aligned}\sigma &= 0,9173 \frac{7 \times 10^{-3}}{2,77 \times 10^{-2}} \\ &= 0,231 \text{ S/cm}\end{aligned}$$

4. Uji Permeabilitas Membran

Untuk menentukan konsentrasi metanol pada bejana B (C_B) maka dibuat kurva kalibrasi konsentrasi metanol terhadap massa jenis larutan seperti berikut:

Tabel 3. Data kalibrasi metanol

Konsentrasi Metanol (M)	Massa jenis (g/mL)
0	0,01406
0,1	1,01299
0,5	1,011363
1	1,0084
2	1,0038



Kurva kalibrasi metanol

Tabel hasil uji Permeabilitas

Komposisi Kitosan : Silika	Luas membran (cm ²)	Tebal membran (cm)	C _A (M)	C _B (M)	Permeabilitas metanol (cm ² /s)
Si-K 0%	4,9062	4 x 10 ⁻³	0,9999	0,3816	8,64 x 10 ⁻⁶
Si-K 0,5%	4,9062	3 x 10 ⁻³	0,9999	0,1178	2,001 x 10 ⁻⁶
Si-K 1%	4,9062	3 x 10 ⁻³	0,9999	0,112	1,902 x 10 ⁻⁶
Si-K 2%	4,9062	2 x 10 ⁻³	0,9999	0,106	1,2 x 10 ⁻⁶
Si-K 3%	4,9062	1 x 10 ⁻³	0,9999	0,096	5,43 x 10 ⁻⁷
Si-K 5%	4,9062	1 x 10 ⁻³	0,9999	0,1368	7,75 x 10 ⁻⁷
Si-K 10%	4,9062	1 x 10 ⁻³	0,9999	0,1504	8,52 x 10 ⁻⁷

$$P = \frac{1}{A} \frac{C_B L}{C_A t} V_B$$

Dengan P : Permeabilitas metanol membran (cm²/s)

A: Luas membran (cm²)

C_A: konsentrasi metanol dalam reservoir A (M)

C_B: konsentrasi metanol dalam reservoir B (M)

V_B: volume larutan metanol dalam reservoir B (cm³)

t : waktu permeasi (s)

L : tebal membran (cm)

$$\begin{aligned}
 [\text{Metanol pa}] &= \frac{\rho \cdot 10 \%}{Mr} \\
 &= \frac{0,79 \times 10 \times 99,9}{32,04186} \\
 &= 24,6306 \text{ M}
 \end{aligned}$$

Pembuatan metanol 1M

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$24,6306 V_1 = 1 \times 1000$$

$$V_1 = 40,5999 \text{ mL}$$

Dari volume metanol yang dibutuhkan digunakan untuk menentukan konsentrasi dalam % bila diencerkan hingga 1000mL dengan perhitungan sebagai berikut:

Konsentrasi metanol 1M dalam %

$$\%_1 V_1 = \%_2 V_2$$

$$99,9 \times 40,5999 = \%_2 1000$$

$$\%_2 = 4,0599\%$$

Konsentrasi metanol dalam % digunakan untuk menentukan konsentrasi metanol awal (C_A) seperti berikut:

$$\begin{aligned} C_A &= \frac{\rho \cdot 10 \%}{Mr} \\ &= \frac{0,79 \times 10 \times 4,0599}{32,04186} \\ &= 0,9999M \end{aligned}$$

Luas membran (A) = Luas membran efektif

$$= \pi r^2$$

$$= 3,14 \times 1,25^2$$

$$= 4,90625 \text{ cm}^2$$

Larutan sampel uji permeabilitas metanol

Larutan sampel diambil pada saat 3 jam dengan dimasukkan ke dalam piknometer, ditimbang beratnya kemudian dihitung densitas. Kemudian hasil

densitas diplot dengan kurva kalibrasi untuk mendapatkan konsentrasi metanol yang melewati membran (CB).

