

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring meningkatnya kebutuhan akan sumber energi alternatif yang efisien dan ramah lingkungan, berbagai teknologi penyimpanan energi terus mengalami perkembangan pesat. Perangkat penyimpanan energi yang ramah lingkungan dan terus dikembangkan adalah superkapasitor dan baterai ion litium (Ndruru, 2019). Baterai ion litium (Li-ion) banyak ditemukan dan digunakan pada peralatan elektronik sehari-hari seperti telepon seluler, komputer, laptop dan lain-lain. Baterai ion litium juga dianggap sebagai perangkat penyimpan energi listrik yang ramah lingkungan tanpa emisi karbon (Kamilah, 2020). Baterai ion litium memiliki kerapatan energi yang tinggi, waktu pakai yang lama dan dapat diisi ulang (Ndruru, 2019).

Komponen utama pada baterai ion litium terdiri dari katoda, anoda, separator dan elektrolit (Kamilah, 2020). Baterai ion litium konvensional saat ini masih menggunakan elektrolit cair (Ndruru, 2019), yang memiliki kelemahan antara lain sifatnya yang korosif, mudah menguap, dapat terbakar yang diakibatkan karena kebocoran sehingga rentan terhadap ledakan saat proses pengisian ulang pada suhu tinggi (Xiao *et al.*, 2014). Dalam mengatasi kelemahan-kelemahan penggunaan elektrolit cair dikembangkan sistem elektrolit padat berbahan dasar polimer yang dikenal sebagai membran polimer elektrolit padat. Membran polimer elektrolit padat memiliki banyak keunggulan dibandingkan elektrolit cair terutama dalam pemrosesannya yang murah, mudah, aman, tahan terhadap korosi, kestabilan mekanik dan termal yang baik serta kerapatan energi yang tinggi (bila dikombinasikan dengan litium elektroda logam).

Selain isu peningkatan performa membran polimer elektrolit padat, permasalahan lingkungan juga menjadi suatu perhatian terutama penggunaan polimer sintetik yang tidak ramah lingkungan. Beberapa peneliti kini mengembangkan polimer elektrolit dari polimer alam (biopolimer) untuk menggantikan polimer sintetik yang tidak ramah lingkungan. Selain kelimpahan di alam, biopolimer seperti pati, kitin, kitosan, selulosa, lignoselulosa, agarosa, dan lain-lain (Ndruru, 2019) termasuk turunan-turunannya memiliki sifat fisikokimia yang baik dan menawarkan gugus-gugus fungsi yang mendukung transport ion-ion dalam matriks membran polimer elektrolit padat seperti gugus hidroksi (-OH), karbonil (C=O), amina (-NH₂) dan lain-lain.

Salah satu turunan selulosa yang berpotensi sebagai matriks membran



at adalah karboksimetil selulosa (CMC). CMC disintesis melalui aksi selulosa dari biomassa seperti pelepah nipah (Wijana *et al.*, 2019), dan pelepah sawit (Hariani *et al.*, 2020). Sebagai polimer alam memiliki keunggulan-keunggulan seperti mudah terbiodegradasi, tidak beracun, ringan dan memiliki konduktivitas termal yang baik (Rahmi *et al.*, 2023). Selulosa memiliki struktur yang terdiri dari rantai lurus ikatan 1,4-beta anhidropiranosida yang

membentuk ikatan hidrogen supramolekul sehingga memiliki struktur fisik yang kokoh dan linier (Silitonga *et al.*, 2019).Keunggulan yang dimiliki oleh selulosa baik dari aspek fisik dan ekonomi menjadi alasan turunan selulosa yaitu CMC dalam pengembangan membran elektrolit pada penelitian ini.

Seperti diketahui bahwa pelepah sawit sebagai produk samping dari perkebunan sawit, 40-56 pelepah pada usia muda dan 40-48 pelepah/batang pada masa usia tua, yang harus dilakukan pemangkasan setiap kali proses pengambilan tandan buah segar. Umumnya limbah pelepah sawit hanya dibiarkan begitu saja hingga membusuk dan sebagian kecil dijadikan sebagai campuran pakan ternak, pemanfaatan tersebut masih bersifat terbatas ditinjau dari sisi aplikasi dan nilai ekonominya (Hariani *et al.*, 2020). Sementara berdasarkan analisis komponen, pelepah sawit mengandung komponen selulosa sebesar 34,89%, hemiselulosa 27,14%, dan lignin 19,87% (Saputra *et al.*, 2023). Persentase jumlah selulosa yang cukup tinggi pada pelepah sawit merupakan suatu potensi sumber bahan baku sintesis CMC dalam aplikasinya sebagai membran polimer elektrolit padat.

