

PERFORMANCE SENSOR GAS NH₃ BERBASIS MATERIAL KOMPOSIT KITOSAN/PANI

Ima Lutfiana¹, Nugrahani Primary Putri²

^{1,2}Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya
Imalufiana@gmail.com

Abstrak

Komposit kitosan/PANi sebagai material sensor gas NH₃ berhasil disintesis dengan metode in-situ dengan bahan dasar kitosan dari cangkang kepiting (*brachyura*) dan anilin dengan kitosan berfungsi sebagai matriks dan PANi sebagai *filler*. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi fasa kitosan dan komposit kitosan/PANi yang disintesis dengan metode in-situ dengan variasi massa anilin sebesar 30% dan 40 %, juga untuk mengetahui morfologi komposit kitosan/PANi dan mengetahui *performance* sensor gas NH₃. Gugus fungsi kitosan dan komposit kitosan/PANi dapat diketahui dari hasil uji FTIR yang dicocokkan dengan penelitian sebelumnya. Morfologi komposit dapat diketahui dengan karakterisasi SEM yang menunjukkan morfologi berongga yang memudahkan interaksi material sensor dengan analit (NH₃). *Performance* sensor terbaik yaitu pada komposit KP4 dengan respon *time* sebesar 30 detik, efisien respon dengan sensitivitas sebesar 86,64% dan *recovery time* sebesar 70 detik.

Kata kunci : Komposit, Kitosan/PANi, sensor gas NH₃ dan sensitivitas.

Abstract

Composite chitosan/PANi as NH₃ gas sensor material has been successfully synthesized by the in-situ method from chitosan from crab shell (*brachyura*) and anilin, with Chitosan as the matrix and PANi as filler. The purpose of this research is to identification the phase chitosan and composite chitosan/ PANi by the in-situ method with variations of mass anilin which used were 30% and 40%, also to know the chitosan/PANi and to know the performance of gas sensors NH₃. Phase of chitosan and composites chitosan/PANi can be determined from the result FTIR characterization matched with previous research. Composite morphology can be determined by SEM characterization which shows hollow morphology which facilitates the interaction of sensor material with NH₃. The best sensor performance is composite KP4 which has a 30 second response time, efficient sensor response of 86,64% and recovery time 70 second.

Keywords : Composite, Kitosan/ PANi, NH₃ gas sensor, and sensitivity.

PENDAHULUAN

Bahaya kebocoran gas amonia dapat terjadi di sebuah industri yang dalam operasionalnya menggunakan gas NH₃ karena dapat membahayakan nyawa manusia. Gas NH₃ merupakan gas kaustik yang dapat merusak kesehatan. Kontak dengan gas amonia berkonsentrasi 700 ppm dapat menyebabkan iritasi saluran pernapasan, hidung, tenggorokan, kontak dengan mata dapat menyebabkan iritasi hingga kebutaan, kontak kulit dapat mengakibatkan luka bakar (*frosbite*) dan terpapar pada konsentrasi 5000 ppm dapat menyebabkan kematian [1]. Berdasarkan SNI (2005) waktu paparan terhadap gas amonia yaitu tidak lebih dari 8 jam sehari atau 40 jam seminggu. Oleh karena itu perlu adanya pemantauan kebocoran mengingat bahaya yang disebabkan gas amonia di tempat kerja yaitu sensor gas NH₃. Material yang memiliki *performance* sensor yang baik terhadap gas NH₃, salah satunya adalah *cryogel* berpori yang disintesis dari polimer alami yaitu kitosan yang diperoleh dari kitin cangkang kepiting (*brachyura*). Kitosan merupakan *cryogel* berpori yang memiliki luas permukaan yang besar dan memiliki kapasitas imobilisasi yang tinggi yang sudah terbukti memiliki karakteristik