1) Membran Si-K 0%

Berat Piknometer kosong = 16,8551g

Berat piknometer + larutan pada kolom B = 42,1524g

Volume larutan = 25mL

Massa jenis = $\frac{42,1524 - 16,8551}{25} = 1,011892\text{g/mL}$ diplotkan pada persamaan linear

dengan y adalah massa jenis.

$$X=C_B = \frac{1,011892 - 1,0138}{-0,005} = 0,3816\text{M}$$

$$P = \frac{1}{A} \frac{CB}{CA} \frac{L}{t} V_B$$

$$P = \frac{1 \times 0,3816 \times 3 \times 10^{-3}}{4,9062 \times 0,9999 \times 10800} \times 300$$

$$= 8,64 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$$

2) Membran Si-K 0,5%

Berat Piknometer kosong = 16,8560g

Berat piknometer + larutan pada kolom B = 42,1868g

Volume larutan = 25mL

Massa jenis = $\frac{42,1868 - 16,8560}{25} = 1,013211\text{g/mL}$ diplotkan pada persamaan linear

dengan y adalah massa jenis.

$$X=C_B = \frac{1,013211 - 1,0138}{-0,005} = 0,1178 \text{ M}$$

$$P = \frac{1}{A} \frac{CB}{CA} \frac{L}{t} V_B$$

$$P = \frac{1 \times 0,1178 \times 3 \times 10^{-3}}{4,9062 \times 0,9999 \times 10800} \times 300$$

$$= 2,001 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$$

3) Membran Si-K 1%

Berat Piknometer kosong = 16,8586g

Berat piknometer + larutan pada kolom B = 42,1896g

Volume larutan = 25mL

Massa jenis = $\frac{42,1896 - 16,8586}{25} = 1,01324 \text{ g/mL}$ diplotkan pada persamaan linear

dengan y adalah massa jenis.

$$X = C_B = \frac{1,01324 - 1,0138}{-0,005} = 0,112 \text{ M}$$

$$P = \frac{1}{A} \frac{CB}{CA} \frac{L}{t} V_B$$

$$P = \frac{1 \times 0,112 \times 3 \times 10^{-3}}{4,9062 \times 0,9999 \times 10800} \times 300$$

$$= 1,902 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$$

4) Membran Si-K 2%

Berat Piknometer kosong = 16,8676g

Berat piknometer + larutan pada kolom B = 42,1993g

Volume larutan = 25mL

Massa jenis = $\frac{42,1993 - 16,8676}{25} = 1,01327 \text{ g/mL}$ diplotkan pada persamaan linear

dengan y adalah massa jenis.

$$X = C_B = \frac{1,01327 - 1,0138}{-0,005} = 0,106 \text{ M}$$

$$P = \frac{1}{A} \frac{CB}{CA} \frac{L}{t} V_B$$

$$P = \frac{1 \times 0,106 \times 2 \times 10^{-3}}{4,9062 \times 0,9999 \times 10800} \times 300$$

$$= 1,2 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$$

5) Membran Si-K 3%

Berat Piktometer kosong = 16,8551g

Berat piktometer + larutan pada kolom B = 42,1881g

Volume larutan = 25mL

Massa jenis = $\frac{42,1881 - 16,8551}{25} = 1,01332$ g/mL diplotkan pada persamaan linear

dengan y adalah massa jenis.

$$X = C_B = \frac{1,01332 - 1,0138}{-0,005} = 0,096 \text{ M}$$

$$P = \frac{1}{A} \frac{C_B L}{C_A t} V_B$$

$$P = \frac{1 \times 0,096 \times 1 \times 10^{-3}}{4,9062 \times 0,9999 \times 10800} \times 300$$

$$= 5,43 \times 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$$

6) Membran Si-K 5%

Berat Piktometer kosong = 16,8569g

Berat piktometer + larutan pada kolom B = 42,1848g

Volume larutan = 25mL

Massa jenis = $\frac{42,1848 - 16,8569}{25} = 0,013116$ g/mL diplotkan pada persamaan linear

dengan y adalah massa jenis.