Modifikasi selulosa menjadi turunannya karboksimetil selulosa (CMC) menghasilkan membran polimer elektrolit padat telah banyak dipelajari antara lain (Ndruru *et al.*, 2022b), Shika *et al.*, (2019), (Mazuki *et al.*, 2020), dan (Zulkifli *et al.*, 2020). Performa membran elektrolit padat dapat dimaksimalkan melalui berbagai pendekatan baik pendekatan struktur maupun pendekatan fisik. Salah satu pendekatan lanjutan (regenerasi) yang dapat meningkatkan karakteristik konduktivitas ion dan ketahanan mekanik, adalah teknik ikat silang (*cross-linking*).

Ikatan silang merupakan teknik penyiapan polimer yang menghubungkan satu rantai polimer dengan rantai polimer lainnya, baik berupa ikatan kovalen maupun non kovalen, serta dapat meningkatkan massa dari molekul polimer tersebut (Berg *et al.*, 2010). Salah satu agen pengikat silang yang banyak digunakan adalah asam sitrat (*citric acid*, CA). CA merupakan asam alami dengan kemampuan untuk mengikat dan menstabilkan struktur polisakarida dengan menciptakan ikatan diester antar molekul kovalen dengan gugus hidroksil dari polisakarida (Sharmin *et al.*, 2022). Ikatan silang ini dapat meningkatkan elastisitas dan kekuatan mekanik film (Siregar, 2018)

Yao *et al.*, (2022) melaporkan bahwa penambahan asam sitrat sebagai pengikat silang dapat mengurangi kelarutan air, meningkatkan sifat mekanik, permeabilitas uap air, dan karakteristik tahan panas pada film yang terbuat dari pati kacang hijau. Siregar *et al.*, (2019) juga melaporkan bahwa penggunaan polimer elektrolit padat dari paduan CMC/PVA dengan agen pengikat silang asam sitrat menunjukkan bahwa interaksi ikatan hidrogen antara CMC/PVA dan CA yang tiga dimensi yaitu jaringan berpori. Beberapa penelitian yang sebagai agen pengikat silang yaitu penelitian dari (Demitri *et al.*, 2022), dan (Hadad *et al.*, 2022).

Saluran litium berperan penting dalam menentukan kinerja polimer membran seperti litium perklorat (LiClO_4), litium triflat (LiCF_3SO_3), dan tetrakis (LiBF₄) sering digunakan sebagai sumber ion litium karena



stabilitas dan konduktivitasnya yang tinggi dalam polimer elektrolit. Garam litium perklorat (LiClO_4) adalah garam kristalin yang sering digunakan dalam pembuatan membran polimer elektrolit padat karena sifatnya yang mudah larut dalam berbagai jenis pelarut seperti air, asetonitril, dietil eter, dimetilasetamida (DMAc) dan aseton, memiliki derajat disosiasi dan konduktivitas ion yang tinggi dan energi kisi kristal yang rendah. Litium perklorat memiliki titik leleh 430°C , berat jenis $2,43 \text{ g/cm}^3$ dan massa molekul relatif $106,39 \text{ g/mol}$ (Shofiana Khoironi, 2017). Beberapa penelitian yang telah memanfaatkan garam LiClO_4 sebagai sumber ion litium salah satunya yaitu penelitian dari (Maddu *et al.*, 2022) yang menyatakan bahwa pada penambahan LiClO_4 dengan karboksimetil selulosa terikat silang asam sitrat memiliki derajat ikatan silang yang tinggi (72,22%) yaitu penambahan CA 10% (b/b), dan memiliki nilai konduktivitas ion yaitu $1,24 \times 10^{-7} \text{ S/cm}$ serta perilaku dielektrik yang baik dibandingkan yang lain karena memiliki mobilitas ion yang tinggi untuk proses migrasi dan pembentukan kluster ion.

Berdasarkan uraian yang disampaikan di atas, dalam penelitian ini dikembangkan suatu membran polimer elektrolit padat berbasis campuran CMC pelepah sawit/PVA terikat silang asam sitrat. Karakterisasi yang dilakukan dalam mempelajari sifat fisikokimia antara lain analisis gugus fungsi, analisis struktur molekul, analisis kristanilitas, morfologi, konduktivitas ion, sifat mekanik, dan termal yang masing-masing menggunakan metode *fourier transform infrared* (FTIR), *nuclear magnetic resonance* (NMR), *X-ray diffraction* (XRD), *scanning elektron microscope* (SEM), *electrochemical impedance spectroscopy* (EIS), *tensile tester* dan *thermogravimetry analysis* (TGA).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian pada latar belakang maka yang menjadi rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. bagaimana karakteristik selulosa yang diisolasi dari pelepah sawit menggunakan metode delignifikasi dan *bleaching*?
2. bagaimana karakteristik sintesis CMC dari selulosa pelepah sawit?
3. bagaimana karakteristik dan kondisi optimum dari membran berbasis campuran CMC pelepah sawit/ PVA terikat silang asam sitrat?
4. bagaimana karakteristik dan kondisi optimum dari membran polimer elektrolit padat berbasis campuran CMC pelepah sawit/ PVA terikat silang asam sitrat terkompleks garam LiClO_4 ?

1.3 Tujuan Penelitian



in masalah maka tujuan dari penelitian ini adalah sebagai

mengkarakterisasi selulosa dari pelepah sawit
 mengkarakterisasi CMC pada selulosa pelepah sawit
 mengkarakterisasi, dan menentukan kondisi optimum membran
 an CMC pelepah sawit/ PVA terikat silang asam sitrat
 mengkarakterisasi dan menentukan kondisi optimum membran

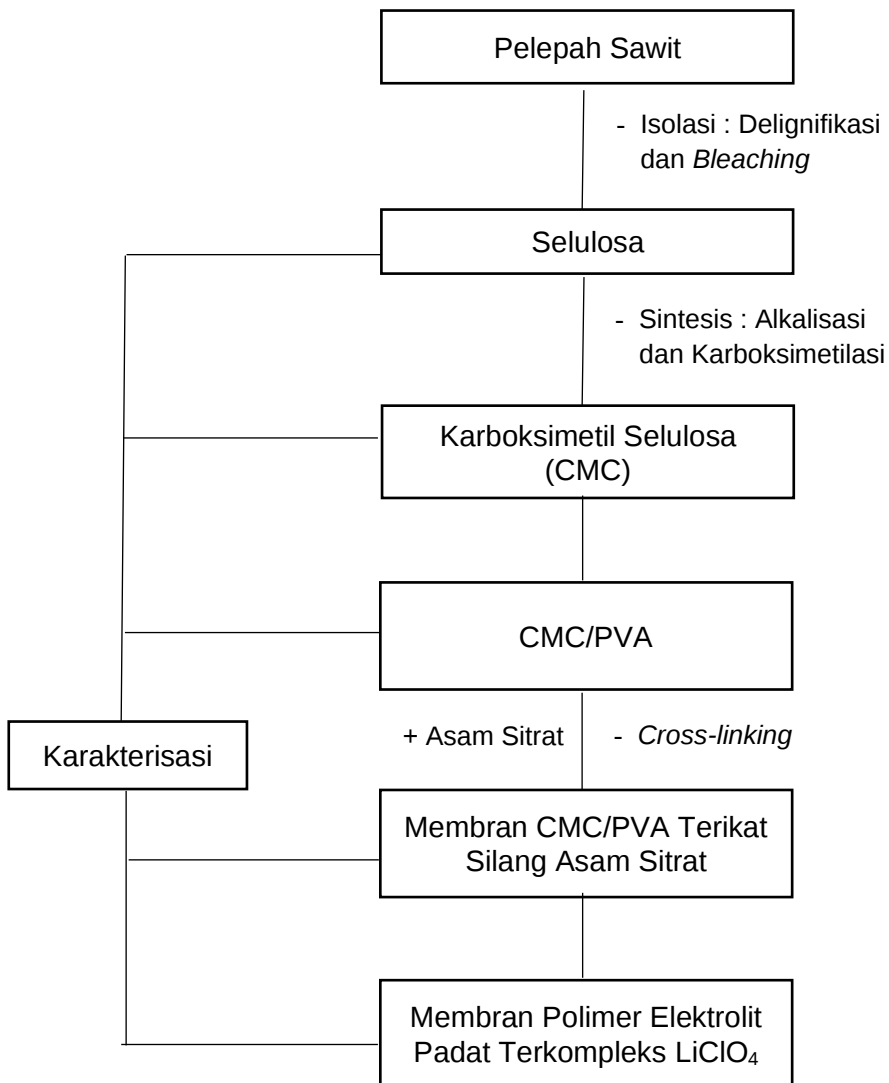
polimer elektrolit padat berbasis campuran CMC pelepah sawit/ PVA terikat silang asam sitrat terkompleks LiClO_4 .

1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan pengetahuan dan keterampilan proses isolasi selulosa dari biomassa lokal Indonesia, sintesis karboksimetil selulosa dari selulosa pelepah sawit, pembuatan membran polimer elektrolit padat dari CMC selulosa pelepah sawit/PVA terikat silang asam sitrat serta interpretasi
2. Memberikan wawasan secara luas di masyarakat dan industri mengenai pemanfaatan batang pelepah sawit yang dapat dikembangkan sebagai salah satu material membran elektrolit padat yang dapat diaplikasikan pada baterai ion litium.





Gambar 1 Kerangka Berpikir



1.5 Hipotesis

Berdasarkan beberapa hal yang telah diuraikan, maka hipotesis penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Selulosa berhasil diisolasi dari batang pelepah sawit dengan metode delignifikasi dan *bleaching* yang memiliki karakteristik sesuai dengan penelitian-penelitian sebelumnya.
2. Karboksimetil selulosa (CMC) berhasil disintesis dari selulosa batang pelepah sawit yang dapat larut dan membentuk membran.
3. Membran berbasis CMC pelepah sawit/PVA terikat silang asam sitrat menunjukkan karakteristik yang baik sebagai matriks polimer elektrolit padat.
4. Membran polimer elektrolit padat berbasis CMC pelepah sawit/PVA terikat silang asam sirat terkompleks garam litium perklorat menunjukkan karakteristik yang memenuhi syarat untuk diimplementasi pada baterai ion litium.



BAB II METODE PENELITIAN

2.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September 2023 – Mei 2024 pada Laboratorium Pusat Riset Kimia, Organisasi Riset Nanoteknologi dan Material, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Kawasan Sains dan Teknologi B.J. Habibie, Serpong, Kota Tangerang Selatan, Provinsi Banten. Pengambilan sampel penelitian pelepah sawit dilakukan di Desa Benggaulu, Kec. Dapurang, Kab. Pasangkayu, Sulawesi Barat.

2.2 Alat dan Bahan Penelitian

2.2.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu blender, ayakan 100 mesh, desikator, oven, neraca analitik, botol semprot, botol kaca, gelas ukur, pipet tetes, gelas kimia, batang pengaduk, corong kaca, *hot plate*, *waterbath shaker*, lumpang dan alu, pH meter, kain saring, cawan petri, termometer, konduktometer, perangkat refluks, reaktor delignifikasi (Koica) dan instrumen analisis antara lain ATR *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) (Bruker Tensor II) pada interval bilangan gelombang $4000\text{--}500\text{ cm}^{-1}$, analisis struktur molekul selulosa dan CMC menggunakan $^1\text{H-NMR}/^{13}\text{C-NMR}$ (Bruker Ascend 700 MHz) dan *solid-state* $^1\text{H-NMR}$ / *solid-state* $^{13}\text{C-NMR}$ (JEOL ECZR 500 MHz), konduktivitas ion diukur dengan menggunakan metode *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) dengan tipe (LCR Hi-tester Hioki 3532-50) pada rentang 42 Hz - 1 MHz, kekuatan tarik membran dianalisis dengan menggunakan metode uji tarik (*tensile testing*) (UTM 1-kN), pengukuran kristalinitas menggunakan *X-Ray Deifraction* (XRD Smartlab Rigaku, sumber: sinar-X tembaga, Cu) pada rentang $2\theta = 3\text{--}90^\circ$, termal menggunakan *Thermogravimetric Analysis* (TGA) tipe (Linseis, STA PT 1600) dan morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) tipe (JEOL JSM-6360LA) untuk berbagai perbesaran.

2.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu pelepah sawit, natrium hidroksida (NaOH 99% merek CDH), kalium hidroksida (KOH 85-90% merek HIMEDIA), Monokloro asetat (MCA 99% merek CDH), kertas saring, hidrogen peroksida (H_2O_2 35% merek sigma Aldrich), metanol (99,8% merek sigma Aldrich), akuades, Isopropanol, asam sitrat (CA merk Sigma-Aldrich, BM = 210.14 g/mol), Polivinil HIMEDIA, Hidrolisis sebagian : 86%/mol), Asam asetat glasial rek Sigma Aldrich), dan litium perklorat (LiClO_4 merek Sigma g/mol).



2.3 Prosedur Kerja

2.3.1 Preparasi Biomassa Pelelepah Sawit

Preparasi sampel biomassa pelelepah sawit dilakukan dengan teknik penghalusan menggunakan grinder. Serbuk yang diperoleh diayak dengan ukuran ayakan 100 mesh dan dikeringkan selama 1 jam dengan menggunakan oven pada suhu 60°C (Silsia *et al.*, 2018).

2.3.2 Isolasi Selulosa dari Pelelepah Sawit

Isolasi selulosa dilakukan dengan dua tahap yaitu delignifikasi dan pemutihan. Delignifikasi dilakukan dalam reaktor dengan memasukkan 250 gram serbuk pelelepah sawit dan 2500 mL larutan KOH. Suhu awalnya diatur pada 75 °C, lalu dinaikkan secara bertahap hingga 150 °C dengan tekanan 4 bar. Kondisi ini membantu mempercepat proses delignifikasi dan menjaga larutan tetap dalam bentuk cair, kemudian dipertahankan selama 30 menit. Setelah reaksi selesai, produk delignifikasi dicuci dengan air mengalir hingga pH netral, kemudian disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 24 jam (Sunardi *et al.*, 2021).

Pemutihan dilakukan untuk pemurnian produk delignifikasi. Sebanyak 100 gram produk delignifikasi kering ditimbang dan dicampur dengan 300 mL larutan hidrogen peroksida (H_2O_2) 10%, yang berfungsi untuk memutihkan serat dengan menghilangkan sisa lignin dan zat warna. Campuran ini kemudian dipanaskan sambil diaduk pada suhu 90 °C selama 4 jam. Pemanasan ini membantu mempercepat proses oksidasi dan memastikan lignin benar-benar terurai tanpa merusak selulosa. Setelah proses selesai, produk dicuci dengan air mengalir hingga pH netral, lalu disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 24 jam. (Masrullita *et al.*, 2022).

2.3.3 Sintesis CMC dari Selulosa Pelelepah Sawit

Sintesis CMC dari selulosa pelelepah sawit mengacu pada metode Huang *et al.* (2017), yang dilakukan dalam dua tahap: *alkalisasi* dan *eterifikasi*. sebanyak 15 mL isopropanol dipanaskan hingga 80 °C dalam labu alas bulat, lalu 1 gram selulosa hasil isolasi 2.3.2 ditambahkan. Campuran tersebut direfluks sambil diaduk selama 1 jam. Selanjutnya, dilakukan alkalisasi dengan menambahkan 15 mL larutan NaOH 40% dan direfluks kembali selama 14 jam pada suhu yang sama. Pada tahap eterifikasi, 2 gram asam monokloroasetat (MCA) ditambahkan ke dalam campuran, lalu direfluks selama 8 jam. Setelah reaksi selesai, larutan diasamkan menggunakan asam asetat glasial 90% hingga mencapai pH 7, kemudian dikristalisasi dengan 50 mL metanol. Hasil kristalisasi disaring, dikeringkan pada suhu 50 °C selama 24 jam, serbuk CMC untuk selanjutnya dikarakterisasi.



Struktur Molekul CMC Pelelepah Sawit

Sintesis struktur CMC dilakukan dengan metode viskositas larutan polimer, penelitian yang telah dilakukan oleh Kasrawati *et al.* (2023) dengan menambahkan 1 mL cupri etilen diamin (CED) dimasukkan ke dalam

viskometer Ostwald. Selanjutnya tarik larutan CED menggunakan bola karet (*bulp*) hingga batas atas, kemudian dilepas, catat waktu yang dibutuhkan untuk larutan mengalir dari batas atas sampai ke batas bawah tabung viskometer. Perlakuan ini dilakukan sebanyak tiga kali untuk menghasilkan data yang akurat (Kasrawati *et al.*, 2023).

