

LAPORAN TEKNIS 2015

25/AIR 4/OT 02 02/01/2016

**DATA RISET PEMBUATAN
BIOERANOL DAN MEMBRAN ELEKTROLIT**

Ambyah Suliwarno dan Ajat Sudradjat



**PUSAT APLIKASI ISOTOP DAN RADIASI
BADAN TENAGA NUKLIR NASIONAL
2016**

LAPORAN TEKNIS 2015

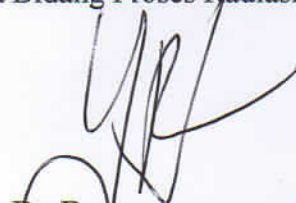
25/AIR 4/OT 02 02/01/2016

DATA RISET PEMBUATAN
BIOERANOL DAN MEMBRAN ELEKTROLIT

Ambyah Suliwarno dan Ajat Sudradjat

Mengetahui/Menyetujui

Kepala Bidang Proses Radiasi



Dr. Darmawan
NIP. 1910108 198803 1 002

Kepala Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi



Dr. Hendig Winarno, M.Sc ✓
NIP. 19600524 198801 1 001

Abstrak

Telah dilakukan iradiasi film ETFE pada kondisi *swelling* dengan sinar-gamma dengan dosis 25 kGy, yang diikuti kopolimerisasi cangkok (*grafting*) monomer stirena pada suhu 50°C, dengan hasil % grafting antara 42-57%. Film kopolimer cangkok ETFE-g-St kemudian disulfonasi dengan larutan asam klorosulfonat dalam dikloroetan pada suhu 50°C untuk mensintesis membrane elektrolit ETFE-g-St-SO₃H. Sifat morfologi dari foto SEM film ETFE-g-St pada luasan tampang lintang diduga terjadi penetrasi monomer stirena ke dalam matrik film ETFE, sehingga gugus -SO₃H akan mensubstitusi atom H pada stirena baik pada permukaan maupun dalam matrik film. Gugus-gugus -SO₃H dalam matrik akan membentuk *cluster-cluster* ion -OH⁺ sehingga membrane elektrolit ETFE-g-St-SO₃H berdaya hantar ion lebih besar. Karakterisasi dan aplikasi membrane elektrolit ETFE-g-St-SO₃H untuk Fuel Cell sedang dalam proses pengujian pada peralatan *Gas Diffusion Layer* di laboratorium fisika polimer, Pusat Penelitian Fisika-LIPI Bandung.

PENDAHULUAN

Membran ETFE-g-St-SO₃H dari hasil penelitian sebelumnya telah dilakukan uji fungsi dengan cara *rolling* pada *Gas Diffusion Layer* (GDL) yang dilakukan pada laboratorium fisika polimer P2F-LIPI Bandung. Tahapan berikutnya dilakukan pengukuran pada *open circuit*, dan diperoleh voltage sebesar 1,0 volt, yang berarti membrane dalam kondisi yang cukup baik, karena secara teoritis voltasenya 1,2 volt. Kemudian pada saat diberi beban tidak terjadi tegangan, hal ini diduga kurangnya gugus ion aktif (*ionic cluster*) karena proses sulfonasi hanya terjadi pada permukaan film membrane. Untuk itu akan dilakukan proses sulfonasi pada saat film tergrafting *swelling* (mengembang), sehingga gugus-SO₃H dapat masuk ke dalam matrik film ETFE. Menurut Emily M.W. Tsang ^[1], persyaratan membran penukar proton (PEM) untuk aplikasinya di dalam *fuel cell* adalah konduktivitas proton yang tinggi, mempunyai daya tahan terhadap efek kimia, kekuatan fisik yang baik, permeabilitas gas yang rendah, serta bersifat penghantar air yang besar.