$$X = C_B = \frac{1,013116 - 1,0138}{-0,005} = 0,1368 \text{ M}$$

$$P = \frac{1}{A} \frac{C_B L}{C_A t} V_B$$

$$P = \frac{1 \times 0,1368 \times 1 \times 10^{-3}}{4,9062 \times 0,9999 \times 10800} \times 300$$

$$= 7,75 \times 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$$

7) Membran Si-K 10%

Berat Piknometer kosong = 16,8786g

Berat piknometer + larutan pada kolom B = 42,2048g

Volume larutan = 25mL

Massa jenis = $\frac{42,2048 - 16,8786}{25} = 0,013048$ g/mL diplotkan pada persamaan linear

dengan y adalah massa jenis.

$$X = C_B = \frac{0,013048 - 1,0138}{-0,005} = 0,1504 \text{ M}$$

$$P = \frac{1}{A} \frac{C_B L}{C_A t} V_B$$

$$P = \frac{1 \times 0,1504 \times 1 \times 10^{-3}}{4,9062 \times 0,9999 \times 10800} \times 300$$

$$= 8,52 \times 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$$

5. Selektivitas membran

$$\beta = \frac{\sigma}{P}$$

dengan β : Selektivitas
 σ : Konduktivitas proton
 P : Permeabilitas metanol

a. Membran komposisi nanosilika 0%

$$\beta = \frac{\sigma}{P}$$

$$\beta = \frac{0,174}{8,64 \times 10^{-6}}$$

$$= 2,02 \times 10^4$$

Jadi selektivitas membran komposit komposisi nanosilika 0% adalah

$$2,02 \times 10^4$$

b. Membran komposisi nanosilika 0,5%

$$\beta = \frac{\sigma}{P}$$

$$\beta = \frac{0,206}{2,001 \times 10^{-6}}$$

$$= 1,03 \times 10^5$$

Jadi selektivitas membran komposit komposisi nanosilika 0,5% adalah $1,03 \times 10^5$

c. Membran komposisi nanosilika 1%

$$\beta = \frac{\sigma}{P}$$

$$\beta = \frac{0,209}{1,902 \times 10^{-6}}$$

$$= 1,92 \times 10^5$$

Jadi selektivitas membran komposit komposisi nanosilika 1% adalah $1,92 \times 10^5$

d. Membran komposisi nanosilika 2%

$$\beta = \frac{\sigma}{P}$$

$$\beta = \frac{0,22}{1,2 \times 10^{-6}}$$

$$= 1,83 \times 10^5$$

Jadi selektivitas membran komposit komposisi nanosilika 2% adalah $1,83 \times 10^5$

e. Membran komposisi nanosilika 3%

$$\beta = \frac{\sigma}{P}$$

$$\beta = \frac{0,231}{5,43 \times 10^{-7}}$$

$$= 5,91 \times 10^5$$

Jadi selektivitas membran komposit komposisi nanosilika 3% adalah $5,91 \times 10^5$

f. Membran komposisi nanosilika 5%

$$\begin{aligned}\beta &= \frac{\sigma}{P} \\ \beta &= \frac{0,234}{7,75 \times 10^{-7}} \\ &= 3,02 \times 10^5\end{aligned}$$

Jadi selektivitas membran komposit komposisi nanosilika 5% adalah

$$3,02 \times 10^5$$

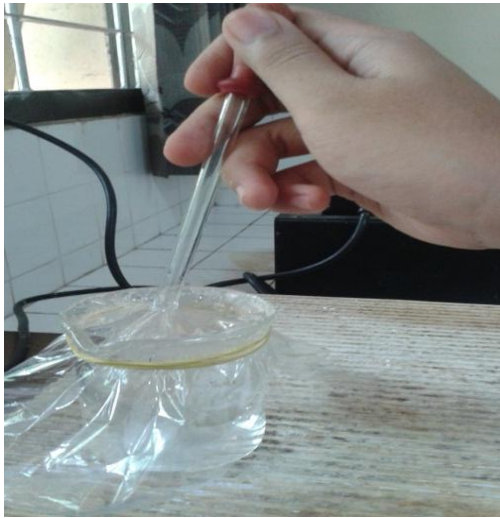
g. Membran komposisi nanosilika 10%

$$\begin{aligned}\beta &= \frac{\sigma}{P} \\ \beta &= \frac{0,231}{8,52 \times 10^{-7}} \\ &= 2,71 \times 10^5\end{aligned}$$

Jadi selektivitas membran komposit komposisi nanosilika 10% adalah

$$2,71 \times 10^5$$

Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian



Sintesis nanosilika saat penambahan amonia



Serbuk kasar nanosilika setelah pengeringan dengan oven



Penggerusan serbuk kasar nanosilika setelah pengeringan dengan oven



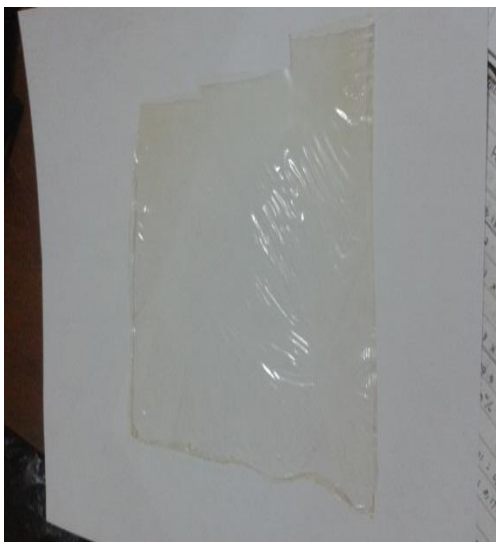
Serbuk nanosilika setelah dikalsinasi



Sintesis membran komposisi, proses pencampuran larutan kitosan dan larutan nanosilika



