



**TUGAS AKHIR - MM091381**  
**STUDI WAKTU REAKSI SULFONASI POLISTIREN**  
**TERHADAP KONDUKTIVITAS PROTON DAN KEKUATAN**  
**TARIK POLISTIREN UNTUK MEMBRAN PADA SEL**  
**BAHAN BAKAR *Polymer Electrolyte Membrane Fuel***  
***Cell* (PEMFC)**

**MUHAMMAD HILMY FARIQI**  
**NRP. 2710 100 002**

**Dosen Pembimbing**  
**Dr.Eng. Hosta Ardhyananta. ST., M.Sc**

**Jurusan Teknik Material dan Metalurgi**  
**Fakultas Teknologi Industri**  
**Institut Teknologi Sepuluh Nopember**  
**Surabaya**  
**2014**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*



**FINAL PROJECT - MM091381**  
***STUDY SULFONATION REACTION TIME OF***  
***POLYSTYRENE ON DELIVER PROTON AND TENSILE***  
***STRENGTH FOR MEMBRANE FUEL CELL Polymer***  
***Electrolyte Membrane Fuel Cell (PEMFC)***

**MUHAMMAD HILMY FARIQI**  
**NRP. 2710 100 002**

**Advisor**  
**Dr.Eng. Hosta Ardhyanta. ST., M.Sc**

**Materials and Metallurgical Engineering Dept.**  
**Faculty of Industrial Technology**  
**Sepuluh Nopember Institute of Technology**  
**Surabaya**  
**2014**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

**STUDI WAKTU REAKSI SULFONASI POLISTIREN  
TERHADAP KONDUKTIFITAS PROTON DAN  
KEKUATAN TARIK POLISTIREN UNTUK MEMBRAN  
PADA SEL BAHAN BAKAR *Polymer Electrolyte Membrane*  
*Fuel Cell (PEMFC)***

**TUGAS AKHIR**

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik pada  
Bidang Studi Material Inovatif  
Program Studi S-1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

**MUHAMMAD HILMY FARIQI**

**NRP. 2710 100 002**

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

Dr. Hosta Ardhyanta, ST, M.Sc ..... (Pembimbing)



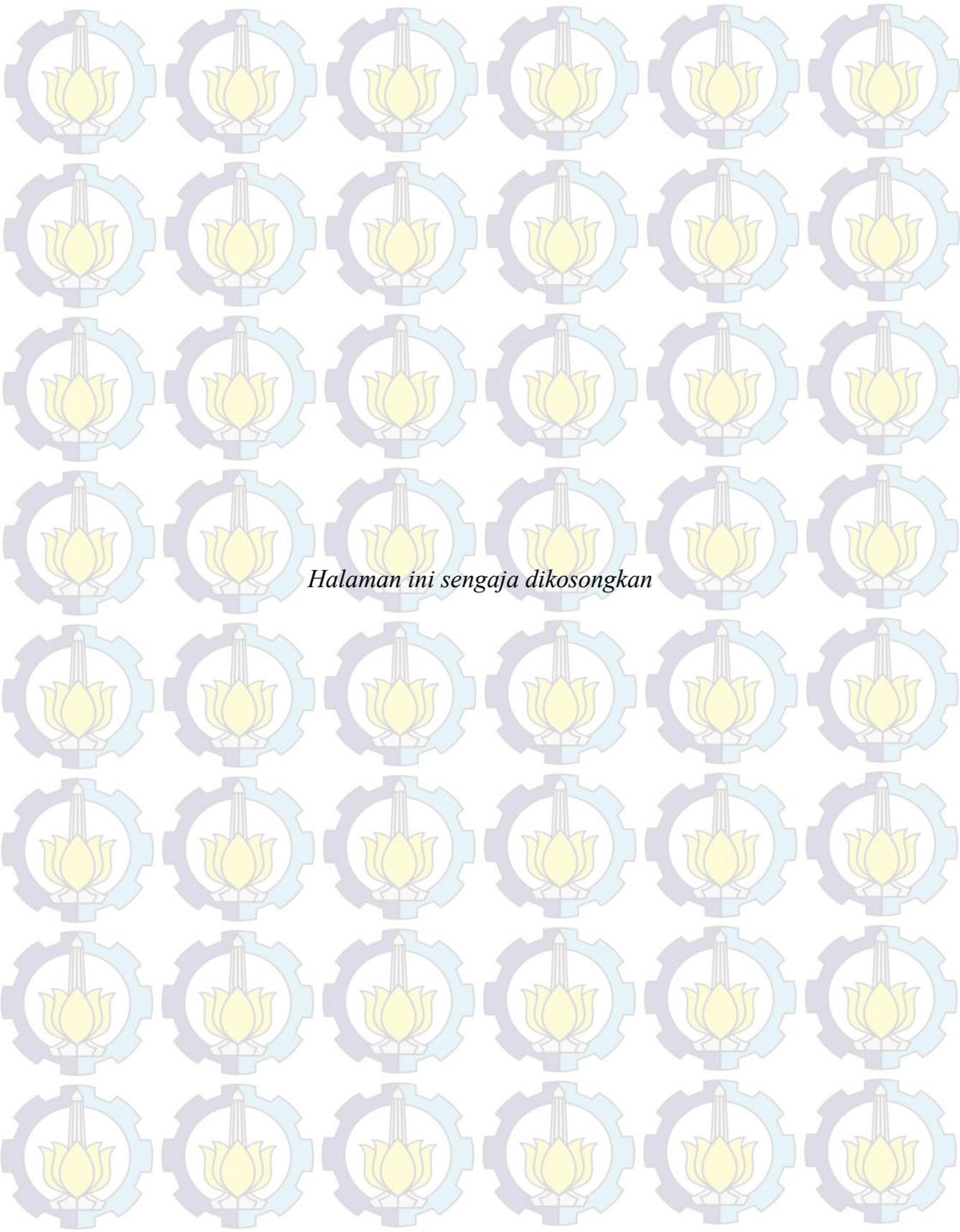
**STUDI WAKTU REAKSI SULFONASI POLISTIREN  
TERHADAP KONDUKTIFITAS PROTON DAN  
KEKUATAN TARIK POLISTIREN UNTUK  
MEMBRAN PADA SEL BAHAN BAKAR *Polymer  
Electrolyte Membrane Fuel Cell* (PEMFC)**

**Nama Mahasiswa : Muhammad Hilmy Fariqi**  
**NRP : 2710 100 002**  
**Dosen Pembimbing : Dr. Hosta Ardhyananta, ST., M.Sc**

**Abstrak**

*Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell* (PEMFC) adalah jenis sel bahan bakar yang banyak digunakan. PEMFC bekerja menggunakan elektrokimia yang menghasilkan listrik dan membuang air. Membran polimer merupakan komponen penting yang terjadi reaksi hantaran proton. Dalam penelitian ini difokuskan pada lama waktu reaksi sulfonasi terhadap polimer polistiren menggunakan agen sulfonasi *Acetyl Sulfat* dengan metode solution casting (tuang). Sulfonasi adalah penambahan unsur  $\text{SO}_3\text{H}$  pada polistiren yang akan membantu proses transfer proton pada membran. Penambahan gugus sulfonat dan lama waktu reaksi dapat meningkatkan kekuatan tarik, modulus young dan elongation membran sulfonat polistiren. Kekuatan tarik tertinggi terdapat pada membran SPS 1 yaitu 40 MPa. Stabilitas termal paling baik ditunjukkan oleh membran SPS 3 dengan berat sisa pada temperatur 600 °C adalah 37,4%. Konduktifitas proton paling baik ditunjukkan pada membran SPS 1 yaitu 0,0393 S/cm.

**Kata kunci :** *1,2 dichloroethane, konduktifitas proton, PEMFC, polistiren, sulfonasi.*



*Halaman ini sengaja dikosongkan*

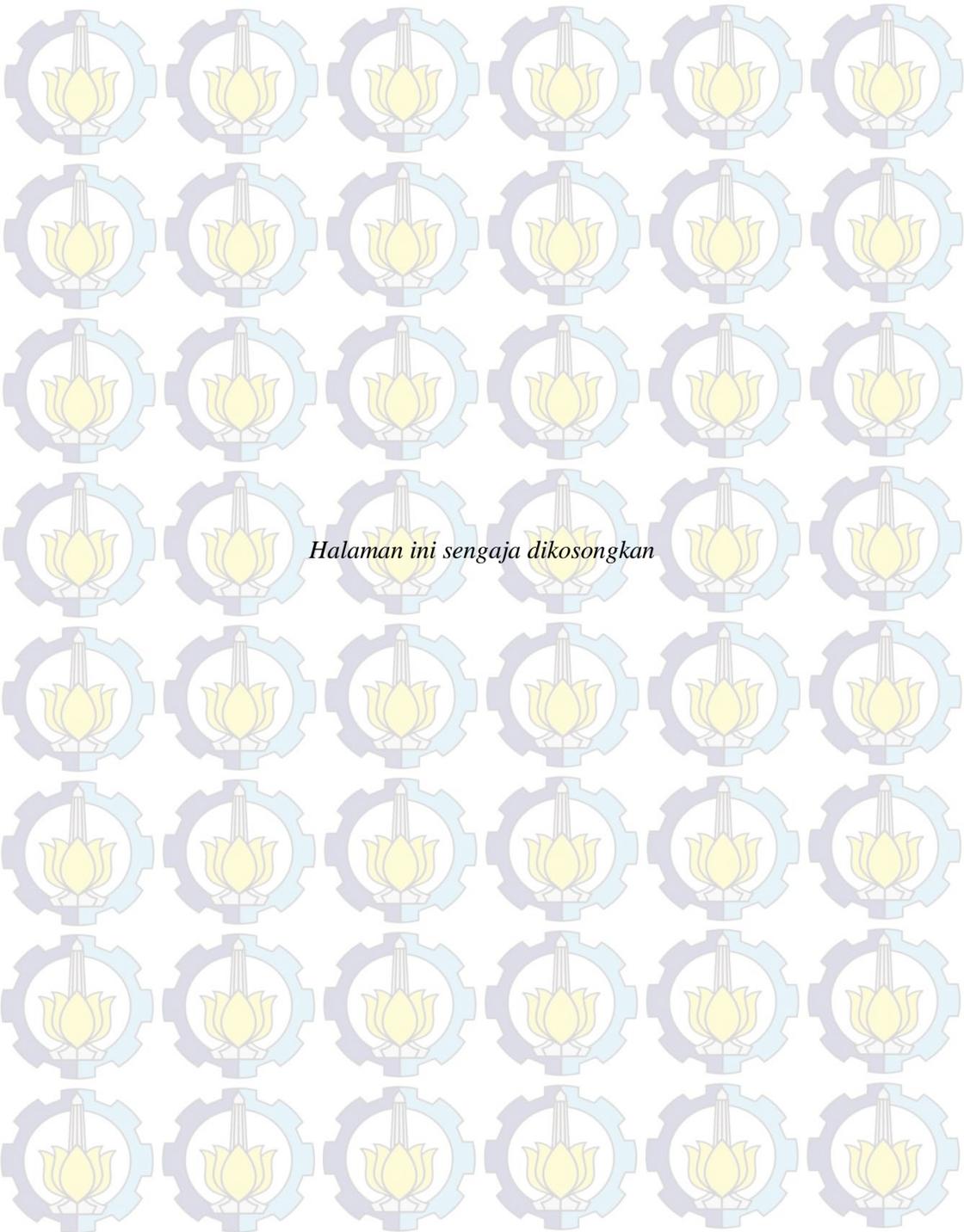
**STUDY SULFONATION REACTION TIME OF  
POLYSTYRENE ON DELIVER PROTON AND TENSILE  
STRENGTH FOR MEMBRANE FUEL CELL Polymer  
Electrolyte Membrane Fuel Cell (PEMFC)**

**Name** : Muhammad Hilmy Fariqi  
**NRP** : 2710 100 002  
**Lecture** : Dr. Hosta Ardhyananta, ST., M.Sc

**Abstract**

*Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell (PEMFC) is very popular type of fuel cell and has been widely used in industry. Mechanism of PEMFC uses electrochemical reaction. Polymer membrane is important component of the proton conductivity reaction. Fuelcell use electrochemical mechanism to product electricity. This study, was focused on a sulfonation reaction time of polystyrene using sulfonation agent Acetyl Sulfate. Sulfonation is the addition of  $SO_3H$  group to polystyrene that will be assist the proton transfer process in membrane. The addition of sulfonate groups and a time reaction increased the tensile strength, young's modulus and elongation of polystyrene sulfonate membrane. The optimum tensile strength in the membrane SPS 1 was 40 MPa. Best of thermal stability demonstrated by membrane SPS 3 with residual weight at temperature  $600\text{ }^{\circ}C$  was 37,4 %. Best of proton conductivity shown in the membrane SPS 1 was 0,0393 S/cm.*

**Keywords** : polystyren, sulfonate, 1,2 dichloroethane, proton conductivity, PEMFC.



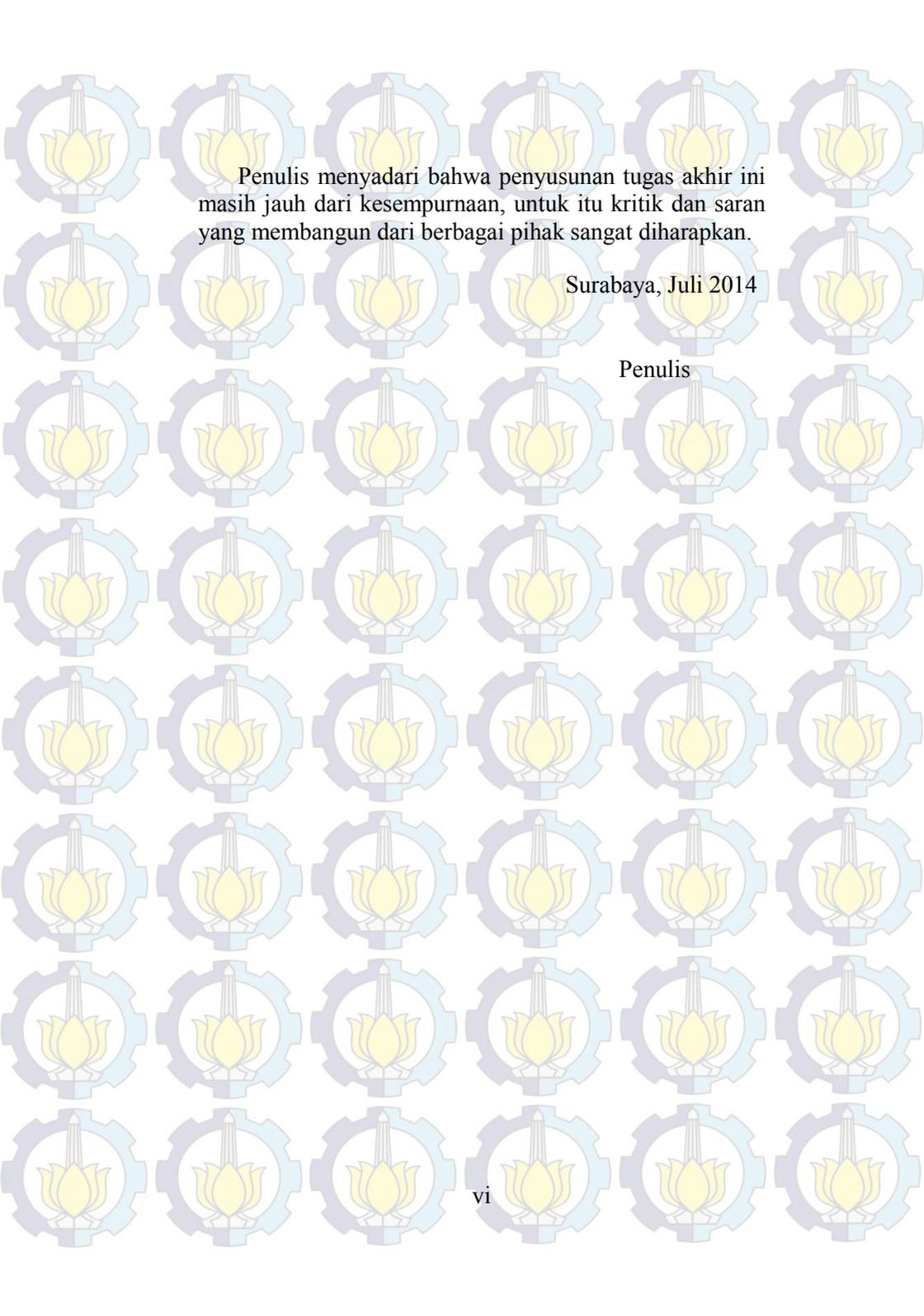
*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala anugerah dan petunjuk-Nya, penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir yang berjudul : **“STUDI WAKTU REAKSI SULFONASI POLISTIREN TERHADAP KONDUKTIFITAS PROTON DAN KEKUATAN TARIK POLISTIREN UNTUK MEMBRAN PADA SEL BAHAN BAKAR PEMFC”** Tugas akhir ini disusun untuk memenuhi syarat dalam memperoleh gelar Sarjana Teknik (ST) Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar – besarnya kepada :

1. Kedua orang tua dan keluarga atas segala doa, dukungan moril dan materil, pengertian dan cinta yang telah diberikan selama ini;
2. Bapak Dr. Eng. Hosta Ardhyananta, S.T., M.Sc selaku dosen pembimbing Tugas Akhir;
3. Bapak Dr. Sungging Pintowantoro selaku Ketua Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI – ITS sekaligus dosen wali;
4. Dosen Tim Penguji seminar dan sidang serta seluruh dosen Teknik Material dan Metalurgi FTI – ITS
5. Seluruh Karyawan Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS yang telah banyak membantu dalam pengerjaan penelitian ini
6. Serta teman-teman MT12 yang bersama – sama dari awal menjadi mahasiswa hingga sampai sekarang dalam menyelesaikan pembuatan tugas akhir ini.



Penulis menyadari bahwa penyusunan tugas akhir ini masih jauh dari kesempurnaan, untuk itu kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak sangat diharapkan.

Surabaya, Juli 2014

Penulis



---

## DAFTAR ISI

<b>Halaman Judul</b>	i
<b>Lembar Pengesahan</b>	ii
<b>Abstrak</b>	iii
<b>Kata Pengantar</b>	v
<b>Daftar Isi</b>	vii
<b>Daftar Gambar</b>	x
<b>Daftar Tabel</b>	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Perumusan Masalah	3
I.3 Batasan Masalah	3
I.4 Tujuan Penelitian	3
I.5 Manfaat Penelitian	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
II.1 Sel Bahan Bakar	5
II.2 Membran penukar proton sel bahan bakar PEMFC	10
II.3 Desain Lapisan Katalis	15
II.4 Klasifikasi Material pada Sintesis Membran Penukar Proton	17
II.4.1 Membran Perfluorinated ionomer	17
II.4.2 Membran Non-Fluorinated Hydrocarbon	18
II.4.3 Membran dari Kompleks Asam Basa	19
II.5 Mekanisme Konduktivitas Proton	21
II.5.1 Mekanisme Loncatan Proton (Grothus mechanism)	21
II.5.2 Transfer Proton Melalui Media Air	21

---

II.6 Polistirena	23
II.7 Proses Pembuatan dan Penelitian Sebelumnya mengenai Sulfonat Polistirena	24
II.8 Proses Pembuatan Membran PEMFC	34

### **BAB III METODE PENELITIAN**

III.1 Diagram Alir Penelitian	37
III.2 Bahan	39
III.3 Peralatan	42
III.4 Langkah - langkah Penelitian	48
III.4.1 Proses Pembuatan Larutan Polistiren	48
III.4.2 Proses Pembuatan Reagen Sulfonasi	48
III.4.3 Proses Pembuatan Membran Sulfonat Polistiren	48
III.5 Pengujian	49
III.5.1 Pengujian Fouried Transform Infra Red (FTIR)	49
III.5.2 Pengujian <i>Tarik</i>	50
III.5.3 Pengujian <i>Thermo Gravimetric Analysis</i> (TGA)	52
III.5.4 Pengujian Kapasitas Penukar Ion (IEC)	53
III.5.5 Pengujian Konduktifitas Proton	54

### **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

IV.1 Preparasi Membran Sulfonat Polistiren (SPS)	61
IV.1.1 Preparasi Membran Polistiren (PS)	61
IV.1.2 Preparasi Agen Sulfonasi	62
IV.2 Studi FTIR	68
IV.3 Kekuatan Tarik	74
IV.4 Studi Termal	77
IV.5 IEC (Ion Exchange Capacity)	79

---

IV.6 Konduktifitas Proton	80
---------------------------	----

**BAB V KESIMPULAN DAN SARAN**

V.1 Kesimpulan	83
----------------	----

V.2 Saran	83
-----------	----

**DAFTAR PUSTAKA**

**LAMPIRAN**

**BIOGRAFI PENULIS**

*Halaman ini sengaja dikosongkan*



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema kerja sel bahan bakar PEM	5
Gambar 2.2 Struktur kimia polimer perfluorinasi sebagai membran elektrolit	13
Gambar 2.3 Skema preparasi membran Nafion	18
Gambar 2.4 Struktur kimia sintesis poli (sulfida keton)	19
Gambar 2.5 Struktur kimia dari polimer berbasis basa dan polimer berbasis asam	20
Gambar 2.6 Skema dari mekanisme loncatan proton	21
Gambar 2.7 Skema mekanisme kendaraan proton pada membran polimer	22
Gambar 2.8 Struktur kimia polistiren	24
Gambar 2.9 Struktur kimia hasil sulfonasi polistiren	25
Gambar 2.10 Hasil pengujian FTIR polistiren dan sulfonat polistiren	26
Gambar 2.11 Hasil pengujian FTIR sulfonat polistiren	28
Gambar 2.12 Hasil uji SEM dari penampang lintang berbagai jenis membran	29
Gambar 2.13 Hasil uji FTIR	31
Gambar 2.14 Hasil uji TGA	32
Gambar 2.15 Hasil uji DSC	33
Gambar 2.16 Struktur rantai polimer yang dibuat dengan metode yang berbeda	34
Gambar 3.1 Pelet polistiren	39
Gambar 3.2 Acetic anhydride	39
Gambar 3.3 Asam sulfat	40
Gambar 3.4 1,2 dichloroethane	40
Gambar 3.5 Aquades	41
Gambar 3.6 HCl	41
Gambar 3.7 NaOH	42
Gambar 3.8 Indikator PP	42

Gambar 3.9 Methanol	43
Gambar 3.10 Neraca analitik	43
Gambar 3.11 Mikrometer sekrup	44
Gambar 3.12 Pipet	44
Gambar 3.13 Hotplate	45
Gambar 3.14 Masker	45
Gambar 3.15 Gelas beaker	46
Gambar 3.16 Aluminium Foil	46
Gambar 3.17 Cetakan kaca	46
Gambar 3.18 Alat uji termal	47
Gambar 3.19 Alat uji FTIR	47
Gambar 3.20 Alat uji konduktifitas proton	48
Gambar 3.21 Alat uji tarik	48
Gambar 3.22 Skema mesin FTIR	51
Gambar 3.23 Spesimen uji tarik (ASTM D638M)	52
Gambar 3.24 Alat pengujian TGA	54
Gambar 3.25 Grafik hasil pengujian EIS	56
Gambar 3.26 Aturan nyquist	57
Gambar 3.27 Skema instalasi alat dan spsimen dalam uji impedansi	58
Gambar 4.1 Fotograf proses pelarutan	60
Gambar 4.2 Preparasi agen sulfonasi asetil sulfat	61
Gambar 4.3 Reaksi kimia sintesis agen sulfonasi asetil sulfat	61
Gambar 4.4 Proses sulfonasi polistiren	63
Gambar 4.5 Reaksi kimia sintesis sulfonasi polistiren	64
Gambar 4.6 Proses preparasi membran sulfonasi polistiren	65
Gambar 4.7 Fotograf potongan membran	66
Gambar 4.8 FTIR spektra membran	67
Gambar 4.9 Spesimen uji tarik	72
Gambar 4.10 Kurva stabilitas termal membran	78

Gambar 4.11 Kurva Nyquist

81

Gambar 4.12 Kurva EIS membran

81

*Halaman ini sengaja dikosongkan*



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Operasi dan sifat yang berlaku dari sel bahan bakar	8
Tabel 2.2 Sifat dari membran penukar kation yang telah di komersialkan	14
Tabel 2.3 Jenis - jenis plastik komoditi	22
Tabel 2.4 Kondisi pembuatan membran dengan cara hot press	27
Tabel 2.5 Hasil dari PVTra(SPS)x	31
Tabel 3.1 Dimensi spesimen dilihat dari tipe ketebalan	51
Tabel 4.1 Daerah serapan membran PS	70
Tabel 4.2 Daerah serapan membran SPS 1	71
Tabel 4.3 Daerah serapan membran SPS 3	72
Tabel 4.4 Daerah serapan membran SPS 5	74
Tabel 4.5 Kekuatan tarik membran sulfonat polistiren	77
Tabel 4.6 Sifat termal membran	78
Tabel 4.7 Nilai IEC	80
Tabel 4.8 Nilai konduktifitas proton	82

*Halaman ini sengaja dikosongkan*



## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Pada saat ini kebutuhan akan energi sangat meningkat. Bahan bakar fosil adalah sumber energi pada saat sekarang yang masih sering dimanfaatkan. Namun sebenarnya bahan bakar ini untuk saat sekarang sudah sangat terbatas ketersediaannya dan merupakan bahan bakar yang tidak dapat diperbaharui. Sehingga perlu adanya pengembangan cara lain dan bahan bakar lain dalam pengolahan energi. Salah satu sumber energi yang sedang banyak digunakan pada saat ini adalah sel bahan bakar (*fuel cell*).

*Fuel cell* merupakan suatu pembangkit elektrik yang mengubah energi kimia langsung menjadi energi elektrik dengan menggunakan hidrogen sebagai bahan bakarnya dan oksigen sebagai oksidannya. Hidrogen sebagai bahan bakar disini memiliki dua keunggulan yaitu ramah lingkungan dan mudah didapat karena secara alamiah hidrogen telah tersedia dalam jumlah besar. Untuk sel bahan bakar (*fuel cell*) ini sendiri bila dibandingkan dengan bahan bakar penghasil energi lain memiliki kelebihan yang sangat terlihat dengan jelas. Salah satunya yaitu, memiliki efisiensi yang lebih tinggi, tidak mengakibatkan emisi gas yang mana hasil gas buang pada sel bahan bakar (*fuel cell*) ini adalah berupa air ( $H_2O$ ) (Sudaryono, 2013).

Pada sistem sel bahan bakar terdapat membran yang merupakan komponen penting dalam sistem ini, yaitu PEMFC. Sedangkan unsur penting dari PEMFC adalah membran penukar proton yang dapat mentransfer migrasi proton dari anoda ke katoda. Membran ini umumnya

ditempatkan diantara dua elektroda, yaitu anoda dan katoda. Sehingga proton yang dihasilkan dapat bermigrasi dari anoda ke katoda yang mana proton akan bereaksi dengan oksigen untuk menghasilkan air dan panas (Bose dkk, 2011).

Pengembangan polimer sebagai alternatif sel bahan bakar sedang banyak dilakukan pada polimer yang memiliki cincin benzen pada bagian struktur *backbone* polimer atau cincin benzen yang berkelompok. Kemudian pada cincin benzen ini akan dibentuk ikatan  $\text{SO}_3\text{H}$  yang nantinya akan mempermudah transport hidrogen dari anoda menuju katoda sehingga mengakibatkan konduktivitas proton akan meningkat. Material yang biasa digunakan untuk membran pada PEMFC ini adalah polimer perfluorinasi, seperti Nafion. Nafion termasuk jenis polimer asam perfluorosulfonat yang biasa dipakai sebagai elektrolit dalam PEMFC karena memiliki konduktivitas ionik yang tinggi serta memiliki kestabilan mekanik, termal dan kimia yang baik (Hendrana dkk, 2007).

Polistiren merupakan salah satu polimer yang memiliki cincin benzen pada struktur kimianya. Selain itu, polimer polistiren ini merupakan polimer komoditi yang mudah ditemukan dan termasuk polimer yang *low cost*. Tetapi disamping itu, polistiren disini tidak memiliki kekuatan mekanik yang baik. Proses pembuatan membran sulfonasi pada polistiren yang memiliki cincin benzen harus dilakukan dengan hati-hati. Hal ini berkaitan dengan penambahan kandungan gugus  $\text{SO}_3\text{H}$ , karena gugus ini diketahui sangat sensitif terhadap panas. Pemanasan yang terlalu tinggi akan menyebabkan lepasnya gugus ini (Hendrana dkk, 2007). Pada penelitian ini akan difokuskan pada variasi waktu reaksi sulfonasi dengan metode *solution casting* (tuang) larutan agar

didapatkan sifat yang sesuai untuk aplikasi membran PEMFC pada Fuel Cell.

### **1.2 Perumusan Masalah**

Penelitian ini memiliki beberapa perumusan masalah, yaitu :

1. Bagaimana pengaruh waktu reaksi sulfonasi terhadap sifat konduktifitas proton dan sifat mekanik membran sulfonat polistiren yang akan diaplikasikan untuk membran PEMFC pada *Fuel Cell* ?
2. Bagaimana pengaruh perbedaan spektroskopi dan stabilitas termal membran polistiren murni terhadap membran sulfonat polistiren yang akan diaplikasikan untuk membran PEMFC pada *Fuel Cell* ?

### **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah yang digunakan pada penelitian ini agar diperoleh hasil yang sesuai dan tidak menyimpang adalah sebagai berikut :

1. Material pengotor yang terdapat pada polimer dan reagen diabaikan.
2. Proses pencampuran dianggap homogen.
3. Reaksi kimia yang terjadi dianggap homogen.
4. Waktu stirring pelarutan polistiren dianggap stabil.

### **1.4 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini memiliki beberapa tujuan, yaitu :

1. Menganalisis pengaruh waktu reaksi sulfonasi terhadap sifat konduktifitas proton dan sifat mekanik membran sulfonat polistiren yang akan di aplikasikan untuk membran PEMFC pada Fuel Cell.

2. Menganalisis perbedaan spektroskopi dan stabilitas termal membran polistiren murni terhadap membran sulfonat polistiren yang akan diaplikasikan untuk membran PEMFC pada Fuel Cell.

### 1.5 Manfaat Penelitian

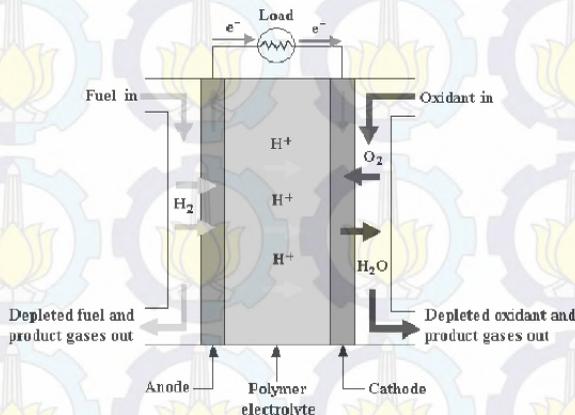
Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan membran sulfonat polistiren dari metode *solution casting* (tuang) larutan dengan kebutuhan aplikasi pada PEMFC, serta dapat digunakan sebagai tinjauan terhadap penelitian-penelitian membran sel bahan bakar selanjutnya.



## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Sel Bahan Bakar

Sel bahan bakar atau yang sering disebut juga *fuel cell* adalah sebuah perangkat elektrokimia yang mengubah energi kimia dari bahan bakar menjadi energi listrik. Di dalam mesin pembakaran, bahan bakar dicampur dengan udara dalam rasio stoikiometri yang tepat untuk memulai reaksi pembakaran. Reaksi pembakaran dibagi menjadi dua reaksi setengah sel, yaitu oksidasi bahan bakar dan reduksi oksigen, yang terjadi dalam dua ruang terpisah yang disebut anoda dan katoda. *Fuel cell* biasanya diklasifikasikan berdasarkan jenis elektrolit yang digunakan. Salah satu jenisnya adalah *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC). Dibawah ini dapat dilihat skema kerja dari sel bahan bakar.

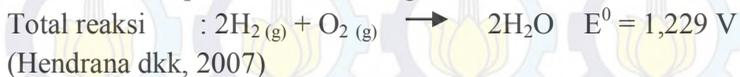


**Gambar 2.1** Skema kerja sel bahan bakar PEM (Wang dkk, 2012)

Membran polimer merupakan komponen penting dimana terdapat reaksi hantaran proton. *Proton Exchange Membrane* merupakan lembaran polimer tipis yang dapat melewatkan ion hidrogen tetapi mampu menahan elektron. Reaksi yang terjadi adalah atom – atom hidrogen ( $H_2$ ) dioksidasi di anoda yang kemudian berubah menjadi ion hidrogen ( $2H^+$ ) dan melepas elektron. Elektron yang terlepas akan bergerak menuju sirkuit yang memiliki hambatan listrik lebih rendah dan kemudian akan mengarah ke katoda. Sedangkan atom – atom oksigen ( $O_2$ ) dioksidasi di katoda. Pergerakan elektron ini akan menghasilkan arus listrik. Persamaan reaksi dari proses diatas dapat dituliskan sebagai berikut :



Sehingga secara umum hasil reaksi yang terjadi pada sel bahan bakar dapat dituliskan sebagai berikut ini :



Gas Oksigen yang berada pada katoda akan bertemu dengan ion hidrogen dan elektron yang menuju katoda akan bertemu pula dengan oksigen sehingga dari semua ini akan menghasilkan air. Hasil dari proses ini berbentuk air, energi listrik dan panas.

Kelebihan sel bahan bakar jika dibandingkan dengan peralatan listrik lainnya yaitu memiliki efisiensi yang lebih tinggi, tidak menghasilkan polusi suara karena tidak terjadi pergerakan mesin dalam sistem peralatannya, serta tidak menghasilkan emisi gas buang berupa  $NO_x$ ,  $SO_x$ ,  $CO_2$ , dan CO yang menyebabkan polusi udara. Namun dari semua

kelebihan yang dimiliki, sel bahan bakar ini juga memiliki kekurangan yaitu biaya produksinya yang masih sangat tinggi.

Komponen terpenting dari sel bahan bakar adalah *membrane electron assembly* (MEA) yang terdiri dari dua bagian yaitu elektrokatalis dan membran. Pada komponen ini terjadi proses produksi arus listrik sebagai hasil dari reaksi elektrokimia. Membran berada di antara kedua elektroda berfungsi sebagai tempat pergerakan ion positif dari anoda menuju katoda. Kelebihan sel bahan bakar bila dibandingkan dengan peralatan penghasil listrik lainnya yaitu memiliki efisiensi yang lebih tinggi, tidak menghasilkan polusi suara karena tidak terjadi pergerakan mesin dalam sistem peralatannya, serta tidak menghasilkan emisi gas buang berupa  $SO_x$ ,  $NO_x$ ,  $CO_2$ , dan  $CO$  yang dapat menyebabkan polusi udara. Namun sel bahan bakar masih memiliki kekurangan karena biaya produksinya yang masih tinggi.

Sel bahan bakar dapat diklasifikasikan berdasarkan perbedaan struktur sel yang disesuaikan dengan kondisi kerjanya. Beberapa sel bahan bakar yang dibuat untuk diaplikasikan pada variasi temperatur kerja, tekanan, jenis elektrolit yang digunakan, dan jenis reaktan yang digunakan sebagai bahan bakar. Namun secara umum jenis sel bahan bakar dapat diklasifikasikan berdasarkan elektrolit sebagai berikut : (1) Alkaline fuel cells (AFC) sel dengan larutan alkalin seperti potasium hidroksida KOH, (2) Phosphoric acid fuel cells (PAFC) sel dengan elektrolit larutan asam fosfat, (3) Solid proton exchange membrane (PEMFC) yang sering diketahui dengan sel bahan bakar membran dan terdiri dari sel membran pengubah proton, (4) Molten carbonate fuel cells (MCFC) sel dengan elektrolit berupa garam leleh, (5) Solid

oxide fuel cell (SOFC) dengan menggunakan elektrolit keramik berbentuk padat (Peighambardoust, 2010)

**Tabel 2.1.** Operasi dan sifat yang berlaku dari sel bahan bakar

	PEM FC	DMF C	AFC	PAFC	MCF C	SOFC
Aplikasi	Otomotif dan Daya Stasiun	Listrik Portabel	Rongga Kendaraan	Daya Stasiun	Daya Stasiun	Daya Tambahan pada Kendaran
Elektrolit	Membran Poliimer (Plastik)	Membran Polimer (Plastik)	KOH (30 – 50%) dalam H <sub>2</sub> O	Asam phosphoric (100%)	Molten Karbonat dalam Keramik LiAlO <sub>2</sub>	
Temperatur Kerja	50 – 100° C	0 – 60°C	50 – 200°C	150 – 220°C	600 – 700° C	700 – 1000° C
Muatan Komponen Sel Utama	H <sup>+</sup> Karbon	H <sup>+</sup> Karbon	OH <sup>-</sup> Karbon	H <sup>+</sup> Grafit	CO <sub>3</sub> <sup>-</sup> Baja Tahan Karat	O <sup>-</sup> Keramik

Katalis	Platinum	Pt – Pt/Ru	Platinum	Platinum	Nikel	Perovskites
Bahan Primer	H <sub>2</sub>	Metanol	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> , CO, CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> , CO
Waktu Start	Detik	Detik		Jam	Jam	Jam
Up (kW/m <sup>3</sup> )	Menit	Menit				
Densitas	3,8 – 6,5	-0,6	-1	0,8 – 1,9	1,5 – 2,6	0,1 – 1,5
Efisiensi	50 – 60%	30 – 40%	50 – 60%	55%	55 – 65%	55 – 65%
		(tidak ada siklus gabungan)				

Sumber : Suddhasatwa Basu, 2007

Dari data tabel diatas dapat diketahui maka temperatur kerja dari tiap jenis sel bahan bakar berbeda-beda, efisiensi dan densitas daya dari tiap jenis sel bahan bakar pun berbeda. Kondisi operasi dari tiap sel bahan bakar yang berbeda ini berpengaruh pada rancangan struktur dan aplikasi dari masing-masing jenis sel bahan bakar pun berbeda.

## 2.2 Membran penukar proton sel bahan bakar (PEMFC)

Satu sel dari PEMFC terdiri dari plat anoda, plat katoda dan lapisan elektrolit. Lapisan elektrolit terbuat dari lembar polimer padat sangat tipis yang berupa membran. Membran ini dapat menghantarkan ion bermuatan positif memblokir elektron. Diantara plat anoda dengan membran dan plat katoda dengan membran terdapat lapisan katalisator. Katalisator terbuat dari bubuk platina yang sangat tipis dilapisi kertas karbon. Permukaan katalisator adalah kasar dan berpori sehingga dapat dimasuki hidrogen atau oksigen. Lapisan katalisator berfungsi untuk mempercepat reaksi oksigen dan hidrogen (Sudaryono, 2013).

Komponen inti dari sel bahan bakar PEMFC adalah membran. Terdapat tiga peran membran polimer dalam sel bahan bakar yaitu sebagai pembawa muatan proton yang bergerak migrasi dari anoda ke katoda, pemisah gas reaktan dan sebagai isolator listrik yang mencegah gerak elektron untuk melewati membran. Komponen dari sel tunggal adalah sebuah elektron anoda, proton yang berperan sebagai elektrolit, sebuah elektron katoda, dan kumpulan arus reaktan (gas) yang mengalir.

Sel bahan bakar membran penukar proton memiliki bagian – bagian utama, yaitu :

### 1. Plat Bipolar

Pada fuel cell tegangan yang dihasilkan oleh suatu sel relatif kecil sekitar 0,7 V. Dari hal tersebut untuk menghasilkan tegangan yang cukup tinggi maka dibutuhkan banyak sel yang harus dihubungkan secara seri. Untuk menghubungkan sel dengan rangkaian seri maka harus menghubungkan ujung masing-masing

anoda ke katoda sel selanjutnya, konektor ini disebut plat bipolar.

2. Lapisan Gas Difusi

Lapisan difusi gas dibuat dari material berpori yang dapat menghantarkan listrik. Pada umumnya material berupa kertas atau kain karbon. Lapisan difusi gas ini menyediakan kontak listrik antara elektroda dan plat bidang alir.

3. Elektroda

Semua reaksi elektrokimia terletak pada permukaan elektroda. Untuk mempercepat reaksi di dalam sel umumnya elektroda, mengandung partikel katalis. Lapisan katalis adalah tempat dimana reaksi oksidasi hidrogen dan reaksi reduksi oksigen terjadi. Lapisan katalis biasanya sangat tipis yaitu sekitar  $10\mu\text{m}$ . Katalis memiliki peran penting yaitu mengurangi reaksi aerasi aktivasi penghalang yang dapat menghambat proton melalui katalis. Paduan katalis yang populer adalah paduan platina. Paduan lain yang biasanya digunakan (Pt-CO, Pt-Ni, Pt-Fe, Pt-V, Pt-Mn-Cr).

4. Membran

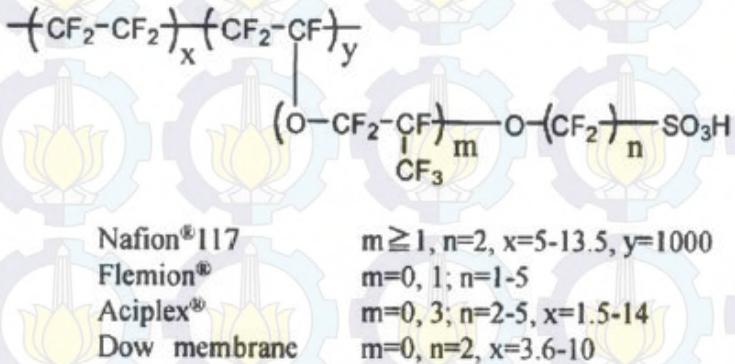
Fungsi utama dari membran dalam sel bahan bakar PEM adalah menghantarkan proton dari anoda ke katoda. Selain hal tersebut membran juga memiliki fungsi mencegah terjadinya pencampuran langsung antara bahan bakar dan oksigen, menahan kondisi yang ekstrim diantara katalis aktif, temperatur tinggi, fluktuatif temperatur, oksidan yang kuat, dan radikal aktif. Oleh karena itu polimer yang ideal harus memiliki konduktifitas proton yang tinggi, memiliki kekuatan, stabilitas termal, stabilitas

kimia, fleksibilitas yang sangat baik permeabilitas gas yang rendah, murah dan ketersediaan bahan yang melimpah.

(Larminie dan Dicks, 2003).

*Proton exchange membrane fuel cells* (PEMFC) adalah salah satu sel elektrokimia yang dapat digunakan sebagai sumber daya listrik bagi kendaraan transportasi, pembangkit tenaga listrik, dan alat-alat elektronik *portable*. Penggunaan sel ini sangat menguntungkan karena dapat menghasilkan energi listrik dengan efisiensi yang tinggi, beroperasi pada temperatur yang relatif rendah (50 – 80°C), bersih dan ramah lingkungan (Yohan, 2007).

Dalam sel bahan bakar, membran elektrolit merupakan komponen utama yang berperan untuk memisahkan reaktan dan menjadi sarana transportasi ion hidrogen yang dihasilkan oleh reaksi anoda menuju katoda sehingga reaksi katoda yang menghasilkan energi listrik dapat terjadi. Saat ini membran yang digunakan terbuat dari fluoro-polimer dengan rantai cabang mengandung gugus sulfonat, salah satunya adalah politetrafluoroetilena (PTFE) tersulfonasi, yang dikenal dengan nama Nafion. Untuk komersialisasi sel ini mengalami kendala mengingat penggunaan membran nafion yang mahal dan berumur pendek. Oleh karena itu, perlu dikembangkan membran alternatif yang lebih murah dan mempunyai unjuk kerja yang tinggi (Yohan, 2007).



**Gambar 2.2** Struktur kimia polimer perfluorinasi sebagai membran elektrolit (Peighambardoust, 2010)

Pada Gambar 2.2 dapat dilihat struktur kimia dari membran polimer yang saat ini dikomersilkan oleh perusahaan. Membran Nafion memiliki struktur kopolimer yang berasal dari *fluoro 3,6 – dioxo 4,6 – sulfonic acid* dengan backbone polytetrafluoroetilena (PTFE) atau sering disebut Teflon. *Backbone* Teflon yang ada pada struktur ini memberikan sifat hidrofobik (tidak berikatan dengan air) terhadap membran gugus *sulfonic acid* yang juga bersifat hidrofilik (mampu berikatan dengan air) juga dicangkokkan (grafit) pada backbone Teflon. Ikatan kimia dari C-F (485 kJ/mol) yang tinggi menyebabkan polimer ini memiliki kestabilan kimia yang baik dan temperatur leleh yang relatif tinggi yaitu 370°C bila dibandingkan dengan polimer berbasis ikatan kimia C-H (350 – 435 kJ/mol) dan ikatan C-C (350-410 kJ/mol) (Susanta, 2010).

Selain itu dengan ditambahkan gugus yang bersifat hidrofilik juga menyebabkan penyerapan air dalam jumlah besar

pada membran. Hal ini berhubungan dengan performa kerja membran karena semakin besar penyerapan air maka semakin meningkat nilai konduktivitas proton sehingga menyebabkan performa kerja membran menjadi semakin baik. Hal ini disebabkan karena air juga merupakan media pentransfer ion yang melintasi membran. Air bergerak dari salah satu elektroda ke elektroda yang lain membawa muatan proton. Untuk memaksimalkan kinerja membran juga dilakukan pengurangan ketebalan membran. Semakin tipis membran maka hambatan menjadi semakin rendah, semakin memacu terhadap penyerapan air yang lebih cepat dan biaya makin murah. Tetapi bila membran terlalu tipis juga menyebabkan usia pakai menjadi lebih sebentar. Membran yang menyokong efisiensi lebih tinggi memiliki sifat konduktivitas proton tinggi untuk menyokong terbentuknya arus, konduktivitas listrik nol, memiliki kekuatan dan kestabilan mekanik yang cukup, stabil secara kimia dan elektrokimia di bawah kondisi kerja, kelembaban yang tinggi namun terkontrol, harus mampu menahan penyerapan bahan bakar atau oksigen untuk memaksimalkan efisiensi daya columb dan biaya produksinya tidak tinggi.

**Tabel 2.2** Sifat dari membran penukar kation yang telah dikomersialkan

Memb ran	Jenis Membra n	IEC (mequiv./ gr)	Tebal (mm)	Gel Air (%)	Konduktivitas (S/cm) pada 30°C dan 100%R.H.
Asahi Chemical Industry Company Ltd., Chiyoda-ku, Tokyo, Japan	K101 Sulfonated	1,4	0	24	0,0114

	polyarylene				
Asahi Glass Company Ltd.,					
Chiyoda-ku, Tokyo, Japan					
CMV	Sulfonated polyarylene	2,4	0 25		0,0051
DMV	Sulfonated polyarylene	-	0 -		0,0071
Flemion	Perfluoronated polyarylene	-	0 -		-
DuPont Company, Wilmington, DE					
19898, USA					
N117	Perfluoronated	0,9	0 16		0,0133
N901	Perfluoronated	1,1	0 5		0,01053

Sumber : Peighambardoust, 2010

### 2.3 Desain Lapisan Katalis

Dalam PEM fuel cell, jenis bahan bakar yang digunakan akan menentukan jenis yang diperlukan. Dalam konteks ini,

toleransi untuk karbon monoksida (CO) adalah masalah yang sangat penting, terutama ketika hidrogen dari metanol bereformasi menjadi uap. Katalis metanol mengandung 25% karbon dioksida (CO<sub>2</sub>) dengan sedikit (1%) karbon monoksida (CO). Telah terbukti bahwa kinerja sel-sel PEM fuel cell dengan konsentrasi CO hanya beberapa bagian juta. Hal ini disebabkan penyerapan CO yang kuat ke katalis.

Ada dua teknik untuk yang dapat digunakan untuk mengatasi racun pada CO : mereformasi bahan bakar atau pencampuran katalis. Bahan bakar dapat direformasi dengan mengurangi tingkat CO. Jika menggunakan bahan bakar reformasi telah ditetapkan bahwa PEM fuel cell harus mampu memiliki hasil toleransi konsentrasi CO minimal 100 ppm untuk mengurangi pembaharuan ukuran unit. Teknik reformasi meliputi :

1. Oksidasi Selektif

Oksidasi selektif biasanya lebih sering digunakan untuk menghilangkan CO karena beban sistem parasit dan energi yang dibutuhkan oleh metode lain. Pada oksidasi selektif, bahan bakar yang direformasi dicampur dengan udara atau salah satu oksigen sebelum bahan bakar masuk kedalam sel atau kedalam tumpukannya. Cara lain dengan melibatkan penggunaan katalis oksidasi selektif yang ditempatkan diantara inlet aliran bahan bakar dan katalis anoda. Teknologi oksidasi selektif saat ini dapat menurunkan kadar CO sampai dengan < 10 ppm, tetapi keadaan ini sulit untuk dipertahankan dalam kondisi operasi yang sebenarnya.

## 2. Katalisis

Ballard Power System telah menunjukkan bahwa tingkat CO dalam sel bahan bakar dapat dikurangi secara signifikan (100 ppm) dengan melewati direformasi metanol dan jumlah kecil oksigen selama Pt pada katalis aluminium.

## 3. Peroksida Hidrogen

Penggunaan hidrogen peroksida ( $H_2O_2$ ) dalam humidifier anoda berhasil mengurangi 100 ppm CO dalam  $H_2$ .

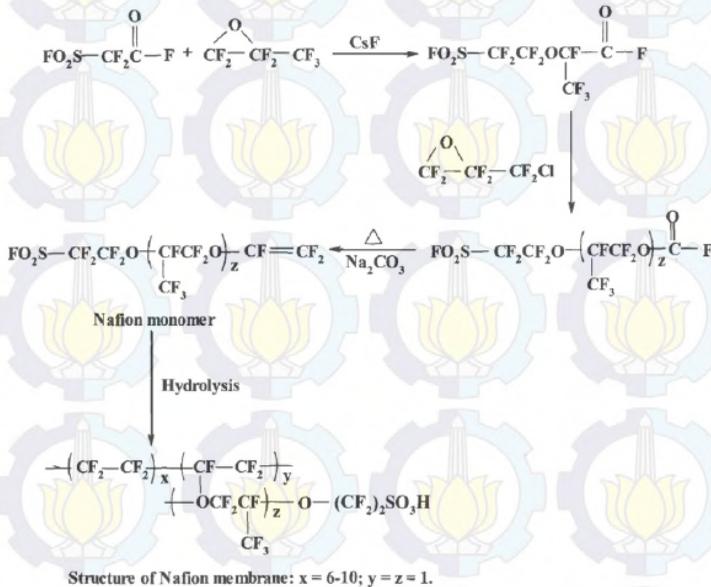
Ketika paduan katalis digunakan untuk menangani masalah CO, satu (katalis biner) atau dua elemen (katalis terner) ditambahkan ke dalam katalis basa. Sedikit informasi pada katalis katoda untuk sel PEM *fuel cell* ditemukan bahwa tidak harus mengurangi unsur CO. Khususnya pada saat penggunaan Pt/C, pada hasil penelitian Laboratorium Nasional Lawrence Berkeley penggunaan Pt-Ni/C dan Pt-Co/C sebagai katalis katoda. Hasil penelitian ini juga diproduksi khusus non platinum berbasis katalis katoda. Katalis diproduksi oleh *pyrolysis of iron acetate adsorbed pada Perylenetetracarboxylic Dianhydride* di Ar: $H_2:NH_3$  dibawah kondisi ambient (Mehta dkk,2003).

## 2.4 Klasifikasi Material pada Sintesis Membran Penukar Proton

### 2.4.1 Membran Perfluorinated ionomer

Polimer perfluorinated adalah skala molekular yang memiliki ikatan C-F kuat dan kepolaran rendah. Hal ini yang menyebabkan polimer ini memiliki stabilitas termal baik, tidak mudah bereaksi secara kimia. Agar dapat diaplikasikan

sebagai membran sel bahan bakar maka ditambahkan sulfonic acid sehingga muncul ikatan yang berbentuk  $-\text{CF}_2\text{SO}_3\text{H}$ . Preparasi membran ini dilakukan dengan cara polimerisasi dari monomer yang kemudian dilanjutkan dengan perlakuan tertentu sehingga terpasang gugus kation atau anion.

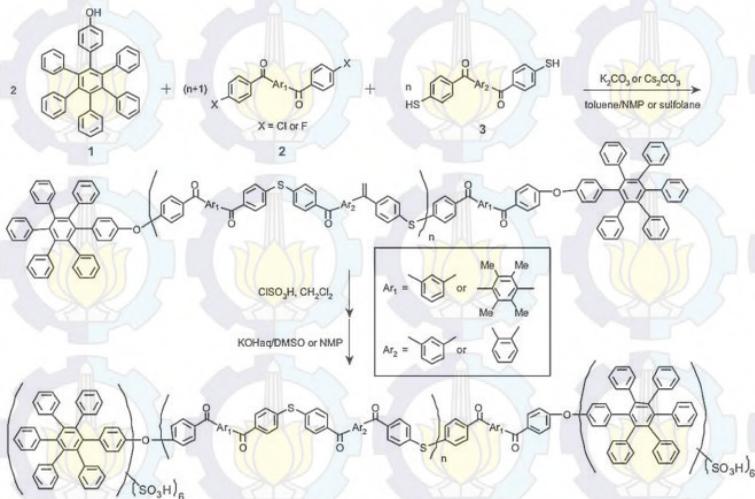


**Gambar 2.3** Skema preparasi membran Nafion (Peighambardoust, 2010)

#### 2.4.2 Membran Non-Fluorinated Hydrocarbon

Jenis material lain yang digunakan pada sintesis membran penukar proton adalah polimer non-fluorinated hydrocarbon yang dapat berupa polimer aliphatic atau aromatic. Polimer ini memiliki struktur cincin benzena pada backbone polimer membran atau sekelompok cincin pada gugus sampingnya.

Membran hydrocarbon memiliki beberapa keunggulan dibandingkan membran fluorinated. Membran ini lebih murah sehingga lebih komersial. Selain itu, struktur polimer dengan kelompok gugus samping seperti ini juga memiliki sifat polar. Hydrocarbon yang memiliki sifat polar dapat meningkatkan penyerapan air di rentang temperatur kerja membran yang lebih lebar. Untuk meningkatkan ketahanan pada temperatur yang lebih tinggi maka dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu aromatik hydrocarbon disambungkan secara langsung dengan backbone polimer hydrocarbon dan modifikasi kelompok cincin pada backbone.

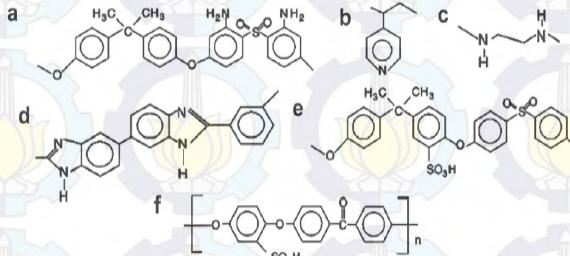


**Gambar 2.4** Struktur kimia sintesis poli (sulfida keton) (Saswata Bose, 2011)

### 2.4.3 Membran dari Kompleks Asam Basa

Membran yang terbuat dari kompleks asam basa merupakan alternatif karena memiliki konduktivitas tinggi

pada temperatur yang lebih tinggi tanpa terpengaruh oleh tingkat kadar air didalamnya. Secara umum, kompleks asam basa yang dijadikan membran sel bahan bakar melibatkan penggabungan komponen asam terhadap polimer berbasis alkalin untuk menghasilkan konduktivitas proton.



**Gambar 2.5** Struktur kimia dari polimer berbasis basa (a-d) dan polimer berbasis asam (e,f) (Peighambardoust, 2010)

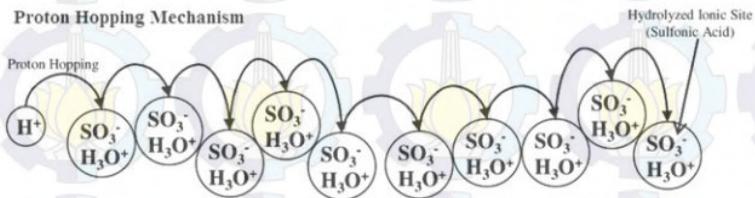
Pada Gambar 2.5 terlihat (a-d) merupakan membran polimer berbasis basa. Membran dari asam fosfat ditambah polibenzimidazole (PBI/ $H_3PO_4$ ) merupakan contoh yang berhasil digunakan pada sistem sel bahan bakar temperatur tinggi pada tekanan biasa. Pernyataan diatas menjadi pendorong aktifnya penelitian tentang sintesis polimer, pencetakan membran, karakteristik kimiafisik dan teknologi sel bahan bakar. Interaksi antara polimer asam dan basa dapat membentuk struktur *crosslinking* yang menyebabkan turunnya rasio pengembangan membran, menurunkan penyerapan air pada membran, namun meningkatkan sifat mekanik, kestabilan pada temperatur tinggi dan konduktivitas proton yang tinggi.

## 2.5 Mekanisme Konduktivitas Proton

Pada skala molekular, transport proton dalam matriks polimer yang mengandung air dideskripsikan oleh dua mekanisme yaitu mekanisme loncatan proton atau yang sering disebut dengan “Grotthus mechanism” dan mekanisme difusi ion ke air sehingga air berfungsi sebagai kendaraan ion.

### 2.5.1 Mekanisme Loncatan Proton (*Grotthus mechanism*)

Pada mekanisme loncatan proton, proton meloncat dari satu sisi ion ( $\text{SO}_3^- \text{H}_3\text{O}^+$ ) ke sisi ion yang lain hingga melintasi membran. Loncatan ion ini dapat menyebabkan terjadinya transfer proton yang bergerak dari sisi anoda menuju sisi katoda sepanjang rantai membran polimer. Mekanisme ini hanya memberikan sedikit kontribusi terhadap nilai konduktivitas proton.



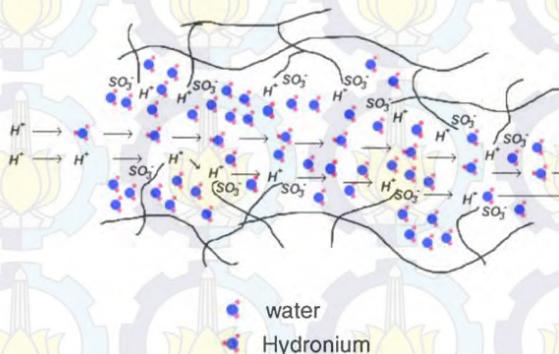
**Gambar 2.6** Skema dari mekanisme loncatan proton (Peighambardoust, 2010)

### 2.5.2 Transfer Proton Melalui Media Air

Tingkat hidrasi merupakan faktor utama yang mengatur konduktivitas proton dalam membran polimer. Mekanisme transfer proton yang umum dapat dijelaskan dalam mekanisme loncatan proton. Namun, mekanisme transfer proton melalui PEM pada dasarnya adalah konduksi melalui air. Kekuatan mengikat molekul air tergantung pada

jumlah ikatan hidrogen yang ada didalamnya. Hal ini juga menyebabkan efek relaksasi pada ikatan lingkungan hidrogen sebagai respon terhadap pembentukan dan pemecahan ikatan hidrogen. Oleh karena itu, transfer penggabungan proton yang berlebihan akan melemahkan interaksi antarmolekul melalui kerusakan dan reformasi obligasi dalam kombinasi dengan variasi yang besar dalam ikatan yang panjang.

Pemahaman mengenai mekanisme transfer proton melalui membran sangat penting. Katalis proton teroksidasi bertindak sebagai jembatan penyeberang, transfer melalui membran dari anoda ke katoda dan membawa molekul air didalamnya. Rata-rata jumlah molekul air yang dibawa per proton disebut koefisien hambatan elektro osmotik. Air yang dibawa akan terakumulasi dalam katoda/membran akibat kekuatan osmotik. Air dapat dihilangkan melalui katoda atau pada saat berjalan melalui membran dan kemudian akan dihilangkan melalui anoda. Fluks air dari katoda ke anoda disebut sebagai *back diffusion*.



**Gambar 2.7** Skema mekanisme kendaraan proton pada membran polimer (Bose dkk, 2011)

## 2.6 Polistirena

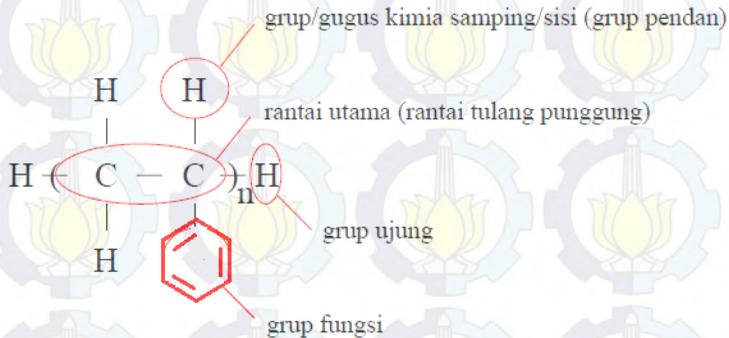
Polistirena merupakan jenis plastik komoditi yang memiliki harga murah dan berada dalam volume penjualan yang besar. Plastik komoditi pada umumnya dipakai dalam bentuk barang yang bersifat sekali pakai-buang (*disposable*) seperti lapisan pengemas (Stevens, 2001). Plastik ini bersifat termoplastik.

**Tabel 2.3** Jenis-jenis plastik komoditi

Tipe	Singkatan	Kegunaan Utama
Polietilena masa jenis rendah	LDPE	Lapisan pengemas, isolasi kawat dan kabel, barang mainan, botol fleksibel, perabotan, bahan pelapis
Polietilena masa jenis tinggi	HDPE	Botol, drum, pipa, saluran, lembaran, film, isolasi kawat dan kabel
Polipropilena	PP	Bagian-bagian dalam mobil dan pekasas, tali, anyaman, karpet, film
Poli(vinil klorida)	PVC	Bahan bangunan, pipa tegar, bahan untuk lantai, isolasi kawat dan kabel, film dan lembaran
Polistirenaa	PS	Bahan pengemas (busa dan film) isolasi busa, pekasas, perabotan rumah tangga, barang mainan

Sumber : Stevens, 2001

Polistiren termasuk dalam kelompok vinil dimana salah satu grup pendaan yang hilang dan terisi oleh unsur atau senyawa yang lain seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.10.



**Gambar 2.8** Struktur kimia polistirena

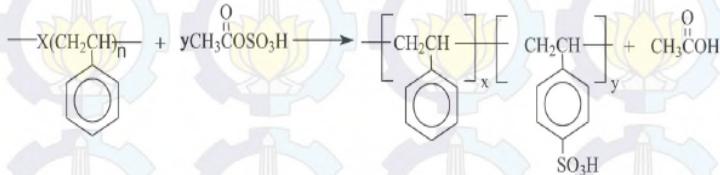
Polistirena pada salah satu pendaan grup terisi dengan fenil sedangkan pada sisi yang lain membentuk ikatan C-H. Rantai utama polimer ini tersusun atas ikatan C-C. Lambang n berarti unit berulang dalam struktur polimer.

## 2.7 Proses Pembuatan dan Penelitian Sebelumnya mengenai Sulfonat Polistirena

Proses sulfonasi dilakukan untuk mengikat muatan negatif  $\text{SO}_3^-$  kemudian membentuk  $\text{SO}_3\text{H}-\text{H}_2\text{O}$  sebagai lintasan bagi ion hidrogen untuk melakukan mekanisme loncatan dalam membran dari anoda menuju katoda.

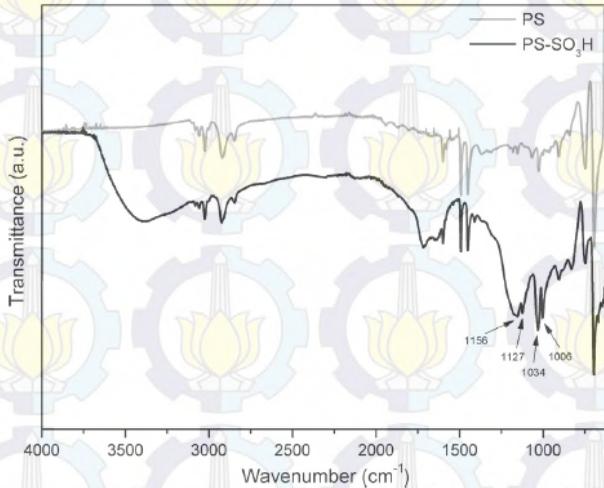
Proses ini dilakukan dengan cara imersi PS dalam larutan cyclohexane pada temperatur  $40^\circ\text{C}$ . Larutan acetyle sulfate dipersiapkan dengan mencampur 1,2 dichloromethane dan acetic anhydride pada atmosfer  $\text{N}_2$ . Larutan ini didinginkan pada temperatur  $0^\circ\text{C}$  kemudian asam sulfat ditambahkan. Imersi PS dalam larutan dilakukan dengan

variasi waktu 2, 4 dan 8 jam. Kemudian ditambahkan isopropanol selama 30 menit untuk menterminasi reaksi (Inaki,2013).



**Gambar 2.9** Struktur kimia hasil sulfonasi polistirena (Inaki, 2013)

Untuk mengidentifikasi terbentuknya ikatan antara fenil dengan  $\text{SO}_3\text{H}$  maka dilakukan pengujian FTIR yang membandingkan spektum ikatan pada polistiren murni dibandingkan dengan polistiren yang telah diproses dengan sulfonasi. Pada Gambar 2.8 dapat terlihat puncak-puncak spektum ikatan hasil FTIR. Puncak yang terletak pada daerah  $3700\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$  berasal dari peregangan kelompok hidroksil –  $\text{SO}_2\text{-OH}$  dan molekul air yang terperangkap pada sampel. Kumpulan puncak pada  $1600\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$  menandakan vibrasi peregangan dari cincin fenil dalam bidang. Bila dibandingkan dari masing-masing spektum, sulfonated polistirena menunjukkan beberapa kelompok spektum yang tidak ditunjukkan pada spektum polistiren yaitu pada  $1156, 1127, 1034$  dan  $1006\text{ cm}^{-1}$  karena spektum ini mengindikasikan vibrasi regangan yang berhubungan dengan kelompok gugus sulfonic.



**Gambar 2.10** Hasil pengujian FTIR polistiren dan sulfonat polistiren (Inaki, 2013)

Pada bidang vibrasi dari cincin aromatik stirena yang berdekatan dengan anion sulfonat terletak pada 1006 dan 1127 sedangkan pada 1034 dan 1156 menunjukkan adanya vibrasi regangan simetris dan asimetris yang merepresentasikan adanya kelompok sulfonat. Dari hasil spektrum maka dapat teridentifikasi bahwa proses sulfonasi polistirena berhasil dilakukan (Inaki,2013).

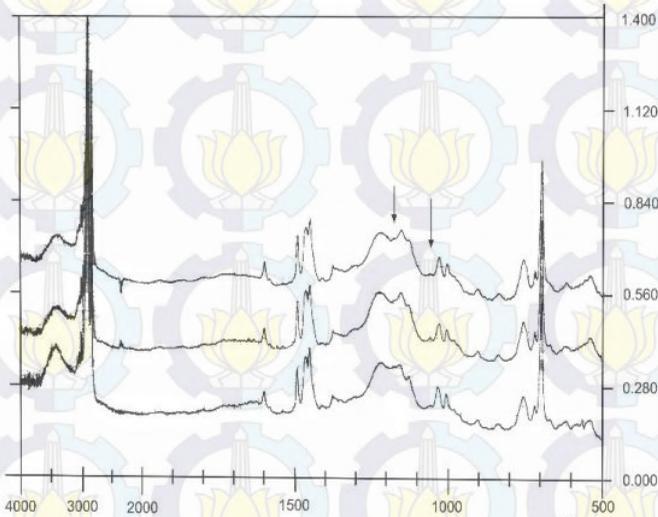
Membran dibuat dari komposisi sPS, benzimidazol, Nafion dan m-LLDPE. Semua bahan dibuat serbuk dengan cara *Cryocrushing*. Campuran kemudian diaduk dengan *shaker* sebelum dibuat membran. Pembuatan membran menggunakan metode *hot-press* pada variasi temperatur dan tekanan. Pengaturan temperatur untuk pembuatan membran serta untuk hot rolling press dimaksudkan untuk menghindari degradasi termal gugus sulfonat. Pada penelitian sebelumnya didapat bahwa terjadi degradasi termal polimer sPS pada

temperatur 100°C (Mulyana, 2005). Namun demikian, pembuatan membran dengan cara ini tidak dapat dilakukan pada temperatur dibawahnya. Hal ini disebabkan oleh sifat polimer sPS yang belum melunak pada temperatur dibawah 100°C. Alasan ini pula yang mendasari waktu *press* membran yang sangat singkat. Variasi kondisi pembuatan membran dapat dilihat pada tabel dibawah ini.

**Tabel 2.4** Kondisi pembuatan membran dengan cara *hot-press*.

Kode membran	Temperatur pembuatan (°C)	Tekanan (kgf/cm <sup>2</sup> )		[- SO <sub>3</sub> H] (%)	Konduktifitas Ionik x 10 <sup>2</sup> (S/cm <sup>2</sup> )
		P1	P2		
S-02	130	25	50	38,1	0,18
S-03	130	50	100	14,5	0,15
S-06	140	50	100	30,2	0,17
S-09	160	25	50	13,6	0,41

Sumber : Hendrana dkk, 2007

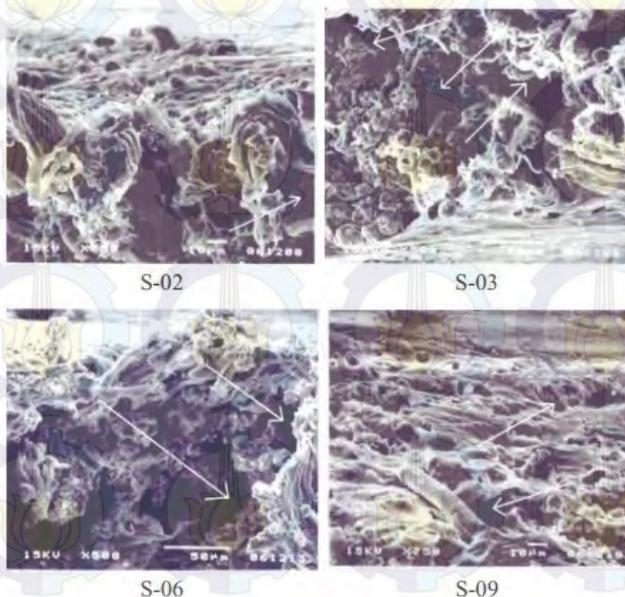


**Gambar 2.11** Hasil pengujian FTIR sulfonat polistirena yang dibuat pada temperatur 130°C (paling bawah), 140°C (tengah) dan 160°C (paling atas) (Hendrana dkk, 2007)

Pada Gambar 2.13 data pengujian FTIR dapat diketahui gugus-gugus fungsi yang terdapat pada membran. Adanya polistiren tersulfonasi dalam membran dibuktikan dengan serapan pada bilangan gelombang  $1030\text{cm}^{-1}$  dan  $1158\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus sulfonat ( $-\text{SO}_3\text{H}$ ) dalam membran. Bilangan gelombang  $1030\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi regang  $-\text{SO}_3$  simetrik dan  $1158\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi regang  $-\text{S}=\text{O}$ . Puncak yang muncul pada bilangan gelombang  $700\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi regang C-H aromatik dan pada bilangan gelombang  $1455\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi lentur CH dari  $\text{CH}_2$  alifatik.

Serapan pada bilangan gelombang  $2900\text{cm}^{-1}$  hingga  $2850\text{cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi regang C-H alifatik dan

$\text{CH}_2$  pada ikatan  $-(\text{CH}_2)_n-$  pada rantai hidrokarbon. Ikatan  $-(\text{CH}_2)_n-$  berasal dari rantai panjang polietilen. Keberadaan benzimidazol diharapkan dapat dilihat pada bilangan gelombang  $1410\text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari vibrasi regang C-N dan serapan pada bilangan gelombang  $1620\text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari vibrasi tekuk N-H. Puncak – puncak ini tidak dapat terlihat dengan jelas. Hal ini disebabkan konsentrasi konsentrasi aditif ini yang sangat kecil, yaitu 0,1% b/b (Hendrana dkk, 2007)



**Gambar 2.12** Hasil uji SEM dari penampang lintang berbagai jenis membran. Tanda panah menunjukkan *gap* yang terdapat didalam membran (Hendrana dkk, 2007).

Pada Gambar 2.12 adalah potongan penampang lintang dengan menampakkan bagian permukaan. Pada sampel S-02, S-03 dan S-06 menunjukkan adanya *gap* yang

besar atau rigiditasnya sangat kecil. Pada gambar tersebut dapat dilihat bagian-bagian yang terpisah dengan ukuran jarak yang cukup besar. Secara kasar ukuran atom atau molekul. Kondisi ini akan mengganggu alur aliran (*pathway*) dari proton. Aliran proton, termasuk didalamnya alur aliran akan mempengaruhi nilai konduktivitas yang dihasilkan.

Hal yang sangat berbeda dapat diamati dari membran S-09, dimana penampang lintangnya menunjukkan rigiditas yang lebih besar. Hanya terdapat sedikit *gap* apabila dibandingkan dengan ke-3 membran lainnya, meskipun ukuran *gap* pada penampang lintangnya hampir sama dengan ke-3 jenis membran lainnya. *Gap* ini tidak hanya akan menyebabkan jarak antar gugus  $-SO_3H$  semakin jauh. Hal ini akan mempengaruhi konduktivitas karena jarak antar gugus  $-SO_3H$  dapat mempengaruhi konduktivitas membran.

Kesimpulan dari pengujian membran PEMFC yang dibuat dapat ditarik suatu kesimpulan bahwa temperatur dan tekanan pada saat pembuatan membran PEMFC berbasis sPS sangat berpengaruh pada kandungan gugus  $-SO_3H$ . Kondisi tersebut juga mempengaruhi rigiditas atau kemampuan membran yang dihasilkan. Dari kedua faktor ini, rigiditas (atau morfologi) mempunyai pengaruh yang lebih besar, dari pada kandungan gugus  $-SO_3H$  pada sifat konduktivitas ionik membran PEMFC berbasis sPS ini (Hendrana dkk, 2007).

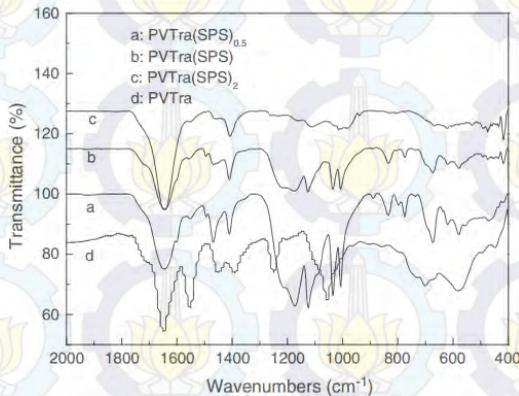
Rasio perbedaan PVTra dan sPS dilarutkan dalam DMF untuk menghasilkan 5wt.% larutan polimer. Kemudian larutan dituang ke plat kaca dan dipanaskan pada temperatur  $50^{\circ}C$  selama 24 jam dan kemudian di vakum pada temperatur  $0^{\circ}C$  selama 12 jam.

**Tabel 2.5** Hasil dari PVTra(sPS)<sub>x</sub>.

Name	IEC	T <sub>g</sub> (°C)	T <sub>d5%</sub> (°C)	Residual weight (500 °C, %)	E <sub>a</sub> (KJ/mol)
PVTra(SPS) <sub>0.5</sub>	1.19	185	238	34	29.0
PVTra(SPS)	1.43	180	212	36	27.0
PVTra(SPS) <sub>2</sub>	2.11	150	209	23	26.9
PVTra	-	127	390	12	35.7 [11]

Sumber : Jinhuan Li dkk, 2014

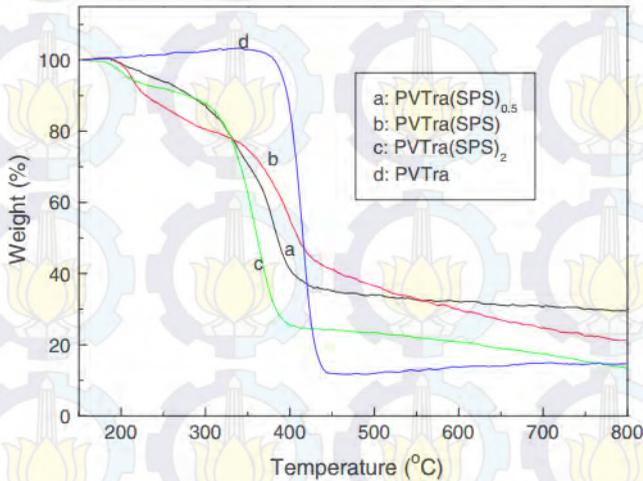
Pada Tabel 5 dapat dilihat temperatur degradasi terutama dipengaruhi oleh kandungan asam sulfonat dan laju degradasi cenderung kecil pada sampel dengan interaksi asam-basa yang besar. Oleh karena itu, temperatur penurunan berat 5% (T<sub>d5%</sub>) yang terkecil terjadi pada PVTra(SPS)<sub>2</sub>.



**Gambar 2.13** Hasil uji FTIR pada (a) PVTra(SPS)<sub>0.5</sub>; (b) PVTra(SPS); (c) PVTra(SPS)<sub>2</sub>; (d) PVTra (Jinhuan Li dkk, 2014)

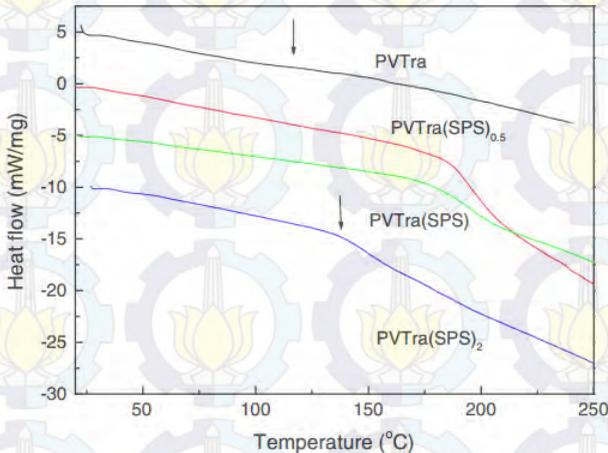
Pada Gambar 2.15 terdapat titik serapan pada 1125 cm<sup>-1</sup> dan 1200 cm<sup>-1</sup> yang berfungsi sebagai puncak getaran simetris dan asimetris -SO<sub>3</sub>H. Karakteristik kelompok

*tetrazoles* terdapat pada puncak  $1400 - 1650 \text{ cm}^{-1}$ . Perlu diketahui pada puncak  $1400 - 1650 \text{ cm}^{-1}$  berpindah ke gelombang yang lebih rendah dan cenderung lebih luas dengan menambahkan kandungan SPS, hal inilah yang menunjukkan bahwa adanya interaksi antara asam sulfat dan kelompok *tetrazoles*.



**Gambar 2.14** Hasil uji TGA pada (a) PVTra(SPS)<sub>0.5</sub>; (b) PVTra(SPS); (c) PVTra(SPS)<sub>2</sub>; (d) PVTra (Jinhuan Li dkk, 2014)

Pada Gambar 2.16 menunjukkan perbandingan hasil kurva dari PVTra(SPS)<sub>x</sub> dengan PVTra. Pada PVTra ditunjukkan bahwa temperatur degradasi terjadi pada  $\sim 400^\circ\text{C}$  dari degradasi rantai utama. Untuk membran komposit menunjukkan dua tahap degradasi yaitu pada  $200 - 250^\circ\text{C}$  dan  $250 - 400^\circ\text{C}$ . Degradasi yang terjadi pada temperatur yang lebih rendah dibandingkan PVTra dapat dijelaskan dalam gugus asam sulfonat.



**Gambar 2.15** Hasil uji DSC pada tiap membran (Jinhuan Li dkk, 2014)

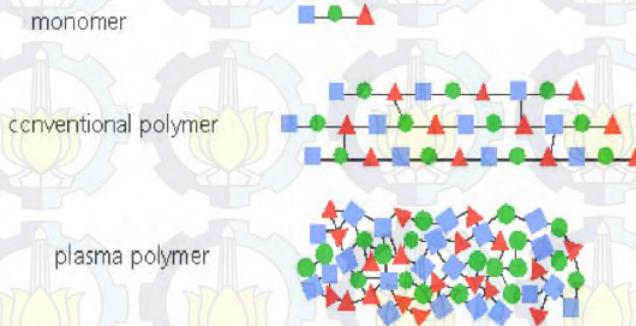
Pada Gambar 2.17 menunjukkan kurva DSC, temperatur *glass transition* ( $T_g$ ) dari PVTra telah ditetapkan sekitar  $115^\circ\text{C}$  dan PVTra(PS)<sub>2</sub> sekitar  $140^\circ\text{C}$ .  $T_g$ S dari dua sampel lainnya tidak dapat dengan mudah untuk dideteksi sebelum dekomposisi. Telah dilakukan pengujian sebelumnya bahwa  $T_g$  dari PS dengan sulfonasi tinggi tidak dapat diketahui oleh DSC. Hal ