

**LAPORAN AKHIR TAHUN
INSINAS RISET PRATAMA INDIVIDU**



**Pengembangan Bahan Anoda dari Nanokomposit
Nata-de-coco/Pt/Ru/C Untuk Aplikasi Sel Bahan Bakar Metanol**

Tahun ke 2 dari rencana 2 tahun

Dr. HENRY FONDA ARITONANG, S.Si, M.Si (Ketua)
NIDN 0007127103

VANDA SELVANA KAMU, S.Pd, M.Si (Anggota)
NIDN 0005097102

**UNIVERSITAS SAM RATULANGI
NOVEMBER 2017**

**HALAMAN PENGESAHAN LAPORAN TAHUN TERAKHIR
PROGRAM INSINAS RISET PRATAMA**

Judul Penelitian : Pengembangan Bahan Anoda dari Nanokomposit *Nata-de coco*/Pt/Ru/C Untuk Aplikasi Sel Bahan Bakar Metanol.

Bidang Program Insinas : Insinas Riset Pratama

Peneliti Utama/Ketua Peneliti:

- a. Nama Lengkap : Dr Henry Fonda Aritonang, S.Si, M.Si
- b. Alamat surel (e-mail) : henryaritonang@yahoo.com
- c. Nomor HP : 08124450362

Lembaga Pengusul :

- a. Nama Lembaga : LPPM Unsrat
- b. Nama Pimpinan Lembaga : Prof. Dr. Ir. Inneke F.M. Rumengan, M.Sc
- c. Alamat : Kampus UNSRAT Manado
- d. Alamat surel : lppm@unsrat.ac.id
- e. Telepon : (0431) 827560

Lama penelitian keseluruhan : 2 tahun

Pelaksanaan Tahun ke : 2 (dua)

Biaya Penelitian keseluruhan : Rp. 258.000.000

Manado, November 2017



Mengetahui,
Ketua LPPM Unsrat

Prof. Dr. Ir. Inneke F.M. Rumengan, M.Sc
NIP. 195711051984032001

Peneliti Utama/Ketua Peneliti

(Dr. Henry Fonda Aritonang, S.Si, M.Si)
NIP. 197112072000031001

RINGKASAN

Sel bahan bakar adalah suatu sistem reaksi kimia yang mengubah energi kimia menjadi energi listrik yang dapat digunakan sebagai sumber energi terbarukan dan aman terhadap lingkungan. Sel bahan bakar yang banyak dikembangkan adalah sel bahan bakar metanol (*Direct Methanol Fuel Cell*, DMFC) karena memiliki beberapa keunggulan ditinjau dari ketersediaan bahan bakar metanol yang melimpah di Indonesia. Komponen penting yang menentukan kinerja sel bahan bakar adalah kedua elektrodanya yang mengandung katalis. Katalis yang banyak digunakan dalam sel bahan bakar adalah platina (Pt). Untuk menghasilkan aktivitas katalis yang lebih baik, kandungan Pt harus optimal, berukuran nano dan terdistribusi merata di dalam elektroda. Aktivitas katalis akan meningkat dengan adanya katalis bantu, dalam hal ini adalah rutenium (Ru). Namun studi mengenai pembuatan nanokomposit yang berisi nanopartikel Pt, Ru dan karbon serta terinsersi ke dalam NdC dan digunakan sebagai katalis pada anoda DMFC belum dipelajari. Karena itu penelitian ini bertujuan untuk membuat nanokomposit NdC/Platina/Rutenium/Karbon (NdC/Pt/Ru/C) dengan menghasilkan nanopartikel Pt dan Ru terdistribusi dengan baik pada matriks NdC. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis Pt, Ru dan C terdistribusi merata pada permukaan NdC. Ukuran nanopartikel Pt dan Ru yang dihasilkan dari sumber prekursornya rata-rata sebesar 1 hingga 2 nm. Katalis Pt, Ru dan C yang terdistribusi pada NdC (membran nanokomposit NdC/Pt/Ru/C) dapat berfungsi sebagai anoda pada sel bahan bakar metanol dengan rapat daya optimum sebesar 0,05 mW/mg pada rapat arus optimum 0,59 mA/mg di suhu optimum 80°C.

PRAKATA

Dalam menjalankan tugasnya, Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi (Kemenristekdikti) Republik Indonesia memiliki tugas dan fungsi untuk membina sumber daya manusia Riset Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (SDM RIPTEK). Berbagai program penelitian telah dilaksanakan oleh Kemenristekdikti untuk meningkatkan kapasitas SDM RIPTEK, diantaranya adalah Penelitian Kompetitif Nasional.

Pada tahun 2017 ini, peneliti diberi kesempatan oleh Kemenristekdikti untuk melakukan Program Insentif Riset Sistem Inovasi Nasional dengan judul : **Pengembangan Bahan Anoda dari Nanokomposit *Nata-de-coco*/Pt/Ru/C Untuk Aplikasi Sel Bahan Bakar Metanol**. Penelitian ini direncanakan selama dua tahun mulai Tahun 2016 hingga Tahun 2017. Pada tahun ini, hasil penelitian telah memperoleh membran nanokomposit *nata-de-coco*-Platina-Karbon (NdC/Pt/C) dan informasi ukuran partikel katalis juga telah didapat serta aktivitas katalisnya pada sel bahan bakar methanol. Dengan demikian, peneliti berharap semoga penelitian ini bermanfaat, terima kasih.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN PENGESAHAN.....	1
RINGKASAN.....	2
PRAKATA.....	3
DAFTAR ISI.....	4
DAFTAR TABEL.....	5
DAFTAR GAMBAR.....	6
DAFTAR LAMPIRAN.....	8
BAB 1. PENDAHULUAN.....	9
BAB 2. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN.....	12
BAB 3. METODE PENELITIAN.....	13
BAB 4. HASIL DAN LUARAN YANG DICAPAI.....	16
4.1. HASIL PENELITIAN.....	16
4.2. LUARAN YANG DICAPAI.....	37
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN.....	46
REFERENSI.....	47
LAMPIRAN.....	49
Lampiran 1.....	49
Lampiran 2.....	51
Lampiran 3.....	53
Lampiran 4.....	54
Lampiran 5.....	55
Lampiran 6.....	56
Lampiran 7.....	57
Lampiran 8.....	60
Lampiran 9.....	61
Lampiran 10.....	62

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Data ketebalan dan ukuran rongga NdC berdasarkan waktu fermentasi.....	17
Tabel 4.2 Kandungan partikel Pt rata-rata yang terdapat pada permukaan membran NdC-Pt.....	25
Tabel 4.3 Kandungan partikel Pt yang terdapat pada permukaan membran NdC/Pt/C.....	31

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 4.1. Gel NdC yang telah dihasilkan berdasarkan waktu fermentasi (a) 3 hari, (b) 4 hari, (c) 5 hari, (d) 6 hari, (e) 9 hari dan (f) 12 hari	16
Gambar 4.2. Membran NdC kering hasil fermentasi 6 hari.....	17
Gambar 4.3. Citra SEM NdC yang dihasilkan berdasarkan perbedaan waktu fermentasi (a) 3 hari, (b) 4 hari, (c) 5 hari, (d) 6 hari, (e) 9 hari dan (f) 12 hari.....	19
Gambar 4.4. Gel NdC setelah direndam ke dalam larutan prekursor PtCl ₄	20
Gambar 4.5. Partikel Pt dari prekursor PtCl ₄ 30 mM setelah terdeposisi di dalam NdC (a) gel NdC-Pt dan (b) membran NdC-Pt.....	21
Gambar 4.6. Pola difraksi sinar-X dari (a) <i>database</i> Pt (ICSD No. 76951), (b) membran NdC, dan (c-d) Pt dari prekursor PtCl ₄ , masing-masing konsentrasi 3 mM dan 20 mM, yang terdapat pada membran NdC-Pt.....	22
Gambar 4.7. Citra SEM partikel Pt dari prekursor PtCl ₄ yang terdapat pada permukaan membran (a) konsentrasi 3 mM dan (b) konsentrasi 30 Mm.....	23
Gambar 4.8. Citra TEM partikel Pt dari prekursor 20 mM PtCl ₄ yang terdapat pada permukaan NdC.....	24
Gambar 4.9. Spektrum EDS kandungan partikel Pt yang terdapat pada permukaan nanokomposit NdC/Pt (a) konsentrasi 3 mM dan konsentrasi 30 mM.....	25
Gambar 4.10 Termogram membran (a) NdC dan (b) NdC-Pt dari sumber prekursor PtCl ₄ 3 mM	26
Gambar 4.11 Citra SEM dari serbuk karbon (a) sebelum dan (b) setelah didispersikan ke dalam larutan CTAB (0,1% (b/v)).....	28
Gambar 4.12 Citra TEM serbuk karbon.....	28
Gambar 4.13 Partikel karbon (C) konsentrasi 0,05% setelah terdeposisi di	29

	dalam NdC (a) gel NdC/C dan (b) membran NdC/C kering	
Gambar 4.14	Citra SEM dari membran (a) NdC (b) NdC/C.....	30
Gambar 4.15	Spektrum EDS membran NdC/Pt/C.....	31
Gambar 4.16	Termogram membran (a) NdC, dan (b) NdC/Pt/C.....	32
Gambar 4.17	Citra SEM yang menunjukkan profil partikel Pt pada membran NdC/Pt/C.....	33
Gambar 4.18	Profil dari (a) citra TEM dan (b) histogram dari distribusi ukuran partikel Pt yang terdapat pada membran NdC/Pt/C.....	34
Gambar 4.19	Profil citra TEM nanopartikel Pt dan Ru dari sumber prekursor pada konsentrasi (a) 5 mM, (b) 10 mM, dan (c) 20 mM.....	35
Gambar 4.20	Profil kinerja katalis pada anoda sel tunggal DMFC suhu 40 °C hingga 80 °C menggunakan elektroda NdC/Pt/Ru/C.....	36

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Perhitungan Kandungan Partikel Pt Pada Membran NdC-Pt Berdasarkan Termogram TGA	49
Lampiran 2. Perhitungan Kandungan Partikel Pt Pada Membran NdC/Pt/C Berdasarkan Termogram TGA	51
Lampiran 3. Data Aktivitas Katalis Pt Terhadap Massa Pt Menggunakan Elektroda NdC/Pt/Ru/C Pada Tiap Suhu.....	53
Lampiran 4. Produk Penelitian	54
Lampiran 5. Luaran yang dihasilkan.....	55
Lampiran 6. Mengikuti Seminar Internasional	56
Lampiran 7. Catatan Harian	57
Lampiran 8. Surat Pernyataan Tanggungjawab Bekerja.....	60
Lampiran 9. Surat Pernyataan Kebenaran Pengadaan Alat	61
Lampiran 10. Surat Pernyataan Setor Kembali Sisa Dana.....	62

BAB 1. PENDAHULUAN

Sel bahan bakar adalah perangkat elektrokimia yang mengubah energi kimia bahan bakar menjadi energi listrik secara langsung melalui reaksi antara bahan bakar di anoda dan oksigen di katoda. Sel bahan bakar dapat bekerja terus-menerus selama mendapat suplai bahan bakar dan oksigen sebagai oksidan (Carrette, L. dkk., 2000). Sel bahan bakar memiliki efisiensi tinggi pada suhu cukup rendah, rapat daya tinggi, dan ramah lingkungan karena produk samping yang dihasilkan berupa panas dan air bila menggunakan H₂ murni atau menghasilkan produk samping berupa panas, CO₂ dan air bila menggunakan larutan metanol. Saat ini, sel bahan bakar yang paling menjanjikan dan menarik untuk dikembangkan adalah sel bahan bakar suhu rendah yaitu *proton exchange membrane fuel cell* (PEMFC) dan *direct methanol fuel cell* (DMFC) untuk dikembangkan pada berbagai macam aplikasi mulai dari elektronik portabel dan pasokan listrik stasioner untuk kendaraan (Astra, I. M., 2010). Diantara kedua sel bahan bakar ini, DMFC memiliki keunggulan dibanding PEMFC yaitu mudah dalam penyimpanan dan distribusi, mudah dalam penanganan dan temperatur operasi rendah dan rapat energi metanol tinggi. Di samping itu, biaya yang relatif lebih murah, desainnya sederhana, dan ketersediaan yang melimpah (Aricò, A. S. dkk., 2001, Schultz, T. dkk., 2001). Oleh karena itu, DMFC layak untuk dikembangkan sebagai sumber energi alternatif terbarukan karena memiliki kelebihan-kelebihan tersebut.

Permasalahan yang masih perlu diselesaikan agar sel bahan bakar menuju komersialisasi dan menjadi produk massal antara lain adalah terkait dengan biaya dan efisiensi waktu. Komponen utama biaya yang dapat diturunkan adalah komponen *membrane electrode assembly* (MEA), yang terdiri dari membran elektrolit dan elektroda (anoda dan katoda). Elektroda merupakan kertas atau kain karbon yang mengandung katalis, seperti Pt dan disebut juga lapisan elektroda. Elektroda adalah penyangga katalis agar lapisan katalis tidak lepas dari permukaan elektroda. Adapun biaya yang dapat diturunkan antara lain adalah menurunkan kandungan katalis pada permukaan lapisan elektroda, mencari material elektroda yang murah dan mencari/mensintesis lapisan membran elektrolit yang murah dan mudah dalam pembuatannya. Komponen fokus pada penelitian kali ini adalah elektroda.

Untuk mengatasi biaya penggunaan katalis maka dilakukan dengan cara mengurangi kandungan katalis Pt pada lapisan elektroda sel bahan bakar yaitu dengan mengubah ukuran

partikel Pt sekecil mungkin sampai berukuran nano. Dengan ukuran tersebut, luas permukaan Pt meningkat sehingga meningkatkan aktivitas katalitiknya (Arenz, M. dkk., 2005). Material elektroda yang murah telah digunakan oleh beberapa peneliti sebagai pengganti kertas/kain karbon, seperti kitosan dan *nata-de-coco* (NdC). Kitosan dapat digunakan sebagai matriks sehingga partikel-partikel logam Pt terdistribusi dengan baik pada permukaan kitosan (Kessler, T. dkk., 2003, Luna, A. M. C., 2000). Demikian juga NdC juga telah digunakan sebagai matriks dalam menghasilkan partikel-partikel logam, seperti Au, Ag, Pd, dan Pt (Evans, B. R. dkk., 2003, Yang, J. dkk., 2009).

Efisiensi waktu merupakan faktor penting antara lain proses sintesis partikel katalis hingga deposisinya pada elektroda sehingga pembuatan MEA tidak membutuhkan waktu yang lama. NdC dapat menginisiasi pembentukan partikel logam dari sumber prekursornya tanpa menggunakan reduktor (Evans, B. R. dkk., 2003). Metoda ini merupakan terobosan baru dalam pembentukan partikel logam berukuran nano dan mempersingkat waktu deposisi partikel logam pada NdC sebagai elektroda. Namun karena NdC tidak dapat menginisiasi pembentukan partikel Pt dari sumber prekursornya ammonium heksakloropaladat, maka dibutuhkan reduktor, seperti NaBH_4 atau HCOH sehingga nanopartikel Pt dapat dihasilkan. Akan tetapi, material komposit NdC/Pt tersebut dihancurkan dan dicampur dengan serbuk karbon untuk dijadikan tinta katalis dan dideposisi ke permukaan NdC untuk dijadikan elektroda pada PEMFC (Yang, J. dkk., 2009). Artinya bahwa metode deposisi nanopartikel Pt dan serbuk karbon (*acetylene black*) pada elektroda melalui beberapa tahap.

Deposisi nanopartikel Pt dan *multiwalled carbon nanotubes* (MWCNT) telah berhasil diinsersi ke dalam matriks NdC melalui tahap insersi nanopartikel Pt dan diikuti insersi MWCNT. Nanopartikel Pt diperoleh melalui reduksi menggunakan reduktor gas hidrogen terhadap prekursor PtCl_4 dan H_2PtCl_6 . Hasil penelitian menunjukkan bahwa prekursor PtCl_4 merupakan sumber Pt yang dapat menghasilkan kandungan Pt yang lebih tinggi (51%), ukuran nanopartikel Pt rata-rata hingga 3 nm, dan serbuk MWCNT terdistribusi merata pada permukaan NdC (Aritonang, H. F. dkk., 2015). Informasi ini menunjukkan bahwa penelitian ini relatif lebih efisien dalam mendeposisikan katalis dan serbuk karbon dibandingkan penelitian sebelumnya.

Untuk mengetahui sejauh mana kemampuan NdC sebagai matriks, maka perlu dilakukan penelitian lanjutan dengan mendeposisikan jenis logam lain selain Pt dan karbon. Penelitian

kali ini mendeposisikan nanopartikel Ru, Pt dan serbuk karbon (XC-72R) ke dalam matriks NdC. Proses deposisi dilakukan seperti pada penelitian sebelumnya yaitu melalui urutan tahapan deposisi partikel-partikel dengan merendam prekursor Pt dan karbon ke dalam NdC dan diikuti proses reduksi (Aritonang, H. F. dkk., 2015). Tujuan dimasukkannya partikel Ru selain Pt dan karbon ke dalam NdC yaitu untuk digunakan sebagai katalis pada anoda DMFC karena biasanya katalis yang digunakan pada anoda DMFC adalah Pt/Ru berpenyangga karbon. Hingga kini, penelitian ini belum ada dilaporkan sehingga merupakan terobosan baru dalam pengembangan anoda untuk sel bahan bakar terutama DMFC.

Digunakannya NdC sebagai matriks pada penelitian ini karena NdC memiliki struktur pori berukuran nanometer. Dengan struktur ini maka prekursor logam dapat menghasilkan logam berukuran nano (Barud, H. S. dkk., 2008, Yang, J. dkk., 2009). Selain memiliki pori berukuran nano, NdC memiliki beberapa keunggulan, seperti sifat mekaniknya tinggi (*tensile strength* = 5,21 MPa dan Modulus Young = 162,50 MPa) (Phisalaphong, M. dkk., 2008) sehingga tahan terhadap bahan kimia dan suhu hingga 275 °C (George, J. dkk., 2005), tidak beracun, kristalinitas tinggi, bersifat biodegradabel dan biaya pembuatannya murah (Klemm, D. dkk., 2001, Oshima, T. dkk., 2008, Svensson, A. dkk., 2005).