Penuangan larutan *dope* pada cetakan membran



Membran kering hasil sintesis



Uji *swelling* air



Uji konduktivitas proton

Uji permeabilitas metanol

Lampiran 5. Hasil uji BET

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0

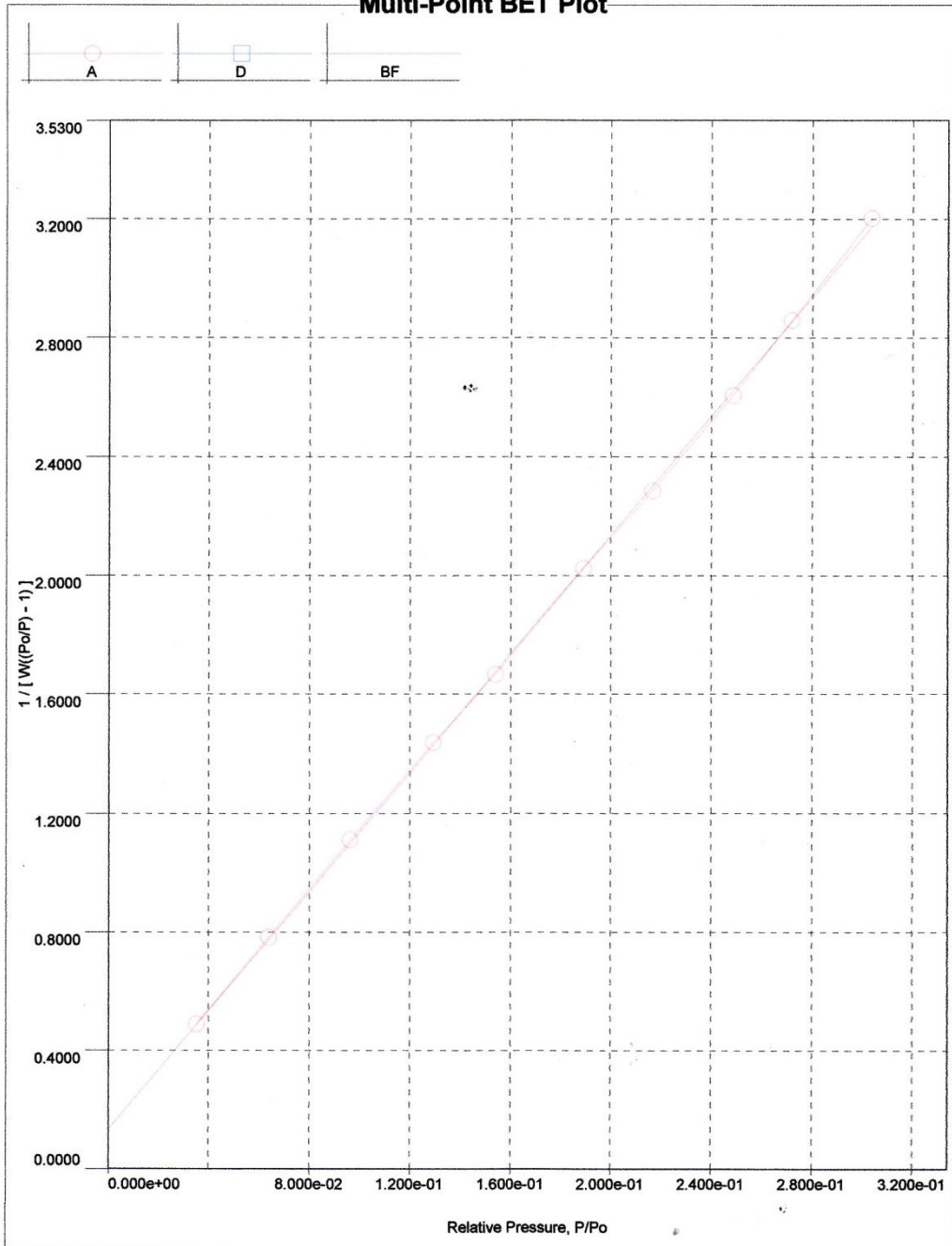


Analysis
Operator:nova
Sample ID: 66/SAA/Jul/14

Date:2014/08/28
Filename:

Report
Operator:nova
Date:9/1/2014
C:\QCdata\Physisorb\ 20140829_1_Widasari.qps

Multi-Point BET Plot



Analysis
Operator:nova
Sample ID: 66/SAA/Jul/14

Report
Date:2014/08/28
Operator:nova
Date:9/1/2014

Filename: C:\QCdata\Physisorb\ 20140829_1_Widasari.qps

MBET summary

Slope = 10.010
Intercept = 1.388e-01
Correlation coefficient, r = 0.999884
C constant = 73.096
Surface Area = 343.158 m²/g

Average PoreSize data

Average pore Radius = 3.12082e+01 Å

Total Pore Volume data

Total Pore Volume

Total pore volume = 5.355e-01 cc/g
for pores smaller than 326.2 Å (Radius)
at P/Po = 0.96959

Volume/Area summary

Surface Area Data

MultiPoint BET.....	3.432e+02 m ² /g
Langmuir surface area.....	5.027e+02 m ² /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	2.757e+02 m ² /g
BJH method cumulative desorption surface area.....	4.067e+02 m ² /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	2.799e+02 m ² /g
DH method cumulative desorption surface area.....	4.166e+02 m ² /g
t-method external surface area.....	3.432e+02 m ² /g
DR method micropore area.....	4.052e+02 m ² /g

Pore Volume Data

Total pore volume for pores with Radius less than 326.15 Å at P/Po = 0.969590.....	5.355e-01 cc/g
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	4.843e-01 cc/g
BJH method cumulative desorption pore volume.....	5.468e-01 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	4.736e-01 cc/g
DH method cumulative desorption pore volume.....	5.394e-01 cc/g
DR method micropore volume.....	1.440e-01 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	2.197e-01 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	2.213e-01 cc/g

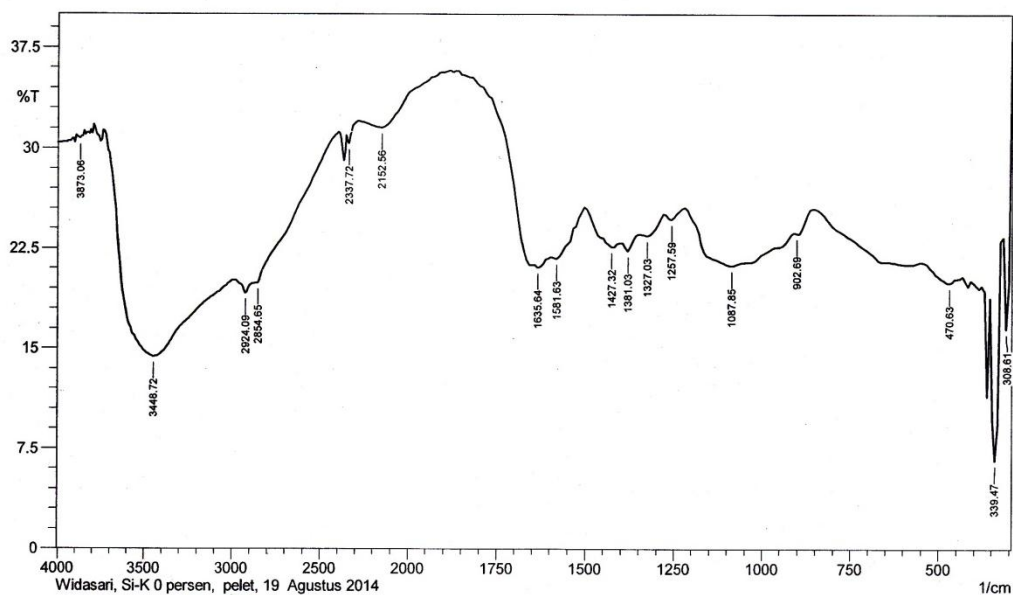
Pore Size Data

Average pore Radius.....	3.121e+01 Å
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.612e+01 Å
BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	2.395e+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.612e+01 Å
DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	2.395e+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	1.470e+01 Å
DA method pore Radius (Mode).....	9.600e+00 Å
HK method pore Radius (Mode).....	2.158e+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	2.261e+00 Å