Perhitungan waktu alir larutan CMC dilakukan dengan melarutkan 0.025 gram CMC dalam 50 mL akuades. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam viskometer Ostwald, dan dihisap menggunakan *bulp* hingga batas atas, kemudian dilepas, catat waktu yang dibutuhkan untuk larutan mengalir dari batas atas sampai ke batas bawah tabung viskometer (Safitri *et al.*, 2017).

2.3.5 Pembuatan Membran Berbasis CMC/PVA terikat Silang Asam Sitrat

Pembuatan membran berbasis CMC/PVA terikat silang asam sitrat dilakukan dengan melarutkan 0,5 gram PVA dan 0,5 gram CMC dilarutkan ke dalam 40 mL air suling dengan pengadukan perlahan selama 24 jam pada suhu 80 °C sampai larutan homogen dengan peningkatan viskositas diamati. Kemudian, asam sitrat 10, 15, 20, 25 dan 30 (b/b%) dari massa total campuran CMC/PVA, ditambahkan pada suhu 80 °C selama 24 jam. Larutan kemudian dituang ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 24 jam, membran yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR EIS dan *Tensile strenght* (Hadad *et al.*, 2022). Komposisi terbaik diperoleh pada variasi CMC/PVA/CA 15% (b/b) berdasarkan nilai konduktivitas menggunakan metode EIS dilanjutkan karakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM-EDX, dan TGA.

2.3.6 Penentuan Derajat Ikatan Silang

Penentuan derajat ikatan silang pada membran CMC/PVA/CA, yang mengacu pada metode Maddu *et al.* (2022), dilakukan dengan memotong membran menjadi bagian-bagian kecil yang seragam, kemudian merendamnya dalam air selama 1 jam untuk menghilangkan komponen yang larut atau tidak terikat silang. Setelah perendaman, sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 30 menit hingga mencapai kondisi kering. Massa akhir yang diperoleh kemudian digunakan untuk menghitung derajat ikatan silang berdasarkan fraksi massa yang tidak larut dalam air.

2.3.7 Pembuatan Membran polimer Elektrolit padat CMC/PVA Yang Tertaut Silang Asam Sitrat Terkompleks LiClO_4 (b/b)

Setelah mendapatkan komposisi terbaik dari CMC/PVA yang terikat silang asam p 2.3.5, langkah selanjutnya adalah memvariasikan komposisi klorat (LiClO_4). Variasi komposisi dari LiClO_4 5, 10, 15, 20, 25 media ditambahkan akuades sambil diaduk selama 24 jam mpuran tersebut membentuk larutan transparan dan dituangkan yang telah disiapkan, kemudian dipanaskan dalam oven suhu Membran polimer elektrolit padat yang dihasilkan selanjutnya



dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR, EIS dan *tensile strenght* (Ndruru *et al.*, 2022b). Komposisi terbaik yang diperoleh pada variasi CMC/PVA/CA/LiClO₄-25% (b/b) berdasarkan nilai konduktivitas menggunakan metode EIS dilanjutkan karakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM-EDX, dan TGA.

2.4 Karakterisasi

Serat selulosa dan CMC dari pelepah sawit serta membran polimer elektrolit padat yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen analisis antara lain FTIR, NMR, EIS, XRD, *Tensile tester*, TGA, dan SEM-EDX untuk menganalisis gugus fungsi, struktur molekul, konduktivitas, kristalinitas, kuat tarik, sifat termal, dan morfologi permukaan pada sampel.

2.4.1 Analisis gugus fungsi dengan ATR-FTIR

Sampel berupa serat biomassa pelepah sawit, selulosa, CMC, membran CMC/PVA/CA-15% membran CMC/PVA/CA/LiClO₄-25% diletakkan pada kristal ATR dan ditekan menggunakan alat pres putar. Sampel kemudian dikenakan sinar inframerah pada instrumen FTIR hingga diperoleh data berupa persen transmitan (%T) pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹. Analisis FTIR dilakukan di gedung SBSN, Pusat Riset Kimia, Badan Riset dan Inovasi Nasional



Gambar 2 Instrumen FTIR



Struktur molekul

Selulosa pelepah sawit sebanyak 2 gram dimasukkan ke dalam tabung kemudian dilarutkan dengan pelarut D₂O dicukupkan volumenya ke dalam *tube*, diinjeksikan ke dalam tabung injeksi dan dianalisis menggunakan spektroskopi NMR dengan JEOL 500 MHz.