BAB 2. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

2.1 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai melalui penelitian ini adalah membuat nanokomposit NdC (NdC)/Platina/Rutenium/Karbon (NdC/Pt/Ru/C) dengan menghasilkan ukuran partikel katalis Pt/Ru berskala nano, kemudian katalis dan karbon (XC-72R) ini terdistribusi dengan baik pada matriks NdC. Tujuan lainnya adalah memahami hubungan antara ukuran partikel katalis, *loading* katalis Pt/Ru/C, dan aktivitas elektrokimia disisi anoda DMFC.

2.2 Manfaat Penelitian

Riset sel bahan bakar di dunia telah berkembang pesat sejalan dengan semakin meningkatnya kebutuhan akan energi. Salah satu aplikasi sel bahan bakar adalah untuk peralatan portabel yang dapat beroperasi pada suhu di bawah 100 °C. Kriteria penting agar sel bahan bakar dapat dikomersialkan adalah biaya fabrikasinya harus serendah mungkin. Salah satu usaha yang dapat dilakukan di Indonesia adalah dengan memanfaatkan limbah air kelapa yang tersedia secara melimpah. Air kelapa dapat difermentasi menjadi NdC yang digunakan sebagai matriks untuk insersi nanopartikel logam. Keunggulan metode ini adalah:

- 1) matriks yang dihasilkan mempunyai sifat mekanik yang tinggi
- 2) pembuatan komposit menggunakan metode insersi yang sederhana.

Hasil penelitian ini dapat dimanfaatkan sebagai elektroda sel bahan bakar yang dapat diproduksi di Indonesia. Disamping itu, keluaran riset ini akan dipublikasi ke dalam jurnal nasional terakreditasi.

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1. Prosedur Penelitian

3.1.1. Pembuatan *nata-de-coco* (NdC)

Prosedur kerja pembuatan *nata-de-coco* (NdC) dilakukan menurut metode Radiman dan Yuliani (2008), seperti berikut ini. Media pertumbuhan NdC dibuat dari 5 L air kelapa yang dimasak hingga mendidih. Selanjutnya ditambahkan 500 gram gula putih, 25 gram ammonium sulfat dan 30 mL asam asetat glasial sambil diaduk. Sebanyak 300 mL larutan ini dituangkan ke dalam nampan plastik, ditutup dan dibiarkan hingga dingin. Setelah dingin, *Acetobacter xylinum* ditambahkan sebanyak 10% volum media, yakni sekitar 30 mL bakteri untuk 300 mL larutan media dan didiamkan selama beberapa hari (variabel waktu fermentasi). Untuk membuat bibit bakteri *Acetobacter xylinum*, media diletakkan di dalam botol kemudian ditambahkan bakteri sebanyak 10% volum media, yakni 50 mL starter bakteri untuk 500 mL larutan media. Gel NdC yang dihasilkan kemudian dicuci dengan air panas selama 15 menit, direndam dalam larutan 10 g natrium hidroksida dalam 1 L larutan (1% (b/v)) selama 24 jam. Kemudian NdC ini direndam lagi dengan larutan 10 mL asam asetat glasial dalam 1 L larutan (1%(v/v)) selama 24 jam dan dicuci dengan aquades hingga pH netral. Selanjutnya NdC disimpan dalam larutan 200 mL etanol dalam 1 L larutan (20% (v/v)) di dalam lemari es. Untuk membuat membran NdC yang tipis digunakan alat press dari plat besi datar, kemudian dikeringanginkan di dalam ruangan.

3.1.2. Sintesis Nanokomposit *Nata-de-coco*-Platina-Ruthenium-*Carbon* (NdC/Pt/Ru/C)

Sintesis ini menggunakan gel NdC dari hasil optimasi pembuatan NdC pada variasi waktu fermentasi dan sumber prekursor Pt dari PtCl₄ serta menggunakan karbon komersial yang langsung digunakan tanpa pemurnian lebih lanjut. Proses pembuatan nanokomposit NdC/Pt/Ru/C dilakukan bertahap; pertama : optimasi sintesis nanokomposit NdC/Pt; kedua : optimasi sintesis nanokomposit NdC/C; ketiga : optimasi sintesis nanokomposit NdC/Pt/C dan keempat : optimasi sintesis nanokomposit NdC/Pt/Ru/C.

a. *Sintesis nanokomposit NdC/Pt*. Gel NdC direndam ke dalam 15 mL larutan prekursor dan disonikasi pada temperatur kamar selama 2 jam, kemudian gel NdC dikeluarkan dari larutan prekursor. Proses reduksi dilakukan dengan cara merendam gel NdC yang telah dideposisi dengan larutan prekursor ke dalam 15 mL aquades dan mengalirkan gas hidrogen selama 1 jam ke dalam larutan untuk mereduksi larutan prekursor. Tekanan

hidrogen dijaga tetap pada 0,5 psi dan larutan diaduk dengan pengaduk magnet pada kecepatan tetap 500 rpm. Selanjutnya, gel NdC-Pt ini dikeluarkan dari wadahnya, dibilas dengan aquades. Proses pengeringan dilakukan seperti pada pembuatan NdC.

- b. *Sintesis nanokomposit NdC/C*. Gel NdC direndam ke dalam 15 mL larutan karbon dan disonikasi pada temperatur kamar selama 2 jam, kemudian gel NdC dikeluarkan dari larutan prekursor. Selanjutnya, gel NdC-Pt ini dikeluarkan dari wadahnya, dibilas dengan aquades. Proses pengeringan dilakukan seperti pada pembuatan NdC.
- c. *Sintesis nanokomposit NdC/Pt/C*. Gel NdC direndam ke dalam 15 mL larutan prekursor dan disonikasi pada temperatur kamar selama 2 jam, kemudian gel NdC dikeluarkan dari larutan prekursor. Proses reduksi dilakukan dengan cara merendam gel NdC yang telah dideposisi dengan larutan prekursor ke dalam 15 mL aquades dan mengalirkan gas hidrogen selama 1 jam ke dalam larutan untuk mereduksi larutan prekursor. Tekanan hidrogen dijaga tetap pada 0,5 psi dan larutan diaduk dengan pengaduk magnet pada kecepatan tetap 500 rpm. Selanjutnya, gel NdC-Pt ini dikeluarkan dari wadahnya, dibilas dengan aquades dan direndam kembali ke dalam 15 mL larutan karbon untuk disonikasi selama 2 jam pada temperatur kamar. Proses pengeringan dilakukan seperti pada pembuatan NdC.
- d. *Sintesis nanokomposit NdC/Pt/Ru/C*. Gel NdC direndam ke dalam 15 mL larutan prekursor $PtCl_4$ dan $RuCl_3$ serta XC-72R, kemudian disonikasi pada temperatur kamar selama 2 jam. Larutan tersebut dipanaskan pada suhu 80° selama 30 menit, kemudian gel NdC dikeluarkan dari larutan prekursor tersebut. Gel NdC yang telah dideposisi dimasukkan ke dalam 15 mL aquades dan mengalirkan gas hidrogen selama 1,5 jam ke dalam larutan untuk mereduksi larutan prekursor. Tekanan hidrogen dijaga tetap pada 0,5 psi dan larutan diaduk dengan pengaduk magnet pada kecepatan tetap 500 rpm. Selanjutnya, gel NdC-Pt ini dikeluarkan dari wadahnya, dibilas dengan aquades dan proses pengeringan dilakukan seperti pada pembuatan NdC.

3.2. Karakterisasi

3.2.1. Morfologi dan Komposisi

Morfologi permukaan dan komposisi unsur dipelajari dengan menggunakan SEM, yang dilengkapi dengan sebuah detektor EDS. EDS digunakan untuk analisis unsur dari

permukaan dan penampang lintang membran komposit. Sebelum dianalisis, membran diletakkan pada *specimen holder* dengan menggunakan pita perekat (*carbon tape*), kemudian disemprot dengan *hand blower* atau *hand dryer* untuk mengeluarkan pengotor. Selanjutnya dilapisi dengan lapisan tipis emas menggunakan alat *coating Fine Coat Ion Sputter JFC-1100* pada arus sebesar 35 mA selama 1 menit dan dicitrakan. Kondisi operasi dilakukan pada akselerasi tegangan sebesar 15 kV dan perbesaran 20.000X.

3.2.2. Karakterisasi Dengan Metode Difraksi Sinar-X (XRD)

Studi difraksi sinar-X pada membran nanokomposit dilakukan dengan menggunakan instrumen XRD (PW1835, Philips) dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,54060\text{\AA}$), pada tegangan 40kV dan arus 30 mA. Rentang pemindaian (2θ) dilakukan dari 5° ke 90° dengan laju *scan* 0,020 $^\circ 2\theta/\text{detik}$. Difraktogram yang diperoleh berupa grafik hubungan intensitas dan sudut difraksi 2θ .

3.2.3. Karakterisasi Dengan Metode Termal (TGA)

Pengukuran dekomposisi termal dilakukan dengan menggunakan TGA (TG, NETZSCH STA 449F1 *instruments*). Membran nanokomposit yang akan dianalisis berukuran $1 \times 1 \text{ cm}^2$ diletakkan pada wadah alumina dan dipanaskan dalam tungku, dialiri gas nitrogen dengan kecepatan 40 mL/menit, dari suhu 30°C ke 800°C dengan laju pemanasan $10^\circ\text{C}/\text{menit}$. Fokus pengamatan diarahkan pada terdapatnya transisi fasa dan stabilitas termal bahan. Indikator pengukuran mencakup suhu pada % massa hilang, sisa residu pada 800°C , suhu dekomposisi dan massa hilang maksimum pada dekomposisi. Persentase massa hilang diplot terhadap suhu.

3.2.4. Karakterisasi Dengan Metode TEM

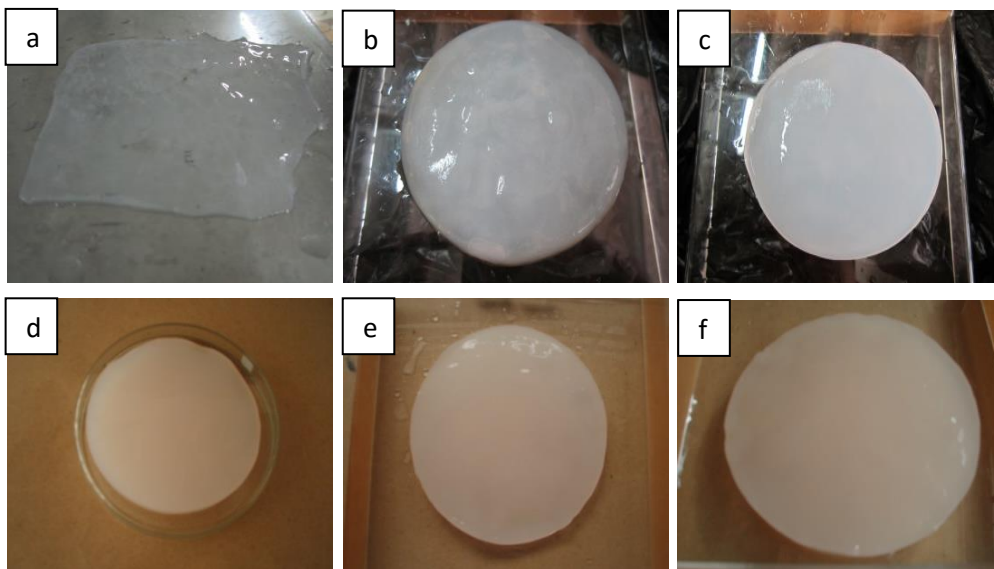
Analisis distribusi ukuran partikel Pt dikarakterisasi dengan metode TEM (JEOL JEM-1400) yang dioperasikan pada akselerasi tegangan sebesar 120V. Sebelum dikarakterisasi, membran nanokomposit dipanaskan dalam tanur pada 600°C untuk menghancurkan NdC. Residu yang diperoleh didispersikan dalam etanol dengan bantuan alat sonikasi selama 2 menit. Setetes suspensi ini diletakkan pada *grid* tembaga dan dibiarkan mengering pada temperatur kamar dan dicitrakan. Ukuran partikel Pt dan Ru dianalisis dengan menggunakan program *ImageJ software* (Yang, G. dkk., 2012) dari tiap sampel dari citra TEM yang berbeda. Histogram dari distribusi ukuran partikel Pt diolah menggunakan tabel distribusi frekuensi.

BAB 4. HASIL DAN LUARAN YANG DICAPAI

4.1 Hasil Penelitian

4.1.1 Pembuatan *Nata-de-coco* (NdC)

Fermentasi air kelapa dengan bantuan bakteri *Acetobacter xylinum* menghasilkan NdC. Bakteri ini dapat tumbuh dalam larutan media dengan pH 4 pada suhu sekitar 30 °C selama proses fermentasi. Hasil fermentasi menghasilkan NdC berupa gel berwarna putih sedikit kecoklatan, seperti tampak pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Gel NdC yang telah dihasilkan berdasarkan waktu fermentasi (a) 3 hari, (b) 4 hari, (c) 5 hari, (d) 6 hari, (e) 9 hari dan (f) 12 hari

Selama proses fermentasi 3 hari menghasilkan NdC dengan ketebalan 0,3 mm. Meningkatnya waktu fermentasi hingga 12 hari menghasilkan ketebalan NdC mencapai 12 mm. Namun demikian, tidak ada hubungan yang linier antara ketebalan NdC dengan bertambahnya waktu fermentasi dan pola yang terbentuk ditunjukkan pada Gambar IV.2. Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Iguchi dkk. (2000), ketebalan NdC sangat dipengaruhi oleh waktu fermentasi. Informasi data ketebalan NdC yang dihasilkan terhadap waktu fermentasi disajikan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Data ketebalan dan ukuran rongga NdC berdasarkan waktu fermentasi

Waktu fermentasi (hari)	Tebal NdC rata-rata (mm)	Diameter rongga NdC rata-rata (nm)
3	0,3	233±70
4	1	173±57
5	2,5	128±51
6	5	44±18
9	9	33±15
12	12	29±8

4.1.2. Morfologi Membran *Nata-de-coco* (NdC)

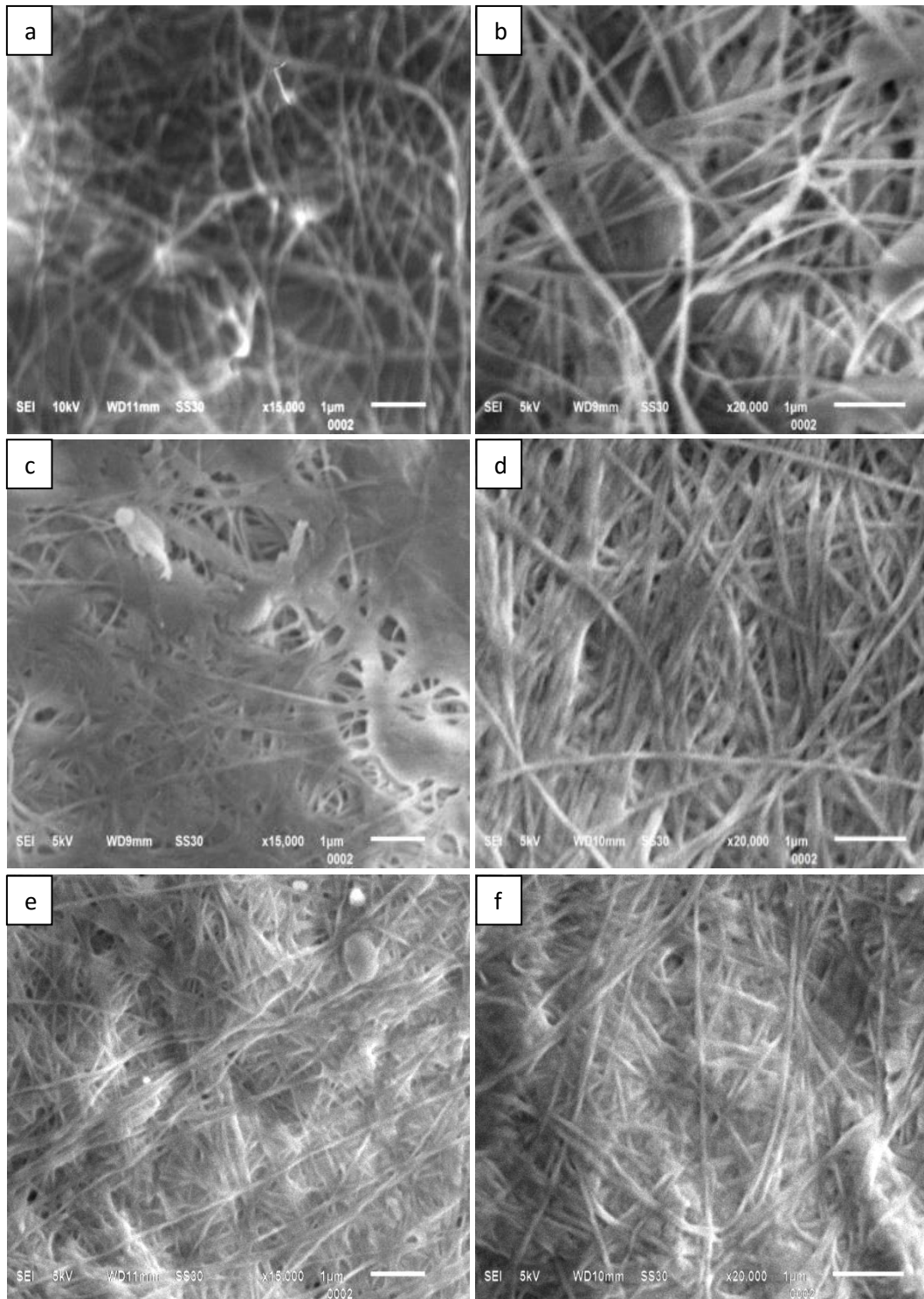
Pembuatan membran NdC dilakukan dengan mengeluarkan kandungan air dari gel NdC dengan cara ditekan dan dikeringkan sehingga menghasilkan membran tipis yang kering dan transparan. Membran transparan ini memiliki ketebalan rata-rata 0,03 mm, diperoleh dari gel NdC hasil fermentasi 6 hari, seperti tampak pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Membran NdC kering hasil fermentasi 6 hari