transfer yang sangat baik, sehingga sangat baik digunakan sebagai material sensor. Polimer konduktif PANi sudah banyak dikembangkan sebagai material sensor selama beberapa dekade terakhir, karena PANi memiliki kemampuan mentransfer muatan listrik secara efisien, bersifat konduktif, respon waktu yang cepat dan stabilitas penyimpanan serta operasional yang tinggi [2]. Polianilin memiliki sifat *semi-flexible rod-like* yaitu sifat fleksibilitas terhadap bahan kimia yang dapat mengelilingi jaringan nitrogen amina untuk mengikat analit seperti gas NH₃ [3]. Sifat tersebut mengakibatkan afinitas PANi sangat tinggi terhadap amonia. *Performance* sensor yang diukur pada penelitian ini mengacu pada penelitian [4] dan [5]. Pada penelitian [5] komposit kitosan/PANi dideposisi pada *Quartz crystal mircobalance* (QCM) sebagai material sensor uap alkohol diantaranya yaitu, *methylamine*, *dimethylamine* dan *ethyl alcohol*. Kemudian diperoleh sensitivitas tertinggi sebesar 99,6 % pada gas *dimethylamine*. Pengukuran sensor yang dilapiskan pada QCM diukur berdasarkan perubahan massa sedangkan pengukuran yang dilapiskan pada *thick film* diukur berdasarkan perubahan resistansi yang terukur. Pada penelitian yang

telah dilakukan, kitosan yang tidak bersifat konduktif perlu dikompositkan dengan polimer konduktif salah satunya PANi agar ketika dilapiskan pada *thick film* dapat terukur perubahan resistansinya. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan [5] dan [6] komposit kitosan/PANi telah dimanfaatkan sebagai biosensor dan disintesis dengan metode in-situ. Sintesis komposit kitosan/PANi dengan metode in-situ, kitosan berfungsi sebagai matriks dan PANi sebagai *filler*. Kemudian komposit kitosan/PANi dilapiskan pada PCB dan diukur perubahan resistansinya selama terpapar gas NH₃ menggunakan multimeter selama selang waktu tertentu. Kemudian dihitung sensitivitasnya dari hasil resistansi yang terukur menggunakan persamaan 2.1. Berdasarkan grafik perubahan sensitivitasnya terhadap lama waktu paparan. Mengacu pada penelitian Khuspe [4] dan [5] *performance* sensor yang diukur pada penelitian ini yaitu respon *time*, efisien respon (sensitivitas tertinggi) dan *recovery time*.

METODE

2.1 material

Bahan yang digunakan untuk mensintesis komposit kitosan PANi dengan metode in-situ yaitu (NH₄)₂S₂O₈, monomer Anilin, HCL, aquades, aquademin, kitosan, aseton, CH₃COOH, NaOH.

2.2 preparasi sampel

Pada penelitian ini sintesis komposit kitosan/PANi menggunakan variasi massa anilin yaitu sebesar 30% dan 40%. Proses preparasi dilakukan dengan menambahkan 0,5 gr kitosan kedalam 100 ml asam asetat (2 Wt%) kemudian ditambahkan dengan anilin yang dilarutkan dalam 100 ml HCL (1M) di *stiring* dengan menggunakan ice bath dengan suhu 5 ° C selama 1 jam. Larutan yang terbentuk kemudian ditambahkan dengan APS 0,876 gram yang telah dilarutkan dalam 25 ml HCL (1M). Kemudian di *stiring* dalam suhu ruang selama 3 jam. larutan yang terbentuk kemudian dilakukan proses netralisasi dengan NaOH (1M). Kemudian dilakukan proses sentifuge untuk memisahkan filtrat dan larutan. Filtrat kemudian diultrasonikasi dengan frekuensi 37 KHz. Kemudian komposit kitosan/PANi dengan variasi massa anilin 30% dan 40% dilapiskan pada *thick film* gas sensor untuk diukur sensitivitasnya menggunakan multimeter dan dianalisa *performance* nya sebagai material sensor. Pada penelitian ini untuk memudahkan pembahasan nama komposit kitosan/30%PANi diberi nama KP3 dan kitosan/40%PANi diberi nama KP4.

2.3 karakterisasi sampel

Komposit kitosan/PANi kemudian hasil sintesis kemudian dikarakterisasi FTIR (*Shimadzu*) pada rentang

wavenumber 400 cm⁻¹ sampai 4000 cm⁻¹, untuk mengetahui gugus fungsi kemudian hasil FTIR akan dibandingkan dengan datasheet pola serapan gugus fungsi dengan penelitian terdahulu. Sedangkan untuk mengukur *performance* sensor digunakan multimeter digital untuk mengukur perubahan resistansi ketika lapisan *thick film* terpapar gas NH₃. Hasil resistansi yang terukur dihitung sensitivitasnya menggunakan persamaan:

$$S \% = \frac{R_0 - R_g}{R_0} \times 100 \% \quad (2.1)$$

S = sensitivitas (%)