METODE PENELITIAN

1. Alat dan Bahan

Peralatan

Pada penelitian ini menggunakan beberapa peralatan yaitu; irradiator sinar gamma IRKA dari sumber Co-60, tabung tertutup dengan diameter 3 cm, botol reagen kapasitas 100 ml, timbangan analitis, lemari asam, penangas air, thermometer, botol reagen 100 ml.

Bahan

Sebagai bahan utama dari percobaan ini adalah film ETFE dengan ketebalan 25 dan 50 µm, monomer stirena, larutan NaOH, asam klorosulfonat, 1,2 dikloroetan, gas nitrogen, air suling, kertas pH universal, kertas tisu dan sebagainya.

2. Pelaksanaan penelitian

a. Lokasi : PAIR-BATAN

Penelitian dimulai dengan penimbangan film ETFE ketebalan 25 dan 50 μm , dengan ukuran 5cm \times 5cm, direndam toluen ($\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_3$) semalam hingga *swelling* dalam tabung bertutup (Gambar 1), kemudian diradiasi sinar-gamma dari iradiator IRKA dengan dosis 25 kGy. Sampel iradiasi kemudian dilakukan pencangkakan dengan stirena dimediasi dengan gas nitrogen, pada 50°C selama 5 jam (Gambar 2), selanjutnya hasil kopolimer (ETFE-g-St) dihitung derajat kopolimerisasi (*degree of grafting/DOG*).

Sampel kopolimer (ETFE-g-St) dilanjutkan dengan proses sulfonasi, yaitu substitusi atom H pada gugs metilen dari stirena dengan gugus $\text{-SO}_3\text{H}$, menggunakan reagen asam klorosulfonat dalam 1,2 dikloroetana (2 : 8 pada v/v) pada suhu 50°C selama 5 jam. Sampel tersulfonasi (ETFE-g-St- SO_3H) yang bersifat elektrolit

b. Lokasi P2F LIPI Puspiptek Serpong.

Sampel kopolimer (ETFE-g-St) dilakukan analisis sifat morfologinya dengan Scanning Electron Microscope untuk melihat struktur tampak lintangnya.

c. Lokasi P2F LIPI, Cisitu Bandung.

Samel film membran (ETFE-g-St- SO_3H) dibuat MEA (*membrane electrode assembly*). Permukaan membrane diberi larutan nafion hingga setengah kering seluas area, yang kemudian ditempelkan pada electrode difusi gas (*gas diffusion electrode /GDE*), dan membrane di *roll* pada suhu 120°C dan diukur *open circuit voltage* nya. Setelah pengukuran arus, GDE diberi beban dan diamati fenomena aliran listriknya.



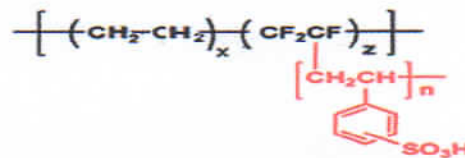
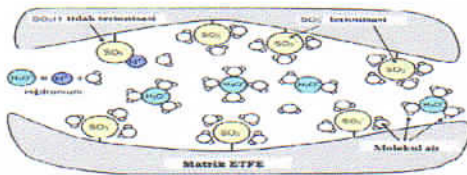
Gambar 1. Sampel film ETFE terendam dalam toluen untuk iradiasi



Gambar 2. Sampel film ETFE iradiasi dilakukan kopolimerisasi cangkok dengan stirena