Lampiran 6. Hasil analisis gugus fungsi dengan FTIR



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



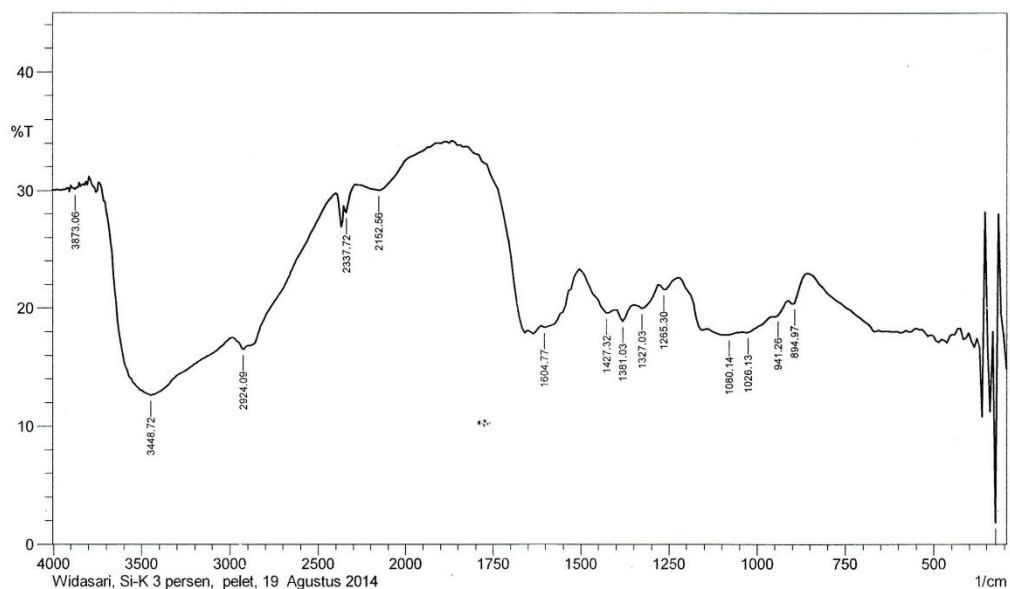
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	308.61	16.472	12.363	316.33	293.18	14.547	3.506
2	339.47	6.571	14.342	354.9	324.04	29.908	9.207
3	470.63	19.882	0.529	547.78	455.2	63.789	0.603
4	902.69	23.57	0.371	910.4	864.11	28.409	0.253
5	1087.85	21.181	3.481	1219.01	918.12	196.448	12.584
6	1257.59	24.642	0.501	1273.02	1226.73	27.874	0.206
7	1327.03	23.408	0.497	1342.46	1280.73	38.256	0.414
8	1381.03	22.269	0.856	1396.46	1350.17	29.626	0.327
9	1427.32	22.579	0.958	1496.76	1404.18	58.5	1.159
10	1581.63	21.682	0.77	1597.06	1504.48	58.64	0.893
11	1635.64	21.026	0.319	1643.35	1597.06	30.961	0.138
12	2152.56	31.49	1.773	2283.72	1913.39	179.279	4.708
13	2337.72	30.311	0.89	2353.16	2291.43	31.15	0.221
14	2854.65	19.849	0.392	2870.08	2399.45	280.381	0.119
15	2924.09	19.112	0.874	2985.81	2870.08	81.723	0.796
16	3448.72	14.342	12.602	3734.19	2993.52	553.064	107.077
17	3873.06	30.685	0.278	3888.49	3849.92	19.689	0.097

Comment;

Widasari, Si-K 0 persen, pelet, 19 Agustus 2014



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



	Peak	Intensiy	Corr. Intensiy	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	324.04	1.798	26.215	354.9	316.33	36.787	15.485
2	894.97	20.411	1.003	910.4	864.11	30.883	0.399
3	941.26	19.277	0.324	948.98	918.12	21.606	0.086
4	1026.13	17.944	0.313	1041.56	964.41	56.592	0.382
5	1080.14	17.774	0.284	1134.14	1049.28	63.474	0.431
6	1265.3	21.589	0.436	1273.02	1226.73	30.408	0.222
7	1327.03	19.98	0.709	1342.46	1280.73	42.256	0.693
8	1381.03	18.888	1.108	1396.46	1350.17	32.771	0.52
9	1427.32	19.604	1.078	1496.76	1404.18	63.33	1.136
10	1604.77	18.348	0.496	1612.49	1504.48	75.221	1.887
11	2152.56	29.986	1.753	2283.72	1913.39	186.968	4.898
12	2337.72	28.097	0.98	2353.16	2283.72	36.842	0.27
13	2924.09	16.478	2.134	2978.09	2399.45	380.103	10.186
14	3448.72	12.613	12.986	3734.19	2985.81	599.645	123.051
15	3873.06	30.083	0.312	3888.49	3849.92	20.016	0.111

Comment;

Widasari, Si-K 3 persen, pelet, 19 Agustus 2014