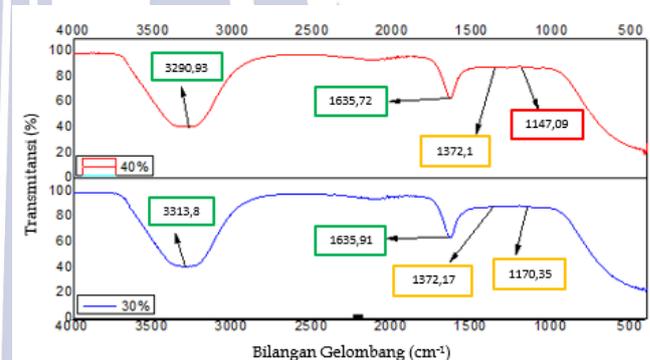
R_g = Resistansi akhir ketika sudah dikenai analit (Ω)

R₀ = Resistansi sebelum dikenai analit di udara (Ω)

Komposit dengan *performance* terbaik kemudian diuji SEM untuk mengetahui morfologinya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Analisa Hasil FTIR



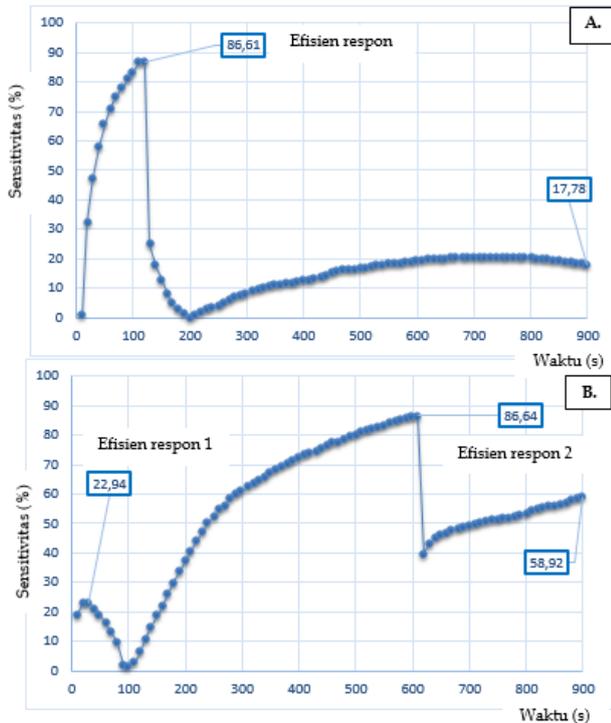
Gambar 3.1. Hasil Uji FTIR komposit kitosan/PANi dengan komposisi massa anilin 30% dan 40%.

Gambar 3.1 menunjukkan hasil FTIR komposit kitosan/PANi yang memiliki gugus fungsi secara keseluruhan yakni ikatan -NH₂ yang terbentuk menunjukkan terjadi gaya elektrostatis pada ikatan hidrogen yang menjadi penyebab PANi dan kitosan berikatan. Gugus fungsi yang menunjukkan kitosan dan PANi terkomposit yaitu pada bilangan gelombang 1148,94 cm⁻¹ yaitu ikatan C-H *in plane bending*, dan interaksi dipol antar molekul kitosan dan PANi yang sesuai dengan penelitian [5]. Pada komposit teridentifikasi gugus fungsi kitosan yaitu gugus hidroksil, asam karboksilat dan amida, serta gugus fungsi PANi yaitu C-H *stretching* dan C=N *stretching*.

3.2 Performance sensor gas berbasis material komposit kitosan/30%PANi dan kitosan/40%PANi

Pada komposit KP3 dan KP4 lama waktu paparan sebesar 900 detik dan diukur dengan kelipatan 10 detik. Pada Gambar 3.2 (a) Grafik ini menunjukkan

respon *time* komposit KP3 sebesar 120 detik, kemudian mengalami efisien respon pada 120 detik dengan nilai sensitivitas 8,611 %. Setelah itu sensor akan mengalami *recovery time* selama 80 detik. Sensor setelah mengalami *recovery time* akan mengalami saturasi. Saturasi adalah keadaan jenuh untuk menyerap analit sehingga tidak mengalami kenaikan sensitivitas dan terjadi pada posisi gas *off* atau sensor sudah tidak terpapar analit NH₃.



Gambar 3.2 Grafik sensitivitas berbasis material Komposit (a) kitosan/30% PANi dan (b) kitosan/40% PANi.