Nata-de-coco (NdC) yang dihasilkan dari fermentasi 3 hari memiliki rongga yang besar karena jarak antar seratnya cukup jauh satu dengan yang lainnya. Jarak antar serat yang jauh dan ketebalan NdC yang masih sangat tipis menunjukkan bahwa NdC ini memiliki struktur tiga dimensi yang belum rapat. NdC yang dihasilkan dari fermentasi ini menghasilkan diameter rongga rata-rata 233 nm. Waktu fermentasi 4 hari menghasilkan NdC dengan jarak antar serat yang relatif lebih dekat satu dengan yang lain. Pada kondisi ini, rongga yang terbentuk mulai menutupi permukaan NdC sehingga sebagian rongga tidak tembus hingga

sisi lain permukaan NdC. Oleh karena itu, rongga yang terbentuk relatif lebih kecil dibanding fermentasi 3 hari. Pada saat fermentasi 5 hari, sebagian permukaan NdC telah memiliki rongga yang seragam, namun di beberapa bagian masih memiliki rongga yang lebar. Permukaan NdC dengan rongga yang relatif lebih kecil dan seragam, dimulai pada saat fermentasi 6 hari dan ukuran rongga rata-rata sebesar 44 nm. Ketika waktu fermentasi ditingkatkan menjadi 9 hari, ukuran rongga menjadi lebih kecil, namun jumlah rongga semakin berkurang. Hal ini disebabkan karena serat selulosa telah tersusun rapat sehingga permukaan NdC telah tertutupi oleh serat selulosa dan tidak ada rongga diantara serat-serat selulosa. Pada saat waktu fermentasi ditingkatkan menjadi 12 hari, rongga semakin kecil, jumlah rongga semakin menurun bahkan hampir tidak memiliki rongga karena sebagian besar NdC telah ditutupi serat selulosa. Pada fermentasi 12 hari diperoleh diameter rongga rata-rata 29 nm. Morfologi membran NdC pada struktur permukaannya ditunjukkan pada citra SEM Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Citra SEM NdC yang dihasilkan berdasarkan perbedaan waktu fermentasi (a) 3 hari, (b) 4 hari, (c) 5 hari, (d) 6 hari, (e) 9 hari dan (f) 12 hari

4.1.3 Sintesis Nanokomposit *Nata-de-coco*/Platina (NdC/Pt)

Proses sintesis nanokomposit *nata-de-coco*-Pt (NdC-Pt) dilakukan dengan cara merendam NdC hasil fermentasi 6 hari ke dalam larutan prekursor PtCl_4 dan direduksi dengan gas hidrogen. Secara visual, gel NdC yang telah direndam di dalam larutan prekursor Pt mengalami perubahan warna menjadi warna larutan prekursornya. Hal ini menunjukkan bahwa perendaman gel NdC dengan bantuan getaran ultrasonik mengakibatkan serat-serat NdC menjadi terbuka/mengembang (*swelling*) sehingga air dan ion-ion prekursor Pt menjadi mudah berdifusi ke semua sisi/bagian dari serat-serat NdC. Difusi ion-ion prekursor Pt ke semua bagian dari serat NdC ditandai dengan warna gel NdC yang tampak seragam pada permukaan gel dan sesuai dengan warna larutan prekursornya, seperti tampak pada Gambar 4.4.

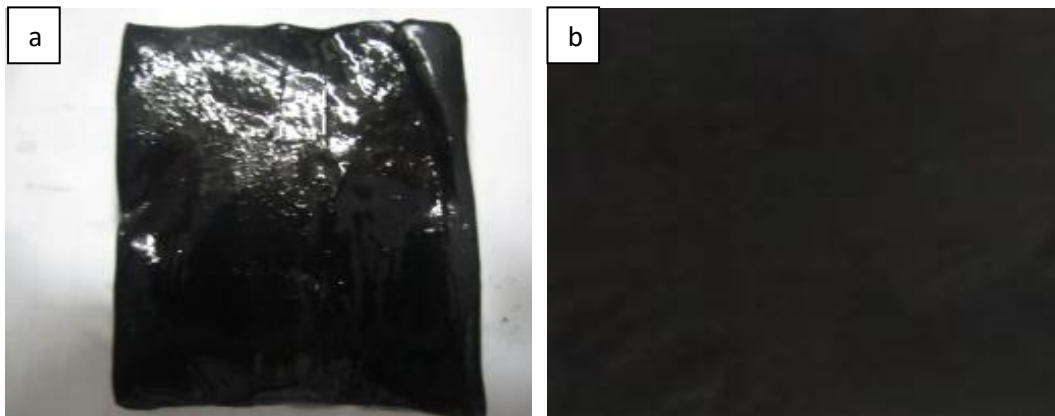


Gambar 4.4. Gel NdC setelah direndam ke dalam larutan prekursor PtCl_4

4.1.3.1 Analisis Pembentukan Partikel Pt di Dalam Membran *Nata-de-coco* (NdC)

Gel NdC yang telah direndam di dalam larutan prekursor PtCl_4 dan telah mengandung ion prekursor, direndam ke dalam larutan air dan dialiri gas hidrogen untuk direduksi. Posisi NdC ini harus vertikal dan dalam kondisi diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet agar gas hidrogen yang masuk tersebar merata ke semua bagian NdC dan proses ini berlangsung selama 1 jam.

Secara visual perubahan warna membran NdC dapat diamati, yang semula sama dengan warna larutan prekursornya, berubah menjadi lebih gelap kehitaman, seperti tampak pada Gambar 4.5.

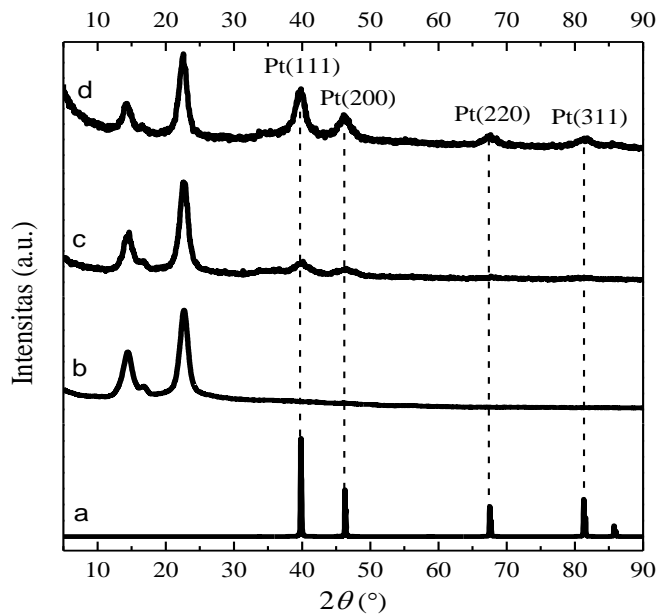


Gambar 4.5. Partikel Pt dari prekursor PtCl_4 30 mM setelah terdeposisi di dalam NdC (a) gel NdC-Pt dan (b) membran NdC-Pt kering

Perubahan warna gel NdC menjadi hitam menunjukkan bahwa ion-ion Pt(IV) telah tereduksi dan terdeposisi di dalam serat-serat NdC. Warna membran NdC-Pt tergantung konsentrasi larutan prekursor, dimana semakin besar konsentrasi prekursor, warna membran semakin gelap. Umumnya warna gel NdC ini makin gelap ketika konsentrasi prekursor di atas 5 mM.

Terbentuknya Pt(0) pada membran NdC-Pt juga telah dibuktikan dengan data XRD yaitu munculnya puncak-puncak karakteristik Pt pada daerah $2\theta = 39,5^\circ$; $46,1^\circ$; $67,9^\circ$ dan $81,2^\circ$. Pola difraksi puncak partikel Pt ini sesuai dengan masing-masing bidang kristal (111), (200), (220) dan (311).

Pada dasarnya, semua Pt(0) yang terdapat pada membran NdC-Pt memberikan pola difraksi yang mirip, yang membedakan hanyalah konsentrasi prekursor Pt. Ketika konsentrasi prekursor masih 3 mM, puncak difraksi kristal Pt yang muncul hanya 2 puncak pada daerah $2\theta = 39,5^\circ$; $46,1^\circ$. Pada saat konsentrasi ditingkatkan menjadi 20 mM, puncak difraksi kristal Pt yang muncul menjadi empat puncak, dua puncak seperti pada konsentrasi 3 mM ditambah dengan puncak pada daerah $2\theta = 67,9^\circ$ dan $81,2^\circ$, seperti yang ditunjukkan pada *database* Pt dari ICSD nomor 76951 pada Gambar 4.6.



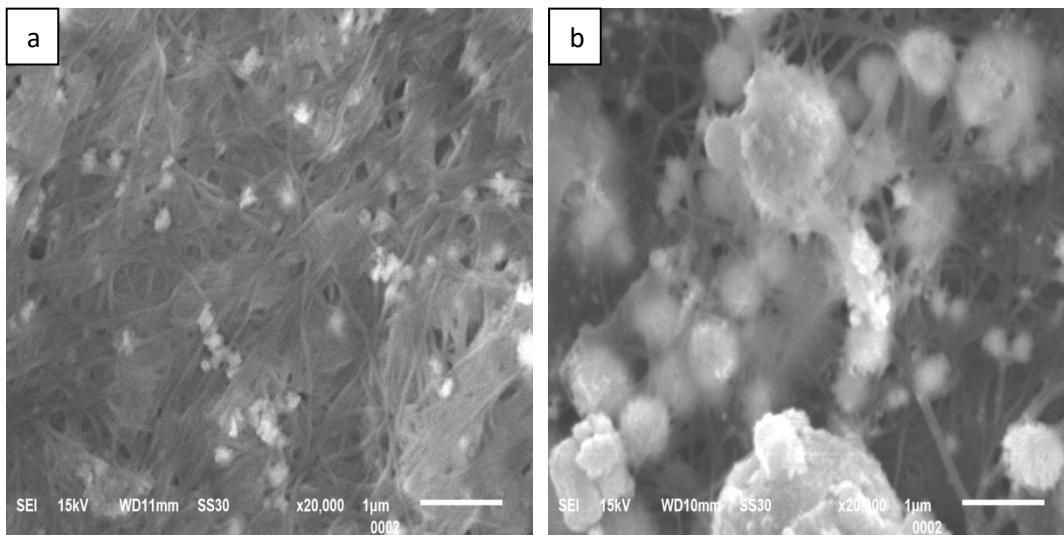
Gambar 4.6. Pola difraksi sinar-X dari (a) *database* Pt (ICSD No. 76951), (b) membran NdC, dan (c-d) Pt dari prekursor PtCl₄, masing-masing konsentrasi 3 mM dan 20 mM, yang terdapat pada membran NdC-Pt

Ini menunjukkan bahwa meningkatnya konsentrasi prekursor Pt maka puncak-puncak karakteristik Pt banyak yang muncul dan banyaknya puncak kristal Pt yang muncul menunjukkan bahwa kristal Pt yang terbentuk adalah polikristalin. Disamping itu, tampak bahwa intensitas puncak kristal Pt menjadi semakin tinggi ketika konsentrasi prekursor Pt makin besar dan berdampak pada meningkatnya kandungan partikel Pt pada membran NdC-Pt. Berdasarkan pola difraksi Pt pada *database* Pt dari ICSD nomor 76951, terbukti bahwa larutan prekursor Pt telah tereduksi menghasilkan partikel Pt.

Gambar 4.6 juga menunjukkan bahwa selain puncak karakteristik Pt, juga muncul puncak karakteristik dari NdC pada daerah $2\theta = 14,2^\circ$; $16,6^\circ$; $22,4^\circ$. Puncak NdC ini muncul pada kedua membran NdC-Pt dan mirip dengan membran NdC itu sendiri. Namun demikian, meningkatnya konsentrasi prekursor Pt berdampak pada menurunnya intensitas puncak NdC terutama puncak pada daerah $2\theta = 14,2^\circ$ dan $16,6^\circ$.

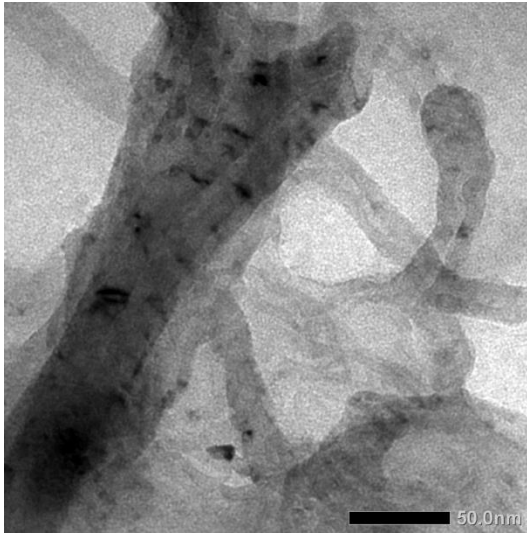
4.1.3.2 Morfologi Partikel Pt Pada Permukaan Nanokomposit Nata-de-coco-Platina (NdC-Pt)

Pengamatan morfologi permukaan nanokomposit *nata-de-coco*-Pt (NdC-Pt) menunjukkan adanya butiran-butiran berwarna putih yang melekat pada membran NdC dan butiran tersebut merupakan partikel-partikel Pt. Butiran berwarna putih menandakan partikel Pt telah terbentuk dan terdepositasi pada ruang-ruang kosong pada matriks NdC. Depositasi partikel Pt ini membentuk aglomerasi atau klaster-klaster pada tingkat tertentu. Pada konsentrasi prekursor rendah, hanya beberapa partikel Pt yang tampak, tetapi pada konsentrasi prekursor yang lebih tinggi, jumlah partikel Pt lebih banyak dan ukurannya lebih besar yang menandakan aglomerasi yang terbentuk berukuran besar. Ukuran partikel Pt tidak seragam untuk satu konsentrasi dan ukurannya meningkat dengan meningkatnya konsentrasi. Morfologi citra SEM partikel Pt dari prekursor PtCl_4 yang terdapat pada permukaan membran NdC-Pt dapat dilihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7. Citra SEM partikel Pt dari prekursor PtCl_4 yang terdapat pada permukaan membran (a) konsentrasi 3 mM dan (b) konsentrasi 30 mM

Pengamatan morfologi permukaan nanokomposit *nata-de-coco*-Pt (NdC-Pt) juga terlihat jelas ketika dianalisis dengan TEM. Dari citra TEM tampak bahwa nanopartikel Pt melekat pada permukaan NdC, seperti terlihat pada Gambar 4.8. berikut ini.

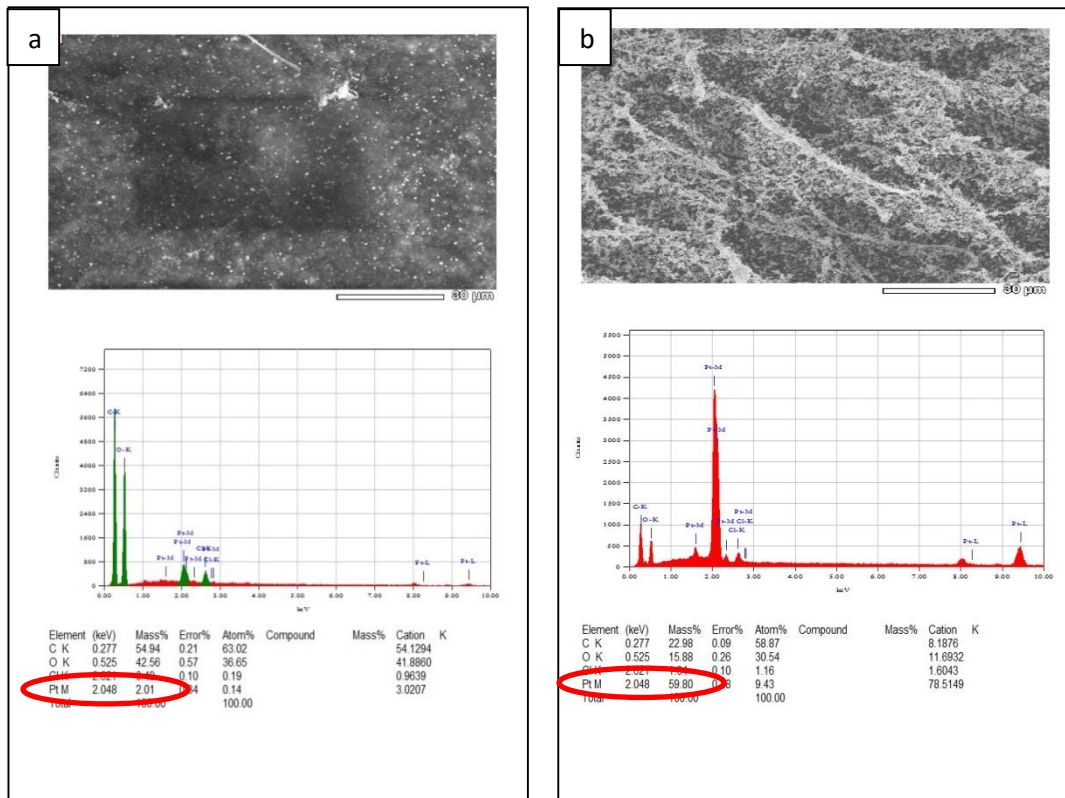


Gambar 4.8. Citra TEM partikel Pt dari prekursor 20 mM PtCl_4 yang terdapat pada permukaan NdC

4.1.3.3 Efek Konsentrasi Prekursor Pt Terhadap Kandungan Partikel Pt

Seperti halnya ukuran partikel Pt, kandungan partikel Pt pada membran NdC-Pt juga meningkat dengan bertambahnya konsentrasi prekursor Pt. Kenaikan konsentrasi juga memberikan informasi ketidak-seragaman jumlah partikel Pt pada membran NdC-Pt.

Kandungan partikel Pt yang terdapat pada membran NdC-Pt dianalisis dengan EDS. Analisis ini menunjukkan bahwa pada konsentrasi 3 mM, kandungan partikel Pt sebesar 2,01% pada membran NdC-Pt. Kandungan partikel Pt ini masih lebih rendah bila dibandingkan dengan konsentrasi 30 mM yaitu sebanyak 59,80%. Bila melihat morfologi citra SEM partikel Pt dengan konsentrasi prekursor yang berbeda, maka dapat dikatakan bahwa data EDS ini juga konsisten dengan morfologi citra SEM-nya dimana tampak bahwa kandungan partikel Pt dari konsentrasi 30 mM lebih banyak daripada konsentrasi 3 mM, seperti tampak pada Gambar 4.9.



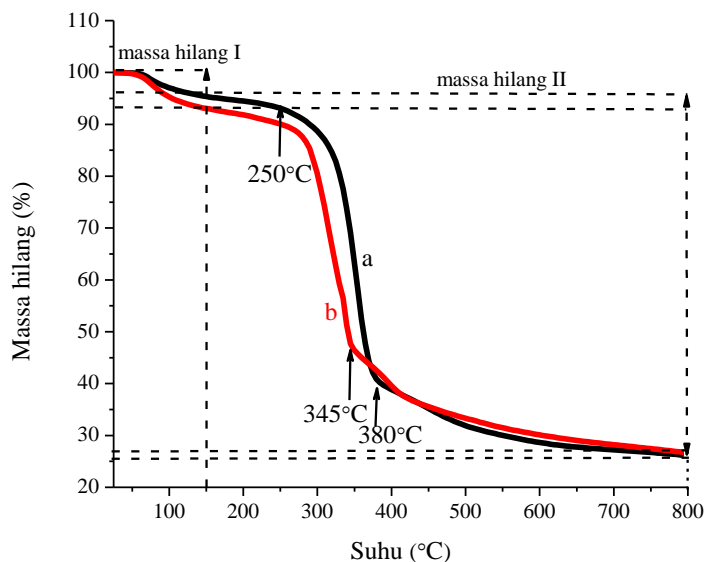
Gambar 4.9. Spektrum EDS kandungan partikel Pt yang terdapat pada permukaan nanokomposit NdC/Pt (a) konsentrasi 3 mM dan konsentrasi 30 mM

Pada saat analisis EDS dilakukan sebanyak tiga kali terhadap permukaan membran NdC-Pt pada titik yang berbeda, ternyata tiap titik pengamatan menunjukkan kandungan Pt yang berbeda. Hal ini menunjukkan bahwa kandungan partikel Pt pada permukaan membran NdC-Pt tidak seragam. Selain itu, meningkatnya kandungan partikel Pt juga meningkatkan ketidak-seragaman kandungan partikel Pt pada permukaan membran NdC-Pt. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kenaikan jumlah partikel Pt yang paling tinggi terjadi dari konsentrasi 20 mM ke 30 mM. Data kandungan partikel Pt rata-rata dari pada permukaan membran NdC-Pt, dirangkum pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Kandungan partikel Pt rata-rata yang terdapat pada permukaan membran NdC-Pt

Konsentrasi prekursor Pt (mM)	NdC-Pt (% massa)
3	1,89±0,13
5	8,29±0,77
10	11,68±0,30
20	24,76±7,05
30	52,43±7,16

Berdasarkan analisis dengan TGA, kandungan partikel Pt dari prekursor PtCl_4 3 mM yang terdapat pada membran NdC-Pt adalah sebesar $0,10 \text{ mg/cm}^2$. Ini diperoleh dari massa membran NdC-Pt seberat $3,45 \text{ mg}$ yang berukuran $1 \times 1 \text{ cm}^2$. Kandungan partikel Pt ini dianggap sebagai representasi kandungan partikel Pt yang sebenarnya dibandingkan analisis berdasarkan data EDS. Kurva termogram membran nanokomposit NdC-Pt dari sumber PtCl_4 3 mM disajikan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10. Termogram membran (a) NdC dan (b) NdC-Pt dari sumber prekursor PtCl_4 3 mM

Kandungan total partikel Pt pada nanokomposit NdC-Pt diperoleh berdasarkan data termogram yaitu massa hilang dari masing-masing membran. Berdasarkan pola dekomposisi pada termogram membran, suhu dekomposisi untuk semua membran terdiri dari dua tahap yaitu pada daerah suhu di bawah $150 \text{ }^\circ\text{C}$ (massa hilang I) dan pada suhu antara $150 \text{ }^\circ\text{C}$ - $800 \text{ }^\circ\text{C}$ (massa hilang II). Pada rentang suhu $80 \text{ }^\circ\text{C}$ - $150 \text{ }^\circ\text{C}$ adalah tahap yang berhubungan dengan menguapnya air yang terdapat pada membran. Ketika suhu naik lebih lanjut, air yang terikat dengan NdC juga menguap. Massa hilang I dari membran NdC-Pt tampak lebih tinggi dari membran NdC. Tingginya massa hilang membran NdC-Pt disebabkan karena membran ini telah berisi partikel-partikel Pt dan mengakibatkan serat-serat NdC menjadi kurang rapat sehingga ketika suhu pemanasan naik, maka air yang terdapat diantara serat NdC maupun air yang terikat di dalamnya lebih mudah menguap. Hal sebaliknya ditunjukkan oleh membran

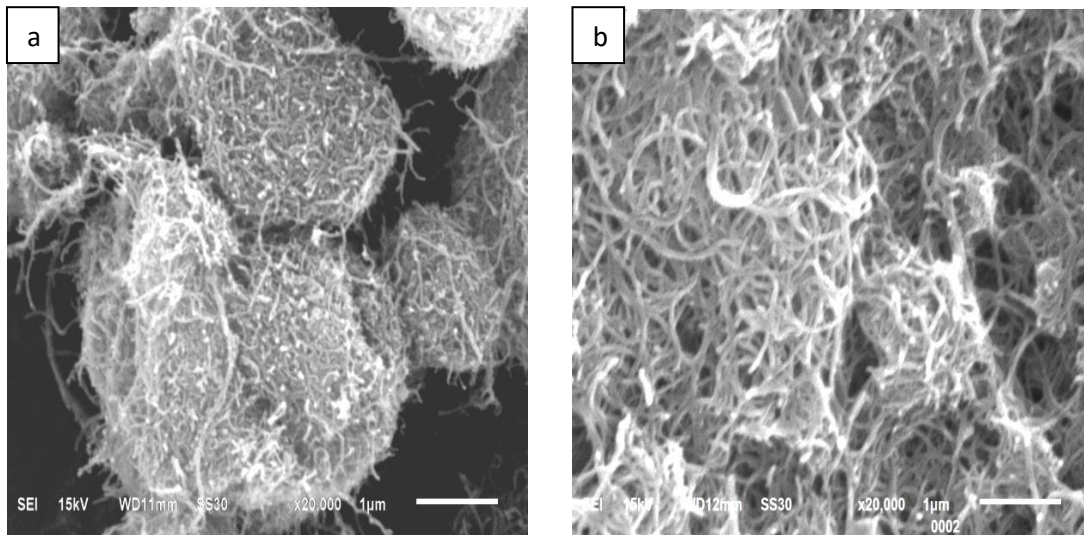
NdC dimana jaringan seratnya masih rapat sehingga pada rentang suhu ini, massa hilang membran ini relatif sedikit dibanding membran NdC-Pt.

Massa hilang II berada pada rentang suhu 150 °C - 800 °C, namun massa hilang yang terbesar dimulai pada rentang suhu sekitar 250 °C sampai suhu 380 °C untuk membran NdC dan rentang suhu dari 250 °C sampai suhu 345 °C untuk membran NdC-Pt. Pada tahap ini ikatan glikosida pada serat selulosa NdC mulai putus, khususnya ikatan C-O dan C-C, dan membentuk produk baru dengan berat molekul kecil. Kecepatan berkurangnya massa hilang membran NdC pada tahap ini lebih besar dibandingkan membran NdC-Pt. Besarnya massa hilang membran NdC pada rentang suhu ini karena membran NdC hanya mengandung material organik sehingga ketika suhu dinaikkan maka NdC lebih mudah terbakar menjadi material karbon. Sementara itu, membran NdC-Pt relatif lebih tahan terhadap suhu karena adanya material partikel Pt di dalamnya. Namun demikian, kestabilan termal kedua membran setelah di atas suhu 380 °C hingga 800 °C tidak jauh berbeda karena kandungan partikel Pt di dalam membran masih rendah. Perhitungan kandungan partikel Pt dari sumber PtCl₄ 3 mM yang terdapat pada membran NdC-Pt, berdasarkan analisis dengan TGA tersaji dalam *Lampiran 1* (halaman 41).

Hasil analisis berdasarkan citra SEM dan EDS maka konsentrasi 20 mM digunakan sebagai acuan untuk sintesis membran NdC-Pt-MWCNT pada tahap sintesis berikutnya. Ini dilakukan terutama untuk mencegah terbentuknya partikel Pt dengan ukuran yang lebih besar lagi karena aglomerasi partikel Pt, seperti yang dihasilkan oleh konsentrasi 30 mM.

4.1.4 Sintesis Nanokomposit *Nata-de-coco*/C (NdC/C)

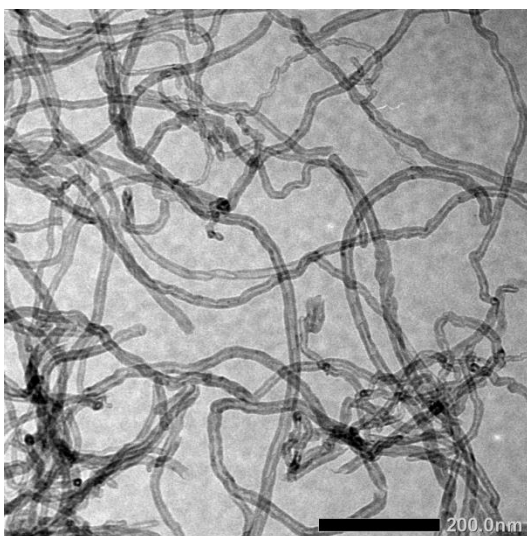
Sebelum digunakan, serbuk karbon (XC-72R) didispersikan ke dalam larutan CTAB (*cetyltrimethylammonium bromide*) yang berfungsi sebagai surfaktan kationik. Dispersi karbon di dalam larutan sangat diperlukan agar proses insersi karbon ke dalam NdC berlangsung dengan baik. Bila karbon tidak didispersikan ke dalam larutan surfaktan CTAB, karbon cenderung membentuk aglomerasi antar serat-serat karbon. Ketika didispersikan ke dalam larutan surfaktan CTAB dan disonikasi selama 2 jam, karbon tidak membentuk aglomerasi lagi dan tiap serat karbon tampak terlihat jelas. Morfologi karbon sebelum dan setelah didispersikan ke dalam larutan surfaktan CTAB dapat dilihat pada citra SEM Gambar 4.11.



Gambar 4.11. Citra SEM dari serbuk karbon (a) sebelum dan (b) setelah didispersikan ke dalam larutan CTAB (0,1% (b/v))

Serbuk karbon yang telah didispersikan di dalam larutan CTAB dan telah disonikasi selama 2 jam menghasilkan serat karbon yang tampak berdiri sendiri atau menjadi serat-serat tunggal. Ini menunjukkan bahwa penambahan surfaktan CTAB dan sonikasi mampu mendispersikan karbon yang awalnya membentuk aglomerasi menjadi serat-serat tunggal.

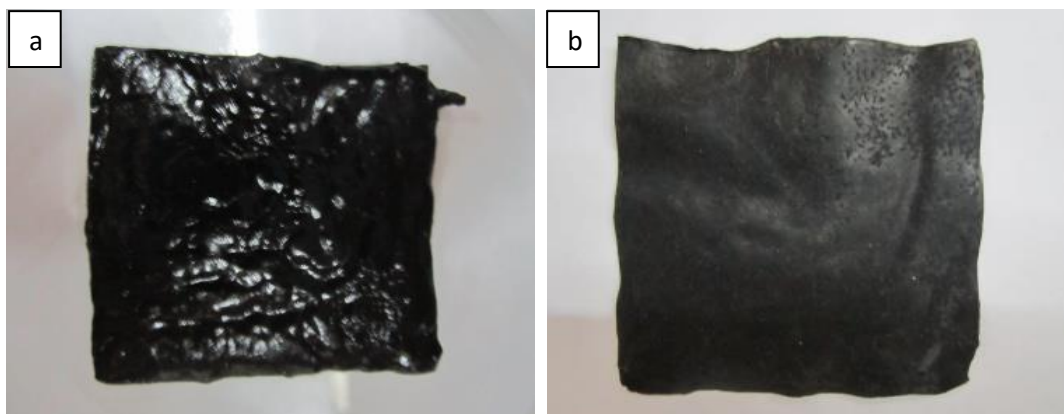
Serbuk karbon yang digunakan memiliki bentuk *tube* dimana terdapat ruang kosong di dalamnya, seperti yang tampak pada citra TEM Gambar 4.12 berikut ini.



Gambar 4.12. Citra TEM serbuk karbon

Konsentrasi larutan karbon yang didispersikan ke dalam larutan CTAB divariasikan untuk melihat kemampuan serbuk karbon yang masuk ke dalam membran NdC. Adapun variasi konsentrasi larutan karbon yang digunakan adalah 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 dan 0,06 % (b/b). Tiap larutan karbon ini didispersikan ke dalam larutan CTAB dengan konsentrasi 0,3% (b/b). Digunakannya konsentrasi 0,3% (b/b) CTAB karena konsentrasi ini adalah konsentrasi yang terbaik untuk mendispersikan larutan karbon, seperti yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti sebelumnya (Jung, R. dkk., 2008, Yoon, S. H. dkk., 2006, Zhou, T. dkk., 2013).

Morfologi permukaan NdC yang telah dideposisi oleh serbuk karbon (*nata-de-coco-C*, NdC/C) tampak sama untuk tiap konsentrasi dan juga sama dengan NdC/Pt yaitu berwarna hitam pekat. Ini menunjukkan bahwa serbuk karbon telah masuk dan terdeposisi ke dalam serat NdC, seperti tampak pada Gambar 4.13.

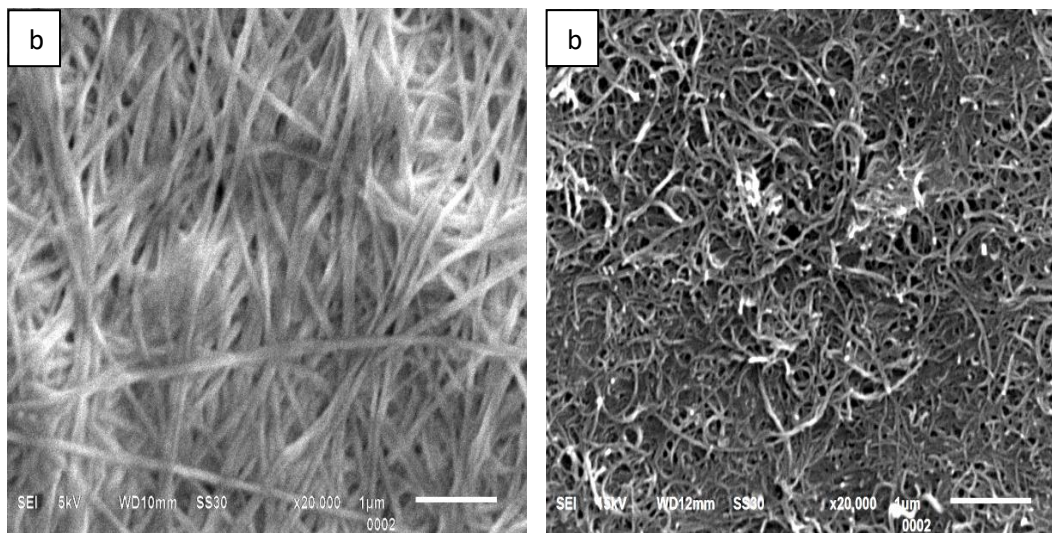


Gambar 4.13. Partikel karbon (C) konsentrasi 0,05% setelah terdeposisi di dalam NdC (a) gel NdC/C dan (b) membran NdC/C kering

Hasil penelitian menunjukkan bahwa massa membran nanokomposit NdC/C kering semakin meningkat dengan meningkatnya konsentrasi karbon. Namun demikian, kenaikan massa membran nanokomposit NdC/C mencapai puncaknya pada konsentrasi 0,05% dan menurun ketika konsentrasi karbon dinaikkan hingga 0,06%. Oleh karena itu, konsentrasi optimum masuknya karbon ke dalam serat *nata-de-coco* adalah pada konsentrasi larutan karbon 0,05%.

4.1.4.1 Efek Serbuk Karbon Pada Morfologi Membran *Nata-de-coco*

Inseri serbuk karbon ke dalam matriks NdC merubah morfologi permukaan NdC. Tanpa serbuk karbon, NdC hanya tampak berupa serat-serat selulosa dengan diameter serat rata-rata kurang dari 100 nm dan diameter rongga rata-rata kurang dari 80 nm. Ketika serbuk karbon diinsersi ke dalam NdC, permukaan NdC sudah tidak tampak lagi, berarti jalinan serat NdC sudah tidak terlihat lagi karena telah ditutupi oleh serbuk karbon. Profil citra SEM NdC sebelum dan sesudah direndam ke dalam larutan serbuk karbon (NdC/C) tersaji pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14. Citra SEM dari membran (a) NdC (b) NdC/C

Serbuk karbon yang telah didispersikan ke dalam larutan CTAB dan disonikasi selama 2 jam memberikan morfologi yang baik dimana serbuk karbon terdispersi merata pada permukaan NdC. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa ketika dua material diinsersi ke dalam NdC, maka terjadi kompetisi diantara kedua material tersebut untuk dapat terdeposisi ke permukaan NdC, terutama bila serbuk karbon diinsersi lebih dahulu.

4.1.5 Sintesis Nanokomposit *Nata-de-coco*/Pt/C (NdC/Pt/C)

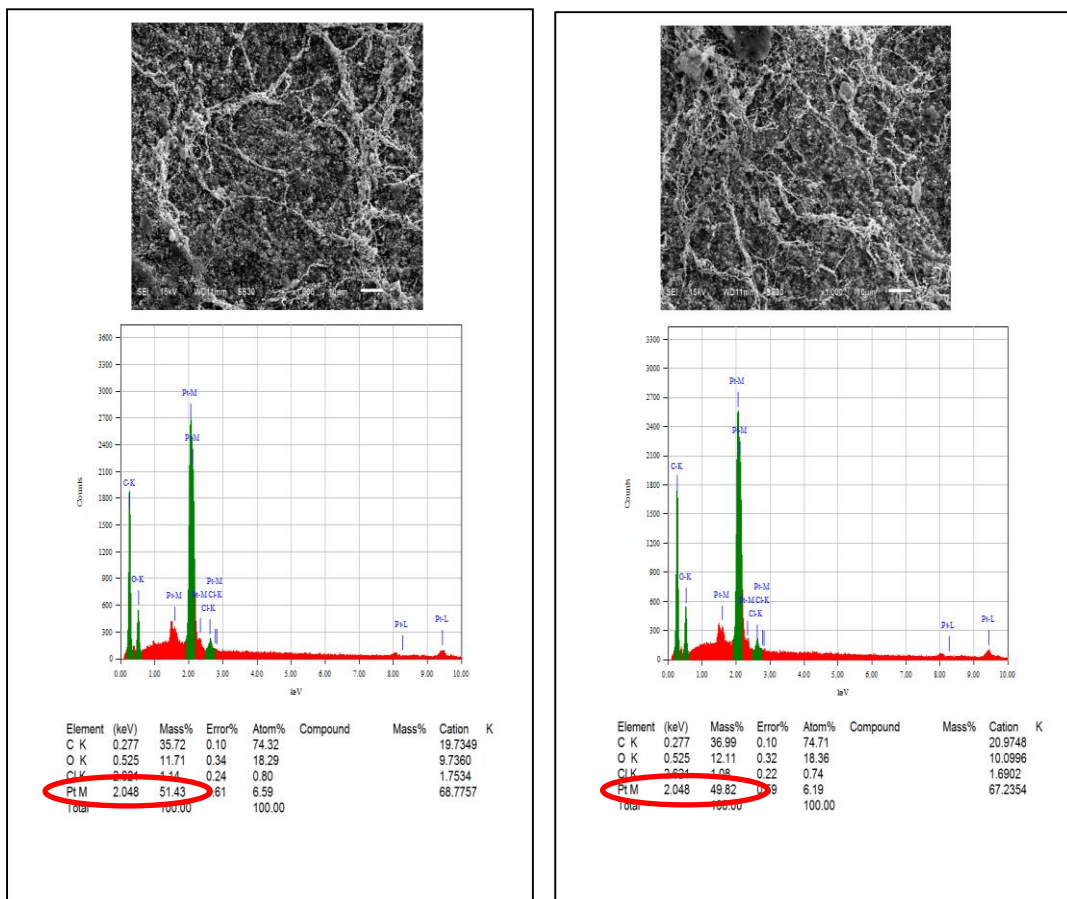
4.1.5.1 Kandungan Parikel Pt

Inseri partikel Pt sebelum serbuk karbon ke dalam NdC menghasilkan kandungan Pt sebesar 50,63%, seperti yang tersaji pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Kandungan partikel Pt yang terdapat pada permukaan membran NdC/Pt/C

Kode Membran	Jumlah Pt (% massa)	Jumlah Pt rata-rata (% massa)
NdC/Pt/C	51,43	50,63
	49,82	

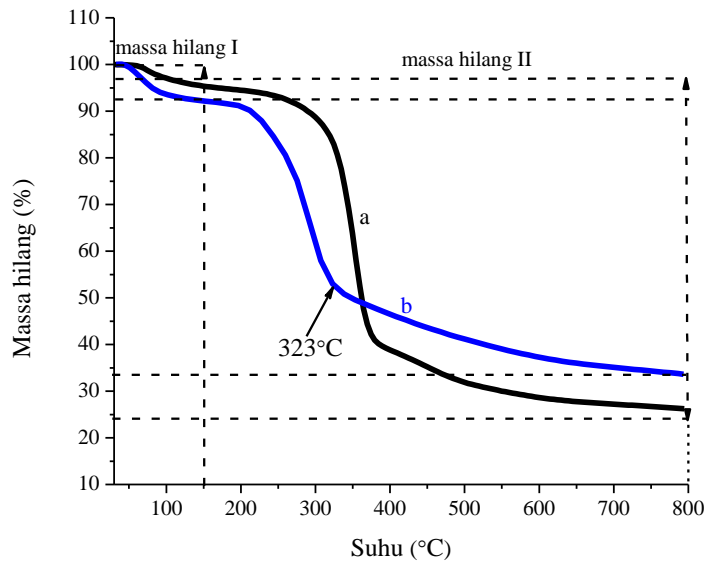
Sementara itu, informasi spektrum EDS untuk nanokomposit NdC/Pt/C, tersaji pada Gambar 4.15.



Gambar. 4.15. Spektrum EDS membran NdC/Pt/C.

Ketika dianalisis dengan TGA, kandungan partikel Pt pada membran NdC/Pt/C sebanyak 1,80 mg/cm², dengan massa awal membran 7,82 mg yang berukuran 1x1 cm².

Berdasarkan pola dekomposisi pada termogram menunjukkan bahwa kedua membran yaitu NdC dan NdC/Pt/C memiliki dua tahap dekomposisi yaitu hilangnya massa akibat pemanasan, seperti tersaji pada Gambar 4.16.



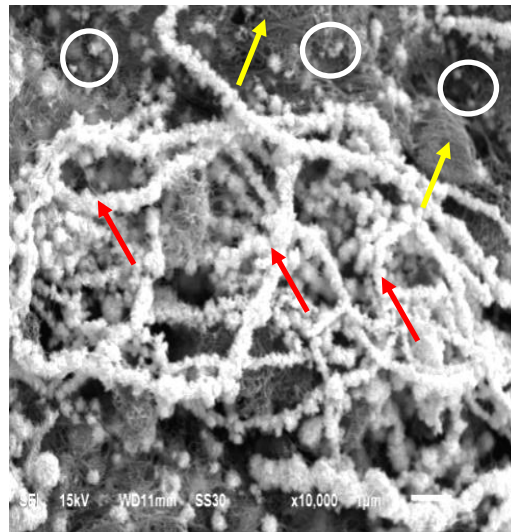
Gambar 4.16. Termogram membran (a) NdC, dan (b) NdC/Pt/C

Massa hilang I berlangsung pada suhu di bawah 150 °C dan massa hilang II berada pada rentang suhu 150 °C – 800 °C. Perhitungan kandungan partikel Pt yang terdapat pada membran NdC/Pt/C berdasarkan termogram dari hasil analisis dengan TGA tersaji dalam *Lampiran 2* (halaman 42).

4.1.5.2. Morfologi Membran NdC/Pt/C

Morfologi membran NdC/Pt/C tersaji pada gambar 4.17. Partikel Pt tampak tersebar pada permukaan *nata-de-coco* dan XC-72R serta beberapa partikel Pt terdeposisi diantara serat *nata-de-coco* dan XC-72R (dalam lingkaran putih). Distribusi ukuran partikel Pt tampak seragam. Serbuk karbon (XC-72R, panah kuning) tidak membentuk aglomerasi karena diinsersi setelah partikel Pt. Analisis morfologi SEM juga memberikan informasi bahwa ketika hanya partikel Pt yang diinsersi ke dalam matriks *nata-de-coco* (seperti pada Gambar 4.7), aglomerasi partikel Pt yang dihasilkan memiliki ukuran yang jauh lebih besar.

Sebaliknya, ketika XC-72R juga diinsersi selain partikel Pt maka terjadi kompetisi diantara kedua material ini dan aglomerasi partikel Pt yang terbentuk memiliki ukuran yang jauh lebih kecil dengan menggunakan prekursor Pt pada konsentrasi yang sama.

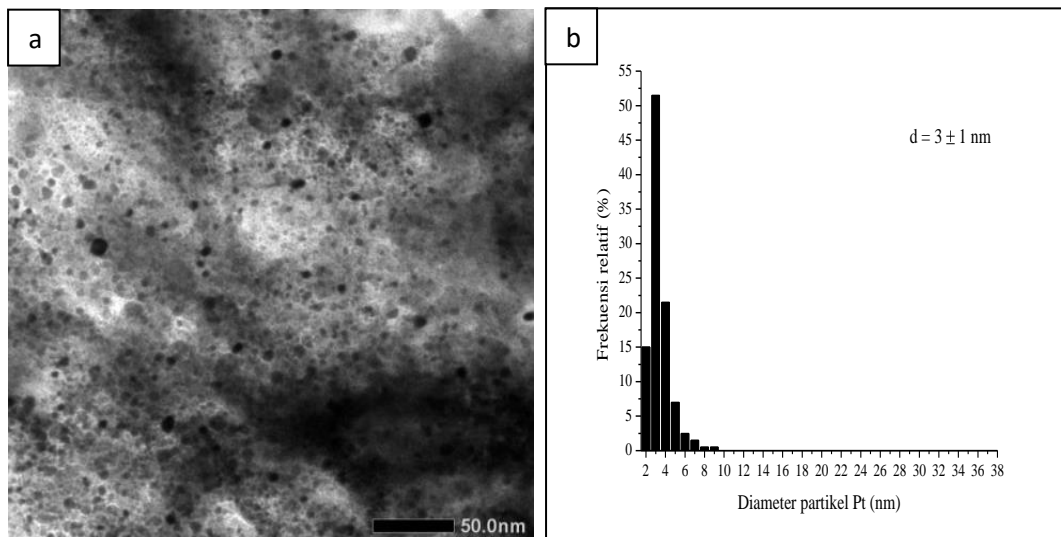


Gambar 4.17. Citra SEM yang menunjukkan profil partikel Pt pada membran NdC/Pt/C

4.1.5.3 Distribusi Ukuran Partikel Pt

Distribusi ukuran partikel Pt ketika partikel Pt lebih dahulu diinsersi sebelum XC-72R dapat diketahui melalui citra TEM. Distribusi dan ukuran partikel Pt rata-rata diolah menggunakan tabel distribusi frekuensi. Berdasarkan analisis ini menunjukkan bahwa partikel Pt yang bersumber dari kedua jenis prekursor Pt memiliki distribusi ukuran yang lebar karena terdapat beberapa ukuran partikel Pt yang muncul, seperti dapat dilihat pada Gambar 4.18.

Distribusi ukuran partikel Pt yang diperoleh dari sumber Pt(IV) berada pada kisaran 2-9 nm dan menunjukkan bahwa distribusinya relatif sempit ($\sigma = 1$ nm). Partikel Pt berukuran 3 nm adalah partikel yang paling banyak muncul sebanyak 51,5%, disusul berukuran 4 nm sebanyak 21,5% dan 2 nm sebanyak 15%. Partikel Pt dengan ukuran yang lain kurang dari 10%. Berdasarkan distribusi ukuran partikel Pt yang diperoleh melalui urutan insersi ini, ukuran partikel Pt rata-rata-nya adalah 3 nm.

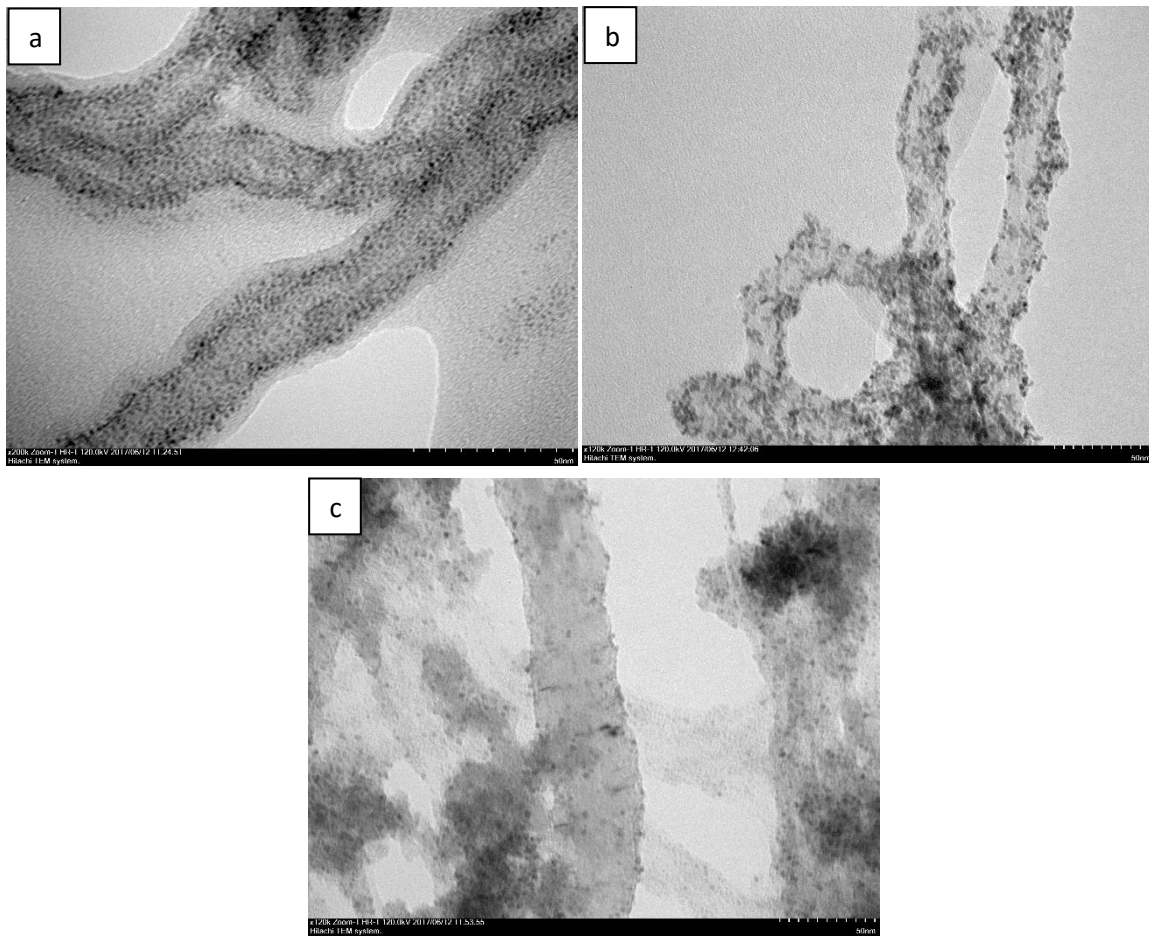


Gambar 4.18. Profil dari (a) citra TEM dan (b) histogram dari distribusi ukuran partikel Pt yang terdapat pada membran NdC/Pt/C

4.1.6 Sintesis Nanokomposit *Nata-de-coco*/Pt/Ru/C (NdC/Pt/Ru/C)

4.1.6.1 Distribusi Ukuran Partikel Pt dan Ru

Morfologi nanopartikel Pt dan Ru tidak dapat dibedakan bila dilihat dari profil citra TEM. Berdasarkan hasil perhitungan dengan menggunakan program ImageJ, maka rata-rata ukuran nanopartikelnya meningkat dengan meningkatnya konsentrasi prekursor Pt dan Ru, dari 5 mM, 10 mM dan 20mM, masing-masing sebesar 1 nm, 2 nm dan 2 nm. Adapun profil citra TEM nanopartikel Pt dan Ru, tersaji pada Gambar 4.19.



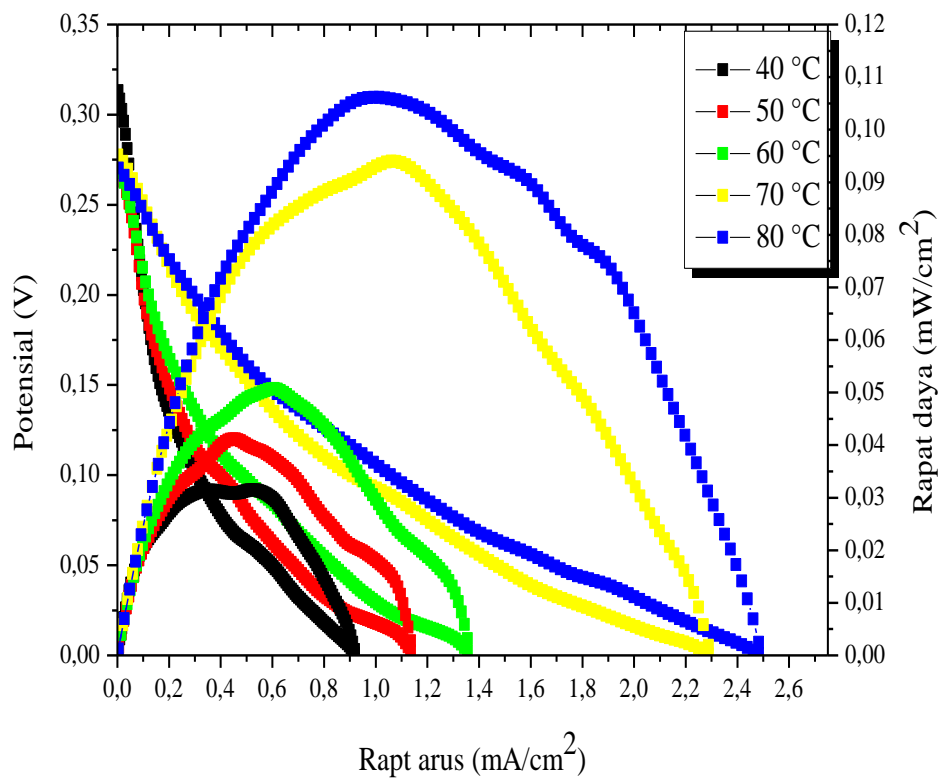
Gambar 4.19. Profil citra TEM nanopartikel Pt dan Ru dari sumber prekursor pada konsentrasi (a) 5 mM, (b) 10 mM, dan (c) 20 mM.

4.1.7 Uji Coba Fungsi Pt Sebagai Katalis Pada Sel Bahan Bakar Metanol

Analisis uji coba fungsi katalis Pt pada sel bahan bakar metanol (DMFC) dilakukan untuk mengetahui apakah partikel Pt yang telah dihasilkan memiliki aktivitas sebagai katalis pada sel tunggal DMFC. Analisis menggunakan elektroda hasil penelitian yaitu NdC/Pt/Ru/C yang digunakan sebagai anoda.

Kinerja Pt pada katoda DMFC menggunakan elektroda NdC/Pt/Ru/C dipengaruhi oleh suhu operasi. Rapat arus meningkat dengan meningkatnya suhu dan suhu 80 °C menghasilkan rapat arus dan limit rapat arus yang lebih tinggi dibandingkan suhu yang lain. Demikian pula kenaikan rapat arus terjadi pada suhu 70 °C dan 80 °C, dimana pada suhu 70 °C menghasilkan rapat daya optimum sebesar 0,09 mW/cm² pada rapat arusnya sebesar 1,06 mA/cm². Selanjutnya limit rapat arus yang dihasilkan pada suhu 80 °C juga lebih besar dari suhu yang

lain mencapai $1,38 \text{ mA/cm}^2$. Adapun profil kinerja katalis Pt, Ru dan C pada membran komposit NdC/Pt/Ru/C tersaji pada Gambar 4.20.



Gambar 4.20. Profil kinerja katalis pada anoda sel tunggal DMFC suhu $40 \text{ }^{\circ}\text{C}$ hingga $80 \text{ }^{\circ}\text{C}$ menggunakan elektroda NdC/Pt/Ru/C

Bila dianalisis berdasarkan aktivitas katalis terhadap massa katalis yang terdapat pada elektroda, maka aktivitas katalis Pt/Ru/C juga cenderung naik dengan naiknya suhu operasi sel. Aktivitas katalis terhadap massanya pada suhu $70 \text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $80 \text{ }^{\circ}\text{C}$ lebih tinggi daripada suhu lain karena pada suhu ini memiliki rapat arus dan daya optimum yang relatif lebih tinggi dibandingkan pada suhu lain. Untuk elektroda NdC/Pt/Ru/C, pada suhu $70 \text{ }^{\circ}\text{C}$ memiliki aktivitas katalis sebesar $0,05 \text{ mW/mg}$ terhadap rapat daya optimumnya dan $0,59 \text{ mA/mg}$ terhadap rapat arus optimumnya, sedangkan pada suhu $80 \text{ }^{\circ}\text{C}$, aktivitas katalisnya adalah $0,06 \text{ mW/mg}$ terhadap rapat daya optimumnya dan $0,56 \text{ mA/mg}$ terhadap rapat arus optimumnya. Data aktivitas katalis pada elektroda untuk tiap suhu operasi sel DMFC hasil penelitian ini, disajikan pada *Lampiran 3* (halaman 44).

4.2 Luaran Yang Dicapai

4.2.1 Draft Artikel Ilmiah (ke *Journal of Mathematical and Fundamental Sciences*)

Impregnation of Two Noble Metal Nanoparticles and MWCNT into Bacterial Cellulose :
Synthesis and Characterization

Henry Fonda Aritonang and Himas Arasy Aprilyta Rachman

Physical Chemistry Division, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sam Ratulangi
University, Jalan Kampus Unsrat Kleak, Manado 95115, Indonesia

Email: henryaritonang@yahoo.com

Abstract. Impregnation of noble metal (platinum, Pt and ruthenium, Ru) nanoparticles and MWCNT were carried out under ambient conditions in bacterial cellulose (BC) as nanoreactors. Nanoparticles of less than 3 nm were readily prepared using the described approach, and monodisperse nanoparticles were obtained under an optimized concentration of the metal precursor solution. The nanoporous structure and the high density of the hydrogen bond (between oxygen and hydrogen) of the cellulose fiber constitute an effective nanoreactor for synthesis of metal nanoparticles. The preparative procedure is facile and versatile, and provides a simple route to manufacturing of useful noble metal nanoparticles. The content of Ru nanoparticles is relatively higher up to 17.30% than that of Pt nanoparticles which is only 13.34% for each precursor concentration. The presence of such noble metal nanoparticles and MWCNT fillers causes the nanocomposite thermal properties to be better than the BC itself. The resulting nanoparticles were analyzed by XRD, SEM-EDS, TGA, and TEM.

Keywords: *impregnation; noble metal; nanoparticle; bacterial cellulose; synthesis; characterization.*

1 Introduction

Impregnation method is the mechanical mixing of a polymer with metal nanoparticles, the *in situ* polymerization of a monomer in the presence of metal nanoparticles, or the *in situ* reduction of metal salts or complexes in a polymer. Noble metals nanoparticles impregnated materials (metal, polymer, metal oxide, carbon, cellulose) have been widely investigated for their unique physico-chemical properties such as optical, electrical, catalytic and anti-microbial, due to their unusual interfacial effects [1]. They found a wide range of applications in many fields that include photoelectronic, magnetic, water treatment, sensor, biomedical, textile, coatings as well as energy conversion/storage [2].

Polymer nanocomposites containing metal nanoparticles have attracted a great deal of attention due to their unique properties and applications [3]. The polymer used serves as a matrix [4] or as stabilizing agent [5] in order that impregnated metal particles are not agglomerated. The synthetic polymers that have been used include polyethylene [6], polyvinylpyrrolidone [7, 8], polystyrene [9], poly(methyl methacrylate) [10], polyurethane [11], as well as natural polymers such as bacterial cellulose [12, 13]. The impregnation of noble metals into polymers, especially cellulose polymers from BC has been studied extensively, including palladium (Pd) [14], silver (Ag) [15], gold (Au) [16], and Pt metals [12,

13]. In addition to metals, other materials such as carbon have also been inserted into the BC [17, 18, 19], even together with the metal nano [20].

Metal impregnation into BC can also hold more than one metal, such as palladium-copper (Pd-Cu) [21]. However, impregnation of two metals together with carbon is not much reported. Therefore, in this study noble metals (Pt and Ru nanoparticles) were impregnated into BC along with multiwalled carbon nanotube (MWCNT) and subsequently characterized.

2 Experiment Procedure

2.1 Materials

The starting materials including platinum tetrachloride (PtCl_4), ruthenium(III) chloride (RuCl_3), glacial acetic acid ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$), ammonium sulfate ($(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)$), sucrose, *Acetobacter xylinum*, sodium hydroxide (NaOH), ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), cetyl trimethyl ammonium bromide (CTAB), sodium borohydride (NaBH_4) were all analytical reagent and purchased from Sigma-aldrich and used as received without further purification. MWCNT with outer diameters of 8-15 nm, length $\sim 50\mu\text{m}$ and purity of $>95\%$ was purchased from He Ji Limited Company, Hongkong. Hydrogen gas (ultra high pure, UHP) was obtained from a local supplier.

2.2 Method

2.2.2 Preparation of BC. The method of preparing BC was well-established and described in literature [22]. Briefly, 30 mL of the cell suspension of *Acetobacter xylinum* was transferred into 300 mL of fermentation culture medium and incubated statically at $30\text{ }^\circ\text{C}$ for 6 days. After that, the BC gel was harvested and purified by boiling them in 1.0% NaOH solution for 2 h, and subsequently in distilled water for another 2 h. The two steps were repeated for three cycles. Finally, the membrane was thoroughly washed with distilled water until the pH of the washing liquid was neutral and finally immersed in the distilled water prior to use.

2.2.3 Impregnation of MWCNT, Pt and Ru nanoparticles into BC. The process of impregnating nanoparticles into BC has been done through modification of the literature that has been reported [12]. Solution of 0.1 wt% MWCNT was dispersed in CTAB (100 mL) for 2 h. Ultrasound was applied to obtain a homogenous dispersion for 2 h at room temperature. Once a homogenous aqueous dispersion of MWCNT had been obtained, the BC gel (previously BC was pressed by giving a load on it for 1 minute to reduce some of the water contained in it) was immersed in an Erlenmeyer flask containing the MWCNT dispersion for 2 h at room temperature. A total of 5 mL of the solution was poured into a beaker glass along with 7.5 mL of each aqueous solution of 20 mM PtCl_4 and 20 mM RuCl_3 , then sonicated for 1 h. Then, the NaOH solution was dropwise into solution until the pH of the solution becomes 8, heated to $80\text{ }^\circ\text{C}$ for 3 h. Furthermore, 1 mL of 1.5 M NaBH_4 solution was poured into it

and sonicated again for 1 h. The solution was allowed to reach room temperature. The BC gel was removed from the glass and rinsed with aquadest until the pH of the gel becomes neutral. This gel was pressed (in the same way as before) and dried at room temperature for 6 days. The resulting nanocomposite membrane was denoted by BC/Pt/Ru/MWCNT.

2.3 Characterization

The morphologies of the MWCNT, Pt, and Ru before and after impregnated into the BC membrane were examined using an X-ray diffraction (XRD) (Rigaku SmartLab 3 kV), scanning electron microscope (SEM) - energy dispersive spectroscopy (EDS) (JEOL-JSM-6510 LA), TGA (TG, NETZSCH STA 449F1 instruments), and transmission electron microscopy (TEM) (JEOL HT-7700).

3. Results and Discussion

3.1 X-ray diffraction

XRD is most commonly used to investigate crystalline structure, the ratio of crystalline to amorphous regions, crystal size, the distance between planes of crystals and the arrangement patterns of crystals [23]. In this study, XRD analyses were conducted to explore the microstructural changes in the BC matrix caused by impregnation of MWCNT, Pt, and Ru nanoparticles. The XRD patterns of BC/Pt/Ru/MWCNT nanocomposite membrane was shown in Figure 1.

The XRD spectrum of the BC membrane show three distinct peaks which appear at 2θ 14.6° , 16.8° , and 22.7° and these diffraction peaks correspond to crystallographic planes of (1 0 1), (1 0 $\bar{1}$), (0 2 1) and (0 0 2), respectively [18, 24]. The crystal structure of Pt in the BC/Pt/Ru/MWCNT nanocomposites were confirmed by the presence of diffraction peaks at 35.9° and 40.3° .

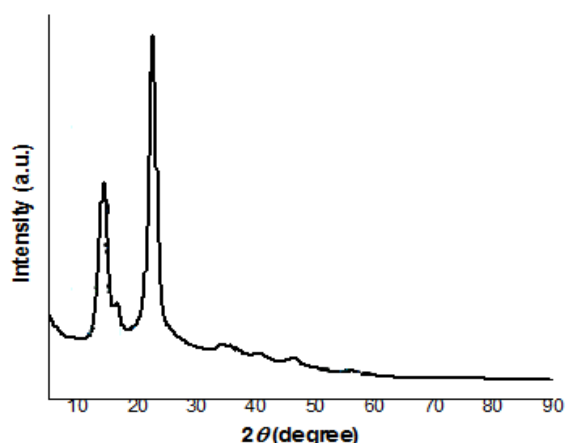


Figure 1. X-ray diffraction patterns of Pt, Ru nanoparticles, and MWCNT impregnated on BC membrane (The concentration of each precursors were 20 mM)

Meanwhile, the diffraction peaks of MWCNT and Ru appear at 28.9° and 40.3° , respectively. The diffraction peaks for each of the crystals overlap between the BC and the crystals so that the emerging peaks are limited. This indicates that BC/Pt/Ru/MWCNT nanocomposites have been successfully prepared.

3.2 *Surface morphology and content analysis*

The morphology of BC resulting from the fermentation of coconut water is similar to that reported in the previous study [12]. However, here we report the morphology of cross-section of BC membrane (Fig.2). It appears that cellulose fibers are arranged very tightly so that mostly fibers appear invisible there is a boundary between one fiber and the other.

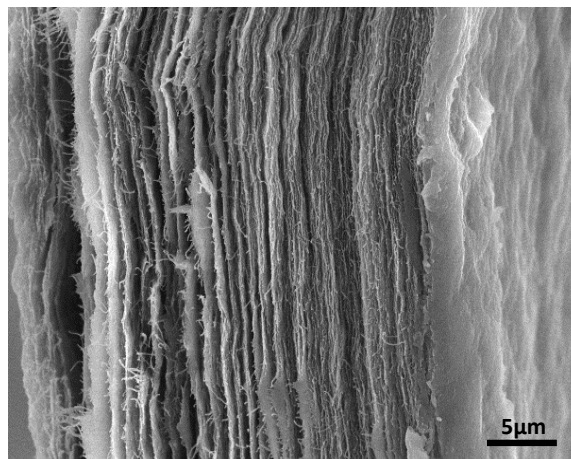


Figure 2. SEM images of cross-section of BC

The MWCNT powder to be used were dispersed in CTAB solution before impregnation into BC with ultrasonic aid (Fig. 3). Based on its morphology, it appears that the tubes of MWCNT are straight and clean. The diameter of the majority of the tubes ranges from 20 to 30 nm with a typical tube diameter of 10 nm shown in Fig. 3 inset.

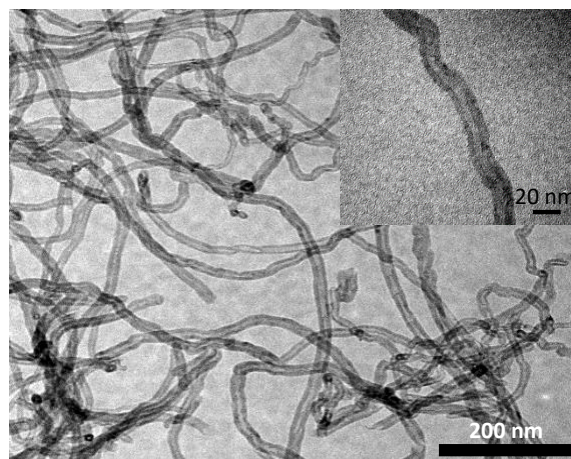


Figure 3. TEM images of MWCNT (inset: single MWCNT).

Impregnation of Pt and Ru precursor solution into BC matrix were produced Pt (Fig. 4a) and Ru (Fig. 4b) nanoparticles after the reduction process. The resulting nanoparticles were removed from the BC matrix with ultrasonic aid. The results showed that the average sizes of nanoparticles obtained were 1 nm, respectively.

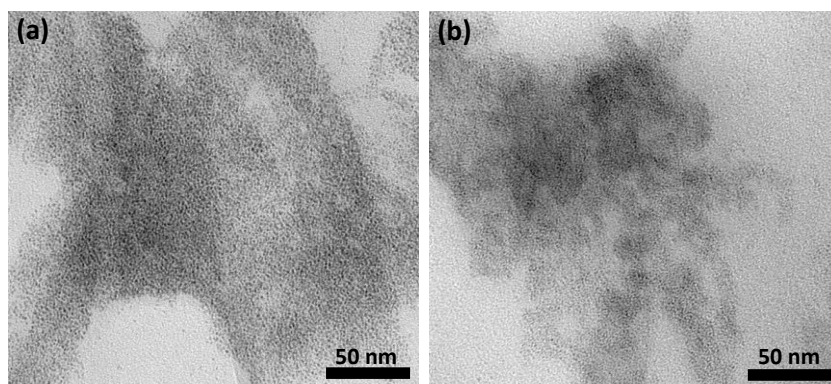


Figure 4. TEM images of (a) Pt and (b) Ru nanoparticles at a precursor concentration of 20 mM.

Furthermore, in addition to the Pt, Ru nanoparticles, and MWCNT material have also been impregnated together into the BC matrix. The following is an example for the precursors concentration of 5 mM, as shown in Figure 5. The results showed that BC membranes can be used as a template to deposit MWCNT, Pt, and Ru nanoparticles uniformly and nanocomposites were fabricated by incorporating an aqueous solution into the BC membranes. The impregnation begins with the inclusion of MWCNT particles, precursor ions from Pt and Ru into BC fibers. When the reduction process occurs, the precursor ions are transformed into Pt and Ru nanoparticles and deposited onto the surface of cellulose fibers and MWCNT.

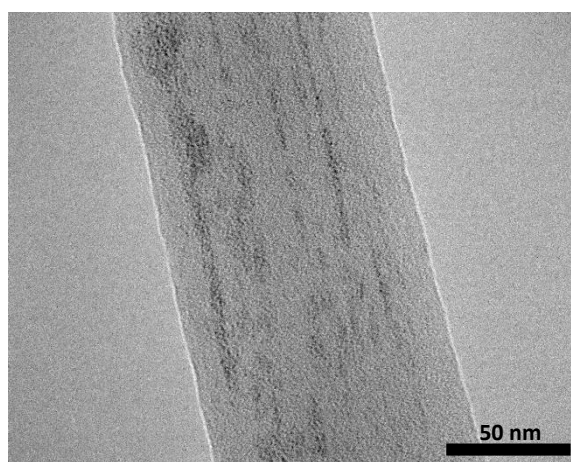


Figure 5. TEM images of all particles (black spots) were deposited on the surface of BC fibers.

However, the nanoparticles can not be distinguished. When the Pt, Ru nanoparticles and MWCNTs have been removed from the BC matrix, it appears that the nanoparticles adhere to and cover the surface of MWCNT, as shown in Figure 6.

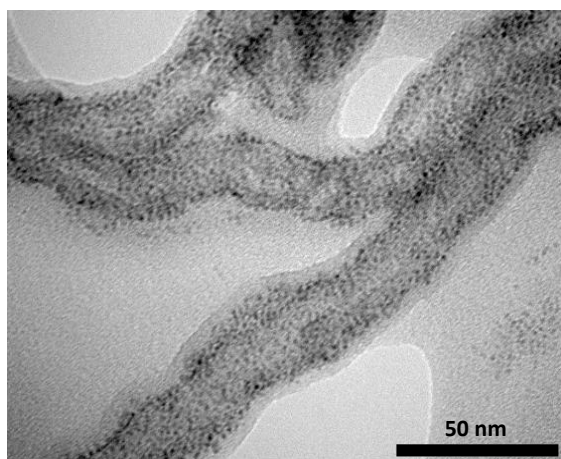


Figure 6. TEM images of Pt and Ru nanoparticles deposited on the MWCNT surface (The concentration of each precursor was 5 mM).

The content of Pt and Ru nanoparticles which is impregnated in BC was varied in the BC/Pt/Ru/MWCNT nanocomposite membrane, as shown in Table 1. The content of Ru nanoparticles increases with increasing concentrations of Ru precursors. Meanwhile, the content of Pt nanoparticles decreases when the precursor concentration of Pt was 20 mM. This shows that there have been competition between metal nanoparticles as well as MWCNT with the increasing number of particles that will enter and stick to the cellulose membrane of BC. The nanoparticles attached to the MWCNT surface have been analyzed for the particle size distribution based on TEM images (representing 200 particles) using the imageJ program. The average sizes of Pt and Ru nanoparticles (indistinguishable metal types based on TEM images) were 1 and 2 nm.

Table 1. The content of Pt and Ru nanoparticles in the BC/Pt/Ru/MWCNT nanocomposite membrane

Precursor concentration of Pt and Ru (mM)	Elements (%)				Average of nanoparticles size (nm)
	C	O	Ru	Pt	
5	51.53	44.40	2.29	1.78	1
10	40.74	32.31	9.35	17.54	2
20	37.08	32.28	17.30	13.34	2

3.3 Thermal Properties

The TG spectra of BC and BC/Pt/Ru/MWCNT are shown in Fig. 7. Two significant weight loss stages below 800°C are observed in the TG curve of BC (curve a) and the total weight loss is 65.25%. The initial weight loss occurred around 100 °C, which is attributed to the evaporation of absorbed moisture. Physically adsorbed and hydrogen bond linked water molecules were lost at this first stage

[18]. The second weight loss occurred between 100 and 400 °C and the corresponding endothermic could be assigned to the thermal degradation and decomposition of BC [25]. For BC/Pt/Ru/MWCNT nanocomposites, two significant mass loss stages are also revealed (curves b–d). However, with the increase of Pt and Ru nanoparticles loadings, the weight loss stages shifted to higher temperature, which clearly showed that the BC/Pt/Ru/MWCNT nanocomposites exhibited enhanced thermal stability compared to BC. The decomposition temperatures for BC with different Pt and Ru nanoparticle loadings are increased, which illustrates that the thermal stability of BC was enhanced by the Pt, Ru nanoparticles, and MWCNT fillers. The residues increased with the increasing Pt and Ru nanoparticles loadings, e.g. the residue were highly enhanced from 34.75 % for BC to 38.85 %, 47.59%, and 71.18% of 5 mM, 10 mM, and 20 mM precursor concentration , which was related to the existence of Pt, Ru nanoparticles, and MWCNT. Therefore, two noble metals nanoparticles and MWCNT were demonstrated successfully to be incorporated into the three-dimensional network structure of BC.

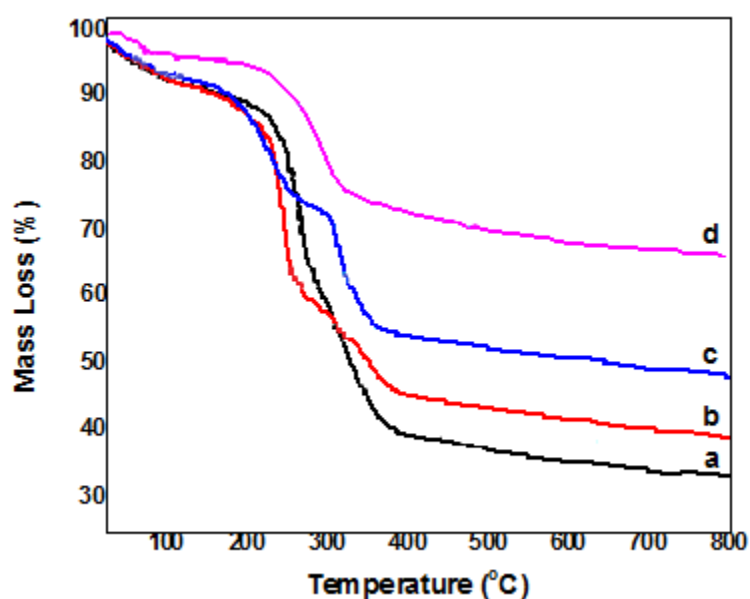


Figure 7. TG analysis of BC (a) and BC/Pt/Ru/MWCNT nanocomposites employed a precursor concentration of 5 mM (b), 10 mM (c), and 20 mM (d), respectively.

4. Conclusions

The BC/Pt/Ru/MWCNT nanocomposite has been synthesized by impregnation of two noble metals, Pt and Ru nanoparticles, and MWCNT material into BC. BC can serve as a matrix so that two noble metals have nano size and both the noble metal and MWCNT are evenly distributed on BC fibers. The content of Ru nanoparticles in the matrix of BC is relatively higher than that of Pt nanoparticles for

each precursor concentration. The size of the nanoparticles of both noble metals averaged less than 2 nm.

5. Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge the Ministry of Research, Technology and Higher Education Republic of Indonesia for its financial support through *Program INSINAS Riset Pratama Individu 2016-2017*.

References

- [1] Hanemann, T. & Szabo, D. V., *Polymer-Nanoparticle Composites: From Synthesis to Modern Applications*, Materials, **3**, pp. 3468-3517, 2010.
- [2] Liu, H., Feng, Y., Chen, D., Li, C., Cui, P., & Yang, J., *Noble Metal-Based Composite Nanomaterials Fabricated Via Solution-Based Approaches*, J.Mater.Chem.A, **3**, pp. 3182-3223, 2015.
- [3] Paul, D. R. & Robeson, L. M., *Polymer Nanotechnology: Nanocomposites*, Polymer **49**, pp. 3187–3204, 2008.
- [4] Lee, K., Aitomaki, Y., Berglund, L. A., Oksman, K., & Bismarck, A., *On The Use of Nanocellulose As Reinforcement in Polymer Matrix Composites*, Composites Science and Technology, **105**, pp. 15–27, 2014.
- [5] Ucar, N., Demirsoy, N., Onen, A., Karacan, I., Kizildag, N., Eren, O., Vurur, O. F., Sezer, E., & Ustamehmetoglu, B., *The Effect of Reduction Methods And Stabilizer (PVP) on The Properties of Polyacrylonitrile (PAN) Composite Nanofibers in The Presence of Nanosilver*, J. Materials Science, **50**, pp. 1855-1864, 2015.
- [6] Jeon, H. G., Jung, H. T., Lee, S. W., & Hudson, S. D., *Morphology of Polymer Silicate Nanocomposites. High Density Polyethylene and a Nitrile*, Polym. Bull, **41**, pp. 107-113, 1998.
- [7] Khalil, A. M., Hassan, M. L., & Ward, A. A., *Novel Nanofibrillated Cellulose/Polyvinylpyrrolidone/Silvernanoparticles Films with Electrical Conductivity Properties*, Carbohydrate Polymers, **157**, pp. 503-511, 2017.
- [8] Du, Y. K., Yang, P., Mou, Z. G., Hua, N. P., & Jiang, L., *Thermal Decomposition Behaviors of PVP Coated on Platinum Nanoparticles*, J. of Applied Polymer Science, **99**, pp. 23-26, 2006.
- [9] Zhu, L., Wang, X., Gu, Q., Zhang, R., Ju, T., Wang, Y., Sun, P., & Xue, G., *Effect of Residual Surfactant on The Glass Transition Behavior of Polystyrene/Gold Nanocomposites*, Polymer, **77**, pp. 14-20, 2015.
- [10] Kumar, A. M., Latthe, S. S., Sudhagar, P., Obot, I. B., & Gasem, Z. M., *In-Situ Synthesis of Hydrophobic Sio₂-PMMA Composite for Surface Protective Coatings: Experimental and Quantum Chemical Analysis*, Polymer, **77**, pp. 79-86, 2015.
- [11] Liu, Z., Bai, G., Huang, Y., Li, F., Ma, Y., Guo, T., He, X., Lin, X., Gao, H., & Chen, Y., *Microwave Absorption of Single-Walled Carbon Nanotubes/Soluble Cross-Linked Polyurethane Composites*, The Journal of Physical Chemistry C, **111(37)**, pp. 13696-13700, 2007.
- [12] Aritonang, H. F., Onggo, D., Ciptati, & Radiman, C. L., *Insertion of Platinum Particles in Bacterial Cellulose Membranes from PtCl₄ and H₂PtCl₆ Precursors*, Macromolecular Symposia, **353(1)**, pp. 55-61, 2015.
- [13] Yang, J., Sun, D., Li, J., Yang, X., Yu, J., Hao, Q., Liu, W., Liu, J., Zou, Z., & Gu, J., *In Situ Deposition of Platinum Nanoparticles on Bacterial Cellulose Membranes and Evaluation of PEM Fuel Cell Performance*, Electrochimica Acta, **54**, pp. 6300-6305, 2009.
- [14] Evans, B. R., O'Neill, H. M., Malyvanh, V. P., Lee, I., & Woodward, J., *Palladium-Bacterial Cellulose Membranes for Fuel Cells*, Biosensors and Bioelectronics, **18**, pp. 917-923, 2003.

- [15] Yang, G., Xie, J., Hong, F., Cao, Z., & Yang, X., *Antimicrobial Activity of Silver Nanoparticle Impregnated Bacterial Cellulose Membrane: Effect of Fermentation Carbon Sources of Bacterial Cellulose*, Carbohydrate Polymers, **90**, pp. 413-418, 2012.
- [16] Zhang, T., Wang, W., Zhang, D., Zhang, X., Ma, Y., Zhou, Y., & Qi, L., *Biotemplated Synthesis of Gold Nanoparticle–Bacteria Cellulose Nanofiber Nanocomposites and their Application in Biosensing*, Adv Funct Mater, **20**, pp. 1152-1160, 2010.
- [17] Yoon, S. H., Jin, H-J., Kook, M-C., & Pyun, Y. R., *Electrically Conductive Bacterial Cellulose by Incorporation of Carbon Nanotubes*, Biomacromolecules, **7**, pp. 1280-1284, 2006.
- [18] Kiziltas, E. E., Kiziltas, A., Rhodes, K., Emanetoglu, N. W., Blumentritt, M., & Gardner, D. J., *Electrically Conductive Nano Graphite-Filled Bacterial Cellulose Composites*, Carbohydrate Polymers, **136**, pp. 1144-1151, 2016.
- [19] Park, W-I., Kim, H-S., Kwon, S-M., Hong, Y-H., & Jin, H-J., *Synthesis of Bacterial Celluloses in Multiwalled Carbon Nanotube-Dispersed Medium*, Carbohydrate Polymers, **77**, pp. 457-463, 2009.
- [20] Sepahvand, R., Adeli, M., Astinchap, B., & Kabiri, R., *New Nanocomposites Containing Metal Nanoparticles, Carbon Nanotube and Polymer*, J Nanopart Res., **10**, pp. 1309-1318, 2008.
- [21] Sun, D., Yang, J., Li, J., Yu, J., Xu, X., & Yang, X., *Novel Pd-Cu/Bacterial Cellulose Nanofibers: Preparation and Excellent Performance in Catalytic Denitrification*, Applied Surface Science, **256**, pp. 2241-2244, 2010.
- [22] Radiman, C. & Yuliani, G., *Coconut Water as a Potential Resource for Cellulose Acetate Membrane Preparation*, Polym. Int., **57**, pp. 502-508, 2008.
- [23] Stachurski, Z. H., *On Structure and Properties of Amorphous Materials*, Materials, **3**, pp. 3468-3517, 2010.
- [24] Aritonang, H. F., Onggo, D., Ciptati, C., & Radiman, C. L., *Synthesis of Platinum Nanoparticles from K_2PtCl_4 Solution Using Bacterial Cellulose Matrix*, Journal of Nanoparticles Article ID 285954, 2014.
- [25] Perotti, G. F., Barud, H. S., Messaddeq, Y., Ribeiro, S. J. L., & Constantino, V. R. L., *Bacterial Cellulose-laponite Clay Nanocomposites*, Polymer, **52**, pp. 157-163, 2011.

BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Sintesis nanokomposit *nata-de-coco*/Platina/Rutenium/Karbon (NdC/Pt/Ru/C) telah berhasil dilakukan. Nanopartikel Pt dan Ru yang telah dihasilkan terdistribusi merata pada permukaan *nata-de-coco* dan memiliki ukuran rata-rata 1 hingga 2 nm. Membran nanokomposit yang dihasilkan ini mampu berfungsi sebagai anoda pada sel bahan bakar metanol (DMFC). Aktivitas katalis Pt/Ru/C cenderung naik dengan naiknya suhu operasi sel.

5.2. Saran

Menguji fungsi katalitik katalis membran nanokomposit NdC-Pt(PtCl₄)-MWCNT pada sisi katoda sel bahan bakar metanol.

REFERENSI

- Arenz, M., Mayrhofer, K. J. J., Stamenkovic, V., Blizanac, B. B., Tomoyuki, T., Ross, P. N., dan Markovic, N. M. (2005): The Effect of The Particle Size on The Kinetics of CO Electrooxidation on High Surface Area Pt Catalysts, *Journal of the American Chemical Society*, **127**, 6819-6829.
- Aricò, A. S., Srinivasan, S., dan Antonucci, V. (2001): DMFCs: From Fundamental Aspects to Technology Development, *Fuel Cells*, **1**, 133-161.
- Aritonang, H. F., Onggo, D., Ciptati, and Radiman, C. L. (2015): Insertion of Platinum Particles in Bacterial Cellulose Membranes from PtCl₄ and H₂PtCl₆ Precursors, *Macromolecular Symposia*, **353**, 55-61.
- Astra, I. M. (2010): Energi dan Dampaknya Terhadap Lingkungan, *Jurnal Meteorology dan Geofisika*, **11**, 127-135.
- Barud, H. S., Barrios, C., Regiani, T., Marques, R. F. C., Verelst, M., Dexpert-Ghys, J., Messaddeq, Y., dan Ribeiro, S. J. L. (2008): Self-supported Silver Nanoparticles Containing Bacterial Cellulose Membranes, *Materials Science and Engineering C*, **28**, 515-518.
- Carrette, L., Friedrich, K. A., dan Stimming, U. (2000): Fuel Cells: Principles, Types, Fuels, and Applications, *Chemical Physics and Physical Chemistry*, **1**, 163-193.
- Evans, B. R., O'Neill, H. M., Malyvanh, V. P., Lee, I., dan Woodward, J. (2003): Palladium-bacterial Cellulose Membranes for Fuel Cells, *Biosensors and Bioelectronics*, **18**, 917-923.
- George, J., Ramana, K. V., Sabapathy, S. N., Jagannath, J. H., dan Bawa, A. S. (2005): Characterization of Chemically Treated Bacterial (*Acetobacter xylinum*) Biopolymer: Some Thermo-mechanical Properties, *International Journal of Biological Macromolecules*, **37**, 189-194.
- Jung, R., Kim, H. S., Kim, Y., Kwon, S. M., Lee, H. S., dan Jin, H. J. (2008): Electrically Conductive Transparent Papers using Multiwalled Carbon Nanotubes, *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, **46**, 1235-1242.
- Kessler, T., dan Luna, A. M. C. (2003): Catalytic Polyaniline-supported Electrodes for Application in Electrocatalysis, *Journal of Solid State Electrochemistry*, **7**, 593-598.
- Klemm, D., Schumann, D., Udhardt, U., dan Marsch, S. (2001): Bacterial Synthesized Cellulose-artificial Blood Vessel for Microsurgery, *Progress in Polymer Science*, **26**, 1561-1603.
- Luna, A. M. C. (2000): A Novel Electrocatalytic Polyaniline Electrode for Methanol Oxidation, *Journal of Applied Electrochemistry*, **30**, 1137-1142.
- Oshima, T., Kondo, K., Ohto, K., Inoue, K., dan Baba, Y. (2008): Preparation of Phosphorylated Bacterial Cellulose as an Adsorbent for Metal Ions, *Reactive and Functional Polymers*, **68**, 376-383.
- Phisalaphong, M., Suwanmajo, T., dan Sangtherapitikul, P. (2008): Novel Nanoporous Membranes from Regenerated Bacterial Cellulose, *Journal of Applied Polymer Science*, **107**, 292-299.
- Schultz, T., Zhou, S., dan Sundmacher, K. (2001): Current Status of and Recent Developments in the Direct Methanol Fuel Cell, *Chemical Engineering and Technology*, **24**, 1223-1233.
- Svensson, A., Nicklasson, E., Hara, T., Panilaitis, B., Kaplan, D. L., Brittberg, M., dan Gatenholm, P. (2005): Bacterial Cellulose as a Potential Scaffold for Tissue Engineering of Cartilage, *Biomaterials*, **26**, 419-431.

- Yang, G., Xie, J., Hong, F., Cao, Z., dan Yang, X. (2012): Antimicrobial Activity of Silver Nanoparticle Impregnated Bacterial Cellulose Membrane: Effect of Fermentation Carbon Sources of Bacterial Cellulose, *Carbohydrate Polymers*, **87**, 839-845.
- Yang, J., Sun, D., Li, J., Yang, X., Yu, J., Hao, Q., Liu, W., Liu, J., Zou, Z., dan Gu, J. (2009): In Situ Deposition of Platinum Nanoparticles on Bacterial Cellulose Membranes and Evaluation of PEM Fuel Cell Performance, *Electrochimica Acta*, **54**, 6300-6305.
- Yoon, S. H., Jin, H. J., Kook, M. C., dan Pyun, Y. R. (2006): Electrically Conductive Bacterial Cellulose by Incorporation of Carbon Nanotubes, *Biomacromolecules*, **7**, 1280-1284.
- Zhou, T., D. Chen, J. Jiu, T. T. Nge, T. Sugahara, S. Nagao, H. Koga, M. Nogi, K. Sukanuma, X. Wang, X. Liu, P. Cheng, T. Wang, Xiong, D. (2013): Electrically conductive bacterial cellulose composite membranes produced by the incorporation of graphite nanoplatelets in pristine bacterial cellulose membranes, *Polymer Letters*, **7**, 756-766.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Kandungan Partikel Pt Pada Membran NdC-Pt Berdasarkan Termogram TGA

Perhitungan kandungan partikel Pt pada membran NdC-Pt dari prekursor PtCl₄ konsentrasi 3 mM, menggunakan data mentah termogram hasil analisis dengan TGA, yaitu massa hilang terhadap suhu. Contoh perhitungan diuraikan berikut ini.