HASIL DAN PEMBAHASAN

Diperoleh persen kopolimerisasi/*degre of grafting* (DOG) dari proses kopolimerisasi stirena pada film ETFE *swelling* antara 42 – 57 %, sementara DOG untuk non-*swelling* rata-rata berkisar 24-32 %. Hasil ini sesuai dengan apa yang dinyatakan oleh Adriana Napoleão Gerales,^[2] bahwa pelarut toluen sangat kuat pengaruhnya terhadap reaktivitas film ETFE, sehingga memungkinkan dengan cepat terjadinya kopolimerisasi. Di sisi lain metode grafting iradiasi adalah salah satu pilihan yang tepat untuk modifikasi material yang berbentuk solid misalnya seperti film dan silindris. Nasef M. Mahout^[3], menyatakan bahwa efek iradiasi film ETFE akan reaktif terhadap beberapa monomer, sehingga kopolimerisasi cangkok (*backbone side graft*) akan berlangsung secara lancar dan sukses melalui rangkaian tahapan inisiasi, propagasi dan terminasi, sehingga diperoleh DOG yang besar. Adanya pencangkokan stirena dalam matrik ETFE yang tersulfonasi akan mudah membentuk gugus-gugus (*cluster*) $-SO_3H$ yang secara bersinambungan yang berfungsi sebagai penghantar atau pelaku pada proses pertukaran kation (H^+), yang diilustrasikan pada Gambar 3a berikut^[4]. Kapaitas penukar ion (mmol/mg) material merupakan fungsi dari DOG yang tersulfonasi^[5], yang tergambar pada gambar 3b.



Gambar 3a Ilustrasi mekanisme gugus-gugus $-SO_3H$ sebagai penukar ion H^+ , dengan membentuk ion hidronium H_3O^+ , akibat adanya air.

Gambar 3b. Posisi rantai grafting dalam struktur kimia dari ETFE-g-St^[6].

Dalam Gambar 4b, SEM dari ETFE-g-St terlihat adanya fibril fibril mikro dengan berpori kecil, merupakan bentuk dari gugus stirena, yang lebih dominan akibat pengaruh pelarut toluen, Sementara di sisi lain terlihat adanya kekasaran permukaan yang diduga akibat proses radiasi sinar gamma^[4].



Gambar 4a Fotograp SEM film ETFE



Gambar 4b Fotograp SEM film ETFE-g-St.

KESIMPULAN

Proses kopolimerisasi cangkok iradiasi stirena terhadap film ETFE, dengan hasil hasil DOG mencapai 42-57 %, yang disertai sifat sifid dan morfologi ETFE-g-St, kemudian dilakukan sulfonasi diperoleh material ETFE-g-St-SO₃H yang dapat berfungsi secara optimum sebagai membrane penukar ion

DAFTAR PUSTAKA

1. Emily M.W. Tsang., et.al., Nanostructure, Morphology, and Properties of Fluorous Copolymers Bearing Ionic Grafts, **Macromolecules**, American Chemical Society, 2009, 42 (2), 9467-9480
2. Adriana Napoleão Gerales, et.al., Solvent effect on post-irradiation grafting of styrene onto poly(ethylene-alt-tetrafluoroethylene) (ETFE) films, **Radiation Physics and Chemistry**, 2013, 84, 205-209.
3. Nasef M. Mahout and Hagezy El-Sayed A., Preparation and application of ion exchange membranes by radiation-induced graft copolymerization of polar monomer onto non-polar films, **Progress in Polymers Science**, Elsevier, 2004
4. Roswitha Zeis, Materials and characterization techniques for high-temperature polymer electrolyte membrane fuel cells, **Beilstein J. Nanotechnol.** 2015, 6, 68–83.
5. Suliwarno A., Preparation of Sulfonated Poly (ethylene-co-tetrafluoroethylene-graft-styrene) Based Polymer Electrolyte Membranes for Fuel Cell by using Gamma Irradiation Technique, **Atom Indonesia**, 2012, 38 (1), 1 - 6
6. Abdel Hady E. E, et al., Preparation and Characterization of Commercial polyethyleneterephthalate Membrane For Fuel Cells Application, **Journal of Membrane Science & Technology**. 2013, 3, 2-8.
7. Abdel-Hady E.E, et al. Grafting of Styrene onto Commercial PTFE Membrane and Sulfonation for Possible Use in Fuel Cell, **Journal of Membrane Science & Technology**, 2011, 1,3