Pada Gambar 3.2 (b) menunjukkan performa sensor komposit KP4 yang mengalami dua siklus. Siklus pertama sensor mengalami respon *time* sebesar 30 detik kemudian mengalami efisien respon pada waktu 30 detik dengan nilai sensitivitas 22,944% kemudian mengalami *recovery time* sebesar 70 detik. Kemudian mengalami siklus kedua dengan mengalami respon *time* kembali dengan waktu sebesar 510 detik kemudian mengalami efisien respon pada detik ke 610 detik dengan nilai sensitivitas sebesar 86,636%. Setelah itu mengalami *recovery time* 10 selama detik. Pada komposit KP4 yang mengalami dua siklus hal ini bisa diakibatkan karena temperatur operasi yang tidak sesuai dengan material sensor. Komposit kitosan/PANi pada penelitian [5] memiliki temperatur operasional ideal pada suhu 20-40°C sementara pada penelitian ini dilakukan pada suhu ruang karena keterbatasan alat. Besarnya Ppm yang terlalu kecil sebesar 20 Ppm juga mempengaruhi kinerja sensor merespon perbedaan analit.

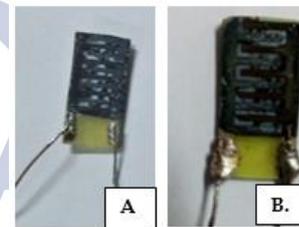
Pada penelitian ini setelah mengalami *recovery time* sensor masih mengalami kenaikan sensitivitas yang diakibatkan keterbatasan alat. Saat pengamatan 900 detik sensor masih diukur sehingga masih mengalami kenaikan sensitivitas namun relatif kecil karena kondisinya sudah jenuh. Jika dalam posisi gas *off* atau sensor sudah tidak terpapar analit gas NH₃ maka sensor akan kembali ke keadaan semula karena sudah melepaskan analit dan memiliki sensitivitas mendekati nilai sensitivitas sejak awal terpapar.

Berdasarkan analisis secara kuantitatif dapat disimpulkan bahwa sensor dengan *performance* terbaik yaitu pada komposit KP4 dengan respon *time* dan *recovery time* sensor yang relatif cepat dan nilai efisien respon dengan sensitivitas yang besar. Berikut pada Tabel 3.1 menunjukkan *performance* sensor gas berbasis material komposit KP3 dan komposit KP4.

Tabel 3.1 Performance sensor komposit KP3 dan KP4

No	Sampel	Respon <i>time</i> (s)	Efisien Respon (%)	<i>Recovery time</i> (s)	Sensitivitas saat 900 s (%)
1	KP3	120	86,61	80	17,781
2	KP4	(1). 30	(1). 22,94	(1). 70	59,486
		(2). 510	(2). 86,64	(2). 10	

Berikut adalah gambar lapisan tipis kitosan yang sudah terpapar gas NH₃ permukaannya mengelupas pada komposit kitosan/PANi. Sementara pada kitosan terdapat gumpalan berwarna hijau kebiruan yang menunjukkan interaksi kitosan dengan gas NH₃ yang terperangkap karena kitosan merupakan material yang memiliki absorpsi yang baik.



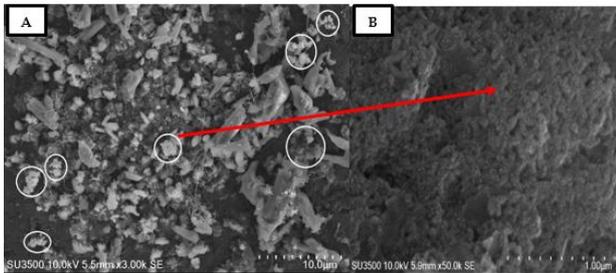
Gambar 3.3 lapisan thick film gas sensor (a). kitosan/30% PANi dan (b). kitosan/40% PANi.

3.3 analisa hasil Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) digunakan untuk menganalisa morfologi permukaan komposit KP4 yang memiliki *performance* sensor terbaik. Pengujian sampel dilakukan di BPTA LIPI Yogyakarta. Pengujian sampel dilakukan dengan *dicoating* pada permukaan karbon kemudian dianalisa permukaannya.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan [7] polimer konduktif PANi memiliki struktur morfologi menggumpal seperti bunga karang. Berdasarkan penelitian yang dilakukan [5] kitosan memiliki

permukaan yang datar dan homogen. Kitosan berperan sebagai matriks dan PANi yang berperan sebagai *filler* ketika dikompositkan akan terbentuk struktur yang menggumpal seperti bunga karang yang ditunjukkan Gambar 3.4 (a) pada perbesaran 3000 kali dengan jarak pengamatan 10 μm. Gambar 3.4 (a) juga menunjukkan komposit yang terbentuk tidak terkomposit sempurna masih terdapat PANi yang berbentuk serat serta berbentuk persegi memanjang dan kitosan yang berbentuk gumpalan.