Gambar 3 Instrumen NMR

2.4.3 Analisis Kristalinitas

Analisis Kristalinitas pada sampel serat biomassa pelepah sawit, selulosa, CMC membran elektrolit padat CMC/PVA terikat silang asam sitrat terkompleks garam LiClO_4 dianalisis menggunakan XRD Smartlab Rigaku, sumber sinar-X tembaga, Cu. Intensitas relatif yang dihasilkan dari proses difraksi diperoleh pada sudut 2θ : 3° - 90° . Pengujian XRD dilakukan di Laboratorium Fisika, Badan Riset dan Inovasi Nasional, dan di Laboratorium Survei Geologi, Bandung.



Gambar 4 instrumen XRD



2.4.4 Analisis morfologi

Analisis morfologi pada sampel membran polimer elektrolit padat CMC/PVA terikat silang asam sitrat terkompleks LiClO_4 dilakukan dengan menggunakan JEOL JSM-6360LA. Membran terlebih dahulu dicelupkan ke dalam nitrogen cair dan dibagi menjadi dua bagian. Analisis SEM dilakukan pada morfologi permukaan dan penampang pada tegangan 10 kV dan perbesaran 5000. Pengujian SEM dilakukan di Laboratorium Fisika, Badan Riset dan Inovasi Nasional



Gambar 5 instrumen SEM

2.4.5 Analisis kestabilan termal

Analisis stabilitas termal TGA/DTG pada sampel membran polimer elektrolit padat CMC/PVA terikat silang asam sitrat LiClO_4 dilakukan di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (MIPA), Universitas Negeri Sebelas Maret, Surakarta. Sampel ditimbang 2-10 mg dan kemudian ditempatkan pada wadah silika. Sampel kemudian dipanaskan pada kisaran suhu kamar 25–600°C dengan kecepatan pemanasan 10°C/min dalam kondisi gas nitrogen.

2.4.6 Analisis konduktivitas

Analisis konduktivitas pada sampel membran polimer elektrolit padat CMC/PVA terikat silang asam sitrat LiClO_4 menggunakan EIS. Sampel terlebih dulu disiapkan dengan ukuran minimal 2 x 2 cm² kemudian dijepit pada kedua elektroda pasif



konduktivitas ion pada suhu kamar dengan interval frekuensiasi LCR akan secara otomatis menyimpan data frekuensi dan hasil pengukuran sampel di komputer, setelah itu data analisis menggunakan hukum *Joncher Power Law* untuk nduktivitas ion.



Gambar 6 Instrumen LCR-meter

2.4.7 Analisis sifat mekanik

Analisis sifat mekanik pada sampel membran polimer elektrolit padat CMC/PVA terikat silang asam sitrat LiClO_4 menggunakan *tensile tester*. Sampel membran dipotong dengan ukuran 1×5 cm, ditekan menggunakan *dumbbell*, lalu dijepit dengan jarak cekungan sebesar 10 mm. Sel beban diatur sebesar 5000N dengan kecepatan penarikan sebesar 10 mm/min pada suhu ruang. Data yang dihasilkan berupa perpanjangan putus (%) sebagai sumbu x dan kuat tarik (MPa) sebagai sumbu y.

2.5 Analisis Data

2.5.1 Perhitungan Konduktivitas Ion

Konduktivitas ion dihitung dengan menggunakan rumus

$$\sigma = \left(\frac{l}{R} \right) \times \left(\frac{t}{A} \right) \quad (1)$$

Keterangan :

σ = konduktivitas ion (S cm^{-1});

l = jarak antar elektroda (cm);

R = hambatan total (Ω);

t = ketebalan membran;

A = luas elektroda ($l \times t$) (cm^2) (Saadiah *et al.*, 2021).

2.5.2 Perhitungan Ion Bebas, Ion Kontak, Koefisien difusi ion, jumlah bilabilitas ion

s dan ion kontak diukur dengan menggunakan luas pita dengan



$$\text{ion bebas (\%)} = \frac{A_f}{A_f + A_c} \times 100\% \quad (2)$$

$$\text{ion kontak (\%)} = \frac{A_c}{A_f + A_c} \times 100\% \quad (3)$$

Keterangan :

A_c = area total yang sesuai dengan daerah ion kontak

A_f = area yang sesuai dengan daerah ion bebas (Zulkifli *et al.*, 2020).

Perhitungan kerapatan jumlah (η), mobilitas ion (μ), dan koefisien difusi (D), dapat dihitung menggunakan persamaan berikut :

$$\eta = \frac{M \times N_A}{V_{Total}} \times \text{ion bebas (\%)} \quad (4)$$

$$\mu = \frac{\sigma}{\eta e} \quad (5)$$

$$D = \frac{\mu K T}{e} \quad (6)$$

Keterangan:

M = jumlah mol;

N_A = bilangan Avogadro ($6,02 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$);

V_{Total} = volume total dari sampel

T = suhu mutlak (273°C);

K = konstanta Boltzmann ($1,38 \times 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$)

e = muatan elektron ($1,602 \times 10^{-19} \text{ C}$) (Saadiyah *et al.*, 2021).

2.5.3 Analisis Mekanik

Kekuatan tarik dari membran paduan polimer elektrolit padat dihitung dengan menggunakan persamaan (Ndruru *et al.*, 2022a).

$$\sigma = \frac{M \times g}{t \times l} \quad (7)$$

Keterangan :

σ = kekuatan tarik (MPa);

M = massa (kg);

g = gaya gravitasi (9.8 kg m/s^2);

t = ketebalan membran (mm);

l = lebar membran (mm).

2.5.4 Perhitungan Derajat Substitusi CMC



3) dihitung menggunakan metode FTIR yang berdasarkan pada . Perhitungan DS dilakukan dengan membandingkan gugus CMC yang terdeteksi pada spektrum FTIR, seperti yang samaan 8 (Ndruru *et al.*, 2022).

$$S = \frac{A_{1606}}{A_{2927}} - B \quad (8)$$

Keterangan :

A_{1606} = absorbansi pada 1606 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur dari gugus karboksil (COO^-);

A_{2927} = absorbansi pada 2927 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur dari gugus C-H alkana;

B = tetapan numerik terhadap A_{1606}/A_{2927} selulosa, bernilai nol (0).

2.5.5 Penentuan Berat Molekul CMC

Penentuan berat molekul (M_v) CMC serat pelepah sawit dilakukan dengan pendekatan viskometri. Pendekatan viskometri menggunakan *viscometer Oswald* berdasarkan data waktu alir larutan CMC dan pelarutnya, serta nilai η_{sp} dan η_{red} masing-masing konsentrasi larutan CMC ($C = 0,005; 0,01; 0,05 \text{ g/100 mL}$) (Zikrillah *et al.*, 2023).

$$\eta_{sp} = \frac{t_l - t_0}{t_0} \quad (9)$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{C} \quad (10)$$

dengan:

t_l = waktu alir larutan polimer

t_0 = waktu alir pelarut

C = konsentrasi larutan polimer

η_{sp} = viskositas spesifik

η_{red} = viskositas tereduksi

Data η_{red} yang diperoleh dialurkan grafik η_{red} vs C , sehingga diperoleh grafik $y = mx + c$ (dimana $c = \eta_{red}$)

Diketahui persamaan:

$$[\eta] = KM_v^\alpha \quad (11)$$

$$(K = 1,70 \times 10^{-2} \frac{dL}{g}; \alpha = 0,91)$$

dengan:

$[\eta]$ = viskositas

M_v = massa molekul relative rata-rata viskositas

K dan α = konstanta Mark-Houwink untuk sistem pelarut-terlarut tertentu

2.5.6 Perhitungan Derajat Ikatan Silang dan Derajat Degradasi

Penentuan derajat ikatan silang dilakukan dengan memotong membran CMC/PVA/CA menjadi bagian kecil kemudian direndam dalam air selama 1 jam, setelah itu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 50°C selama 1022). Derajat ikatan silang dan derajat degradasi dihitung dengan persamaan berikut :

$$\zeta = \frac{w_a}{w_i} \times 100\% \quad (12)$$



$$DD = \frac{W_i - W_a}{W_i} \times 100\% \quad (13)$$

Keterangan :

W_a = Berat Kering

W_i = Berat awal (Saadiyah *et al.*, 2021)

2.5.7 Perhitungan Derajat Kristalinitas

Persentase kristalinitas ($C_{r.I}$) sampel dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$X_c = \frac{A_c}{A_t} \times 100\% \quad (14)$$

Keterangan :

A_c = area kristalin

A_t = total area kristalin (Saadiyah *et al.*, 2021)