1. Data membran *nata-de-coco* (NdC)

- Membran yang dibakar memiliki massa 3,18 mg, berukuran 1x1 cm² = 3,18 mg/cm²
- Massa hilang I terjadi pada suhu awal 30 °C hingga 150 °C, maka massa hilang I = % massa awal (pada suhu 30 °C) – % massa hilang (pada suhu 150 °C)
= 100% - 95,38%
= 4,62%
= 4,62% x 3,18 mg/cm²
= 0,15 mg/cm²
- Massa hilang II terjadi dari mulai suhu 150 °C hingga suhu 800 °C, maka massa hilang II = massa pada suhu 150 °C - massa pada suhu 800 °C
= 95,38% - 26,21% = 69,17%
= 69,17% x 3,18 mg/cm²
= 2,20 mg/cm²
- Total massa hilang = massa hilang I + massa hilang II
= 4,62% + 69,17%
= 73,79%
= 73,79% x 3,18 mg/cm²
= 2,35 mg/cm²
- Massa sisa = massa awal – total massa hilang
= 100% - 73,79% = 26,21%
= 26,21% x 3,18 mg/cm²
= 0,83 mg/cm²

2. Data membran NdC-Pt

- Membran yang dibakar memiliki massa 3,45 mg, berukuran $1 \times 1 \text{ cm}^2 = 3,45 \text{ mg/cm}^2$
- Massa hilang I terjadi pada suhu awal $30 \text{ }^\circ\text{C}$ hingga $150 \text{ }^\circ\text{C}$, maka massa hilang I = % massa awal (pada suhu $30 \text{ }^\circ\text{C}$) – % perubahan massa (pada suhu $150 \text{ }^\circ\text{C}$)

$$= 100\% - 93,07\% = 6,93\%$$

$$= 6,93\% \times 3,45 \text{ mg/cm}^2$$

$$= 0,24 \text{ mg/cm}^2$$
- Massa hilang II terjadi dari mulai suhu $150 \text{ }^\circ\text{C}$ hingga suhu $800 \text{ }^\circ\text{C}$, maka massa hilang II = massa pada suhu $150 \text{ }^\circ\text{C}$ - massa pada suhu $800 \text{ }^\circ\text{C}$

$$= 93,07\% - 26,73\% = 66,34\%$$

$$= 66,34\% \times 3,45 \text{ mg/cm}^2$$

$$= 2,29 \text{ mg/cm}^2$$
- Total massa hilang = massa hilang I + massa hilang II

$$= 6,93\% + 66,34\% = 73,27\%$$

$$= 73,27\% \times 3,45 \text{ mg/cm}^2$$

$$= 2,55 \text{ mg/cm}^2$$
- Massa sisa = massa awal – total massa hilang

$$= 100\% - 73,27\% = 26,73\%$$

$$= 26,73\% \times 3,45 \text{ mg/cm}^2$$

$$= 0,93 \text{ mg/cm}^2$$

3. Kandungan partikel Pt pada membran NdC-Pt:

- Kandungan partikel Pt = massa sisa membran NdC-Pt - massa sisa membran NdC

$$= 0,93 \text{ mg/cm}^2 - 0,83 \text{ mg/cm}^2$$

$$= 0,10 \text{ mg/cm}^2$$

Jadi, kandungan partikel Pt pada membran NdC-Pt sebesar $0,10 \text{ mg/cm}^2$.

Lampiran 2. Perhitungan Kandungan Partikel Pt Pada Membran NdC/Pt/C Berdasarkan Termogram TGA

Perhitungan kandungan partikel Pt pada membran NdC/Pt/C menggunakan data mentah termogram hasil analisis dengan TGA, yaitu massa hilang terhadap suhu. Contoh perhitungan diuraikan berikut ini.

1. Data membran *nata-de-coco* (NdC)

- Membran yang dibakar memiliki massa 3,18 mg, berukuran $1 \times 1 \text{ cm}^2 = 3,18 \text{ mg/cm}^2$
- Massa hilang I terjadi pada suhu awal 30 °C hingga 150 °C, maka massa hilang I = % massa awal (pada suhu 30 °C) – % massa hilang (pada suhu 150 °C)
$$= 100\% - 95,38\% = 4,62\%$$
$$= 4,62\% \times 3,18 \text{ mg/cm}^2$$
$$= 0,15 \text{ mg/cm}^2$$
- Massa hilang II terjadi dari mulai suhu 150 °C hingga suhu 800 °C, maka massa hilang II = massa pada suhu 150 °C - massa pada suhu 800 °C
$$= 95,38\% - 26,21\% = 69,17\%$$
$$= 69,17\% \times 3,18 \text{ mg/cm}^2$$
$$= 2,20 \text{ mg/cm}^2$$
- Total massa hilang = massa hilang I + massa hilang II
$$= 4,62\% + 69,17\% = 73,79\%$$
$$= 73,79\% \times 3,18 \text{ mg/cm}^2$$
$$= 2,35 \text{ mg/cm}^2$$
- Massa sisa = massa awal – total massa hilang
$$= 100\% - 73,79\% = 26,21\%$$
$$= 26,21\% \times 3,18 \text{ mg/cm}^2$$
$$= 0,83 \text{ mg/cm}^2$$

2. Data Membran NdC/Pt/C

- Membran yang dibakar memiliki massa 7,82 mg, berukuran $1 \times 1 \text{ cm}^2 = 7,82 \text{ mg/cm}^2$
- Massa hilang I terjadi pada suhu awal 30 °C hingga 150 °C, maka massa hilang I = % massa awal (pada suhu 30 °C) – % massa hilang (pada suhu 150 °C)
$$= 100\% - 92,15\% = 7,85\%$$
$$= 7,85\% \times 7,82 \text{ mg/cm}^2$$

$$= 0,61 \text{ mg/cm}^2$$

- Massa hilang II terjadi dari mulai suhu 150 °C hingga suhu 800 °C, maka massa hilang II = massa pada suhu 150 °C - massa pada suhu 800 °C

$$= 92,15\% - 33,62\%$$

$$= 58,53\%$$

$$= 58,53\% \times 7,82 \text{ mg/cm}^2$$

$$= 4,58 \text{ mg/cm}^2$$

- Total massa hilang = massa hilang I + massa hilang II

$$= 7,85\% + 58,53\%$$

$$= 66,38\%$$

$$= 66,38\% \times 7,82 \text{ mg/cm}^2$$

$$= 5,19 \text{ mg/cm}^2$$

- Massa sisa = massa awal – total massa hilang

$$= 100\% - 66,38\%$$

$$= 33,62\%$$

$$= 33,62\% \times 7,82 \text{ mg/cm}^2$$

$$= 2,63 \text{ mg/cm}^2$$

- Kandungan partikel Pt pada membran NdC/Pt/C:

- Kandungan partikel Pt = massa sisa membran NdC/Pt/C – massa sisa membran NdC

$$= 2,63 \text{ mg/cm}^2 - 0,83 \text{ mg/cm}^2$$

$$= 1,80 \text{ mg/cm}^2$$

Jadi, kandungan partikel Pt pada membran NdC/Pt/C sebesar 1,80 mg/cm²

Lampiran 3. Data Aktivitas Katalis Pt Terhadap Massa Pt Menggunakan Elektroda NdC/Pt/Ru/C Pada Tiap Suhu

Suhu (°C)	Aktivitas katalis terhadap massa katalis		
	NdC/Pt/Ru/C		
	Rapat arus/ massa katalis (mA/mg)	Rapat daya/ massa katalis (mW/mg)	Limit rapat arus/ massa katalis (mA/mg)
40	0,20	0,02	0,51
50	0,25	0,02	0,63
60	0,34	0,03	0,76
70	0,59	0,05	1,27
80	0,56	0,06	1,38

3.1 Contoh perhitungan mencari nilai aktivitas katalis terhadap massa katalis.

Misalnya data rapat daya dan rapat arus pada elektroda NdC/Pt/Ru/C untuk suhu 80 °C:

- Rapat daya optimum = 0,11 mW/cm²
- Rapat arus optimum = 1,01 mA/cm²
- Massa katalis yang terdapat pada elektroda = 1,80 mg/cm²
- Aktivitas katalis terhadap rapat daya optimum = $\frac{0,11 \text{ mA/cm}^2}{1,80 \text{ mg}}$
= 0,06 mW/mg
- Aktivitas katalis terhadap rapat arus optimum = $\frac{1,01 \text{ mA/cm}^2}{1,80 \text{ mg}}$
= 0,56 mA/mg

Jadi, aktivitas katalis pada elektroda NdC/Pt/Ru/C untuk suhu 80 °C sebesar 0,06 mW/mg terhadap rapat daya dan 0,56 mA/mg terhadap rapat arus.

Lampiran 4. Produk Penelitian

Hasil produk dari penelitian ini adalah nanokomposit *nata-de-coco*/Platina/Rutenium/karbon (NdC/Pt/Ru/C), seperti yang tersaji pada gambar di bawah ini.



Lampiran 5. Luaran yang dihasilkan

Luaran penelitian ini adalah draft jurnal internasional yang telah dikirimkan ke *Journal of Mathematical and Fundamental Sciences* melalui Seminar Internasional : **International Conference on Chemistry and Material Science (IC2MS) 2017** pada tanggal 4-5 November 2017 di Malang, Jawa Timur. Adapun draft jurnalnya seperti yang tersaji pada Bab 4 SubBab 4.2 di halaman 37.

Artikel Jurnal	Keterangan
Nama jurnal yang dituju	<i>Journal of Mathematical and Fundamental Sciences</i>
Klasifikasi jurnal	Jurnal internasional
<i>Imfact factor</i> jurnal	0,3
Judul artikel	<i>Impregnation of Two Noble Metal Nanoparticles and MWCNT into Bacterial Cellulose : Synthesis and Characterization</i>
Status naskah	
- Sedang ditelaah	√
- Sedang direvisi	-
- Revisi sudah dikirim ulang	-
- Sudah diterima	-
- Sudah terbit	-

Lampiran 6. Mengikuti Seminar Internasional



INTERNATIONAL CONFERENCE ON CHEMISTRY AND MATERIAL SCIENCE (IC2MS) 2017
NOVEMBER 4TH-5TH, 2017, UEN SUITES HOTEL, MALANG, INDONESIA
Department of Chemistry
Faculty of Mathematics and Natural Sciences (FMIPA), Brawijaya University
Jl. Veteran, Malang, East Java, Indonesia, 65145, Telp: +62-341575835, +62-341575838
E-mail: ic2ms@ub.ac.id, website: <http://ic2ms.ub.ac.id>

July 31, 2017

LETTER OF ACCEPTANCE

Dear **Henry F. Aritonang**,

On behalf of the committee, we are pleased to confirm that your abstract,

Impregnation of two noble metal nanoparticles and MWCNT into bacterial cellulose: synthesis and characterization

has been accepted, with editorial decision:

Accepted for Oral Presentation

at *International Conference on Chemistry and Material Science 2017*.

Please note that, in order for the abstract to be included in the conference program, presenters are required to complete the registration fee.

Your presentation is an important part of the conference, and we are looking forward to meet you at the conference.

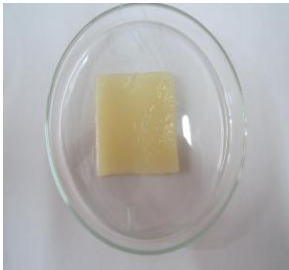
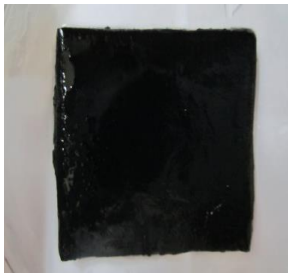



Sincerely,



A handwritten signature in black ink is written over the IC2MS 2017 logo. The signature appears to be 'Anna Safitri'. The logo itself is the same as the one in the top left of the page.

Anna Safitri, Ph.D
Conference chairperson

Lampiran 7. Catatan Harian

No	Tanggal	Kegiatan
1	4/4/2017	Membeli PtCl ₄
2	7/4/2017	Membeli RuCl ₄
3	10/4/2019	Membuat larutan PtCl ₄ dan RuCl ₃  <p style="text-align: center;">PtCl₄ RuCl₃</p>
4	10/4/2017	Membeli XC72R
5	11/4/2017	Preparasi nata-de-coco 
6	12-17/4/2017	Proses pengeringan <i>nata-de-coco</i> 
7	12/4/2017	Membeli CTAB
8	13/4/2017	Preparasi larutan MWCNT 

9	17/4/2017	Membeli NaBH ₄
10	4/5/2017	Membeli gas hidrogen
11	8-10/5/2017	Proses pembuatan <i>nata-de-coco</i> /Pt 
12	11/5/2017	Membeli elektroda Pt/Ru/C komersial
13	11-12/5/2017	Proses pembuatan <i>nata-de-coco</i> /C 
14	15-22/5/2017	Proses pengeringan <i>nata-de-coco</i> /Pt  
15	15/5/2017	Membeli elektroda Pt/C komersial
16	22/5/2017	Membeli larutan Nafion 5%
17	22-29/5/2017	Proses pembuatan <i>nata-de-coco</i> /Pt/C   Gel basah membran kering

18	30/5/2017 s.d 7/6/2017	Proses pembuatan <i>nata-de-coco</i> /Pt/Ru/C  Hanya larutan Pt larutan Pt+Ru larutan Pt+Ru+C
19	7-12/6/2017	Proses pengeringan <i>nata-de-coco</i> /Pt/Ru/C 
20	13/6/2017	Analisa membran <i>nata-de-coco</i> /Pt/Ru/C dengan SEM-EDS dan TEM di ITB
21	16/6/2017	Analisa membran <i>nata-de-coco</i> /Pt/Ru/C dengan PSA dan XRD di ITB
22	4/7/2017	Analisa membran <i>nata-de-coco</i> /Pt/Ru/C dengan TEM di ITB

Lampiran 8. Surat ernityataan Tanggungjawab Belanja

SURAT PERNYATAAN TANGGUNGJAWAB BELAJA

Yang bertanda tangan di bawah ini:

1. Nama : Dr. Henry Fonda Aritonang, S.Si., M.Si
2. Alamat : FMIPA Unsrat Manado

Berdasarkan Surat Keputusan Nomor 11/E/KPT/2017 dan Perjanjian/Kontrak Nomor 39/INS/PPK/E/E4/2017 mendapatkan Anggaran Penelitian dengan judul : **“Pengembangan Bahan Anoda dari Nanokomposit Nata-de-coco/Pt/Ru/C Untuk Aplikasi Sel Bahan Bakar Metanol”** sebesar Rp. 138.000.000.

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Biaya kegiatan penelitian di bawah ini meliputi:

No	Uraian	Jumlah (Rp)
1	Honor Output Kegiatan	1.900.000
2	Belanja Bahan	126.793.757
3	Belanja Barang Non Operasional Lainnya	3.848.369
4	Belanja Perjalanan Lainnya	5.457.874
	Jumlah	138.000.000

2. Jumlah uang tersebut pada angka 1, benar-benar dikeluarkan untuk pelaksanaan kegiatan penelitian dimaksud
3. Bersedia menyimpan dengan baik seluruh bukti pengeluaran belanja yang telah dilaksanakan
4. Bersedia untuk dilakukan pemeriksaan terhadap bukti-bukti pengeluaran oleh aparat pengawas fungsional Pemerintah
5. Apabila dikemudian hari, pernyataan yang saya buat ini mengakibatkan kerugian Negara maka saya bersedia dituntut penggantian kerugian Negara dimaksud sesuai dengan ketentuan peraturan perundang-undangan.

Demikian surat pernyataan ini dibuat dengan sebenarnya

Manado, November 2017
Ketua Peneliti



(Dr. Henry Fonda Aritonang, S.Si,M.Si)
NIP. 197112072000031001

Lampiran 9. Surat Pernyataan Kebenaran Pengadaan Alat

**SURAT PERNYATAAN
KEBENARAN PENGADAAN PERALATAN**

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Dr. Henry Fonda Aritonang, S.Si., M.Si
NIP : 197112072000031001
Jabatan : Dosen

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa:

Sebagai Lembaga Pengelola:

Pekerjaan : Program Insinas
Nomor Kontrak : 39/INS/PPK/E/E4/2017
Tanggal Kontrak : 26 Mei 2017
Nilai Kontrak : Rp. 138.000.000

tidak membeli peralatan.

Demikian pernyataan ini kami buat dengan sebenar-benarnya.

Manado, November 2017



Ketua LPPM Unsrat

(Prof. Dr. Ir. Inneke F.M. Rumengan, M.Sc)
NIP. 195711051984032001

Lampiran 10. Surat Pernyataan Setor Kembali Sisa Dana

**SURAT PERNYATAAN
SETOR KEMBALI SISA DANA PROGRAM INSINAS**

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Dr. Henry Fonda Aritonang, S.Si., M.Si
NIP : 197112072000031001
Jabatan : Dosen

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa:

Sebagai Lembaga Pengelola:

Pekerjaan : Program Insinas
Nomor Kontrak : 39/INS/PPK/E/E4/2017
Tanggal Kontrak : 26 Mei 2017
Nilai Kontrak : Rp. 138.000.000

tidak menyetor kembali sisa dana Program Insinas.

Demikian pernyataan ini kami buat dengan sebenar-benarnya.

Manado, November 2017

Ketua LPPM Unsrat



(Prof. Dr. Ir. Inneke F.M. Rumengan, M.Sc)
NIP. 195711051984032001