Gambar 3.4 (a) Morfologi permukaan komposit KP4 dengan perbesaran 3000 kali dan **(b)** Morfologi permukaan komposit KP4 dengan perbesaran 50.000 kali

Hal tersebut dikarenakan saat proses pembuatan komposit terjadi gaya kohesi dan adhesi antara matriks dan *filler*. Gaya tersebut adalah gaya *interlocking* yaitu ikatan yang terjadi karena kekasaran bentuk partikel antara kitosan dan anilin selama proses sintesis yaitu pada saat proses *stirring* dan penggunaan media *icebath* selama 1 jam dengan suhu 5°C, kemudian dilanjutkan dengan proses *stirring* selama 4 jam pada suhu ruang dan ultrasonikasi selama 20 menit dengan frekuensi 37 KHz, sehingga menghasilkan komposit yang teraglomerasi (menggumpal) seperti yang ditunjukkan Gambar 4.6 (a). Serta masih terdapat PANi yang berbentuk memanjang dan kitosan yang Gambar 3.4 (a) jika diperbesar dengan perbesaran 5000 kali dengan jarak pengamatan 1 μm memiliki morfologi seperti yang ditunjukkan Gambar 3.4 (b) yaitu komposit memiliki morfologi permukaan yang berongga seperti ruang kosong yang menunjukkan PANi dan kitosan membentuk komposit yang saling terhubung, sehingga memudahkan interaksinya dengan analit yaitu gas NH₃.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil FTIR komposit kitosan/PANi sudah teridentifikasi gugus fungsi kitosan dan PANi. Gugus fungsi yang menunjukkan kitosan dan PANi terkomposit yaitu pada bilangan gelombang 1148,94 cm⁻¹ yaitu ikatan C-H *in plane bending*. *Performance* sensor terbaik diidentifikasi dari nilai *respon time* dan *recovery time* yang cepat dan efisien respon dengan sensitivitas yang tinggi yaitu pada material sensor komposit KP4 yang terjadi pada siklus pertama yaitu dengan nilai *respon time* sebesar 30 detik, efisien respon terbaik dengan

sensitivitas sebesar 86,64% pada siklus kedua dan *recovery time* sebesar 70 detik. Berdasarkan hasil uji *Scanning Electron Microscope* (SEM) morfologi KP4 memiliki struktur menggumpal seperti bunga karang dengan permukaan berongga yang saling terhubung.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] K. v. D. R. O. W. A. v. d. B. B.H.Timmer, "Miniaturized measurement system fro ammonia in air," *Analytica chimica Acta*, p. 138, 2003.
- [2] N. G. Y. S. M. Naveen, "Applications of conducting polymer composites to electrochemical sensors: A review," *Applied Materials Today*, vol. 9, p. 420, 2017.
- [3] A. B. M. L. C. T. E.M. Genies, "Polyaniline a historical survey," *synthetic metals*, p. 140, 1990.
- [4] D. B. S. s. V. P. G.D. Khuspe, "Fussy nanofibrous network of polyaniline (PANi) for NH₃ detection," *Sythetic metal*, pp. 1825-1827, 2012.
- [5] N. A. S. I. M. M. W. A. A. Mohammad M. Ayad, "Chitosan/polyaniline nanofibers coating on the quartz crystal microbalance electrode for gas sensing," *Sensor and Actuators B : chemical*, pp. 145-148, 2104.
- [6] A. N. P. K. W. L. P. T. Amin fatoni, "A Conductive Porous Structured Chitosan-grafted Polyaniline Cryogel for use as a Sialic Acid Biosensor," *Electrochimica acta*, p. 297, 2014.
- [7] A. J. S. Tariq S. Najim, "Polyaniline nanofibers and nanocomposites Preparation, Characterization, and application for Cr(VI) and phosphate ions removal from aqueous solution," *Arabian journal of Chemistry*, p. 4, 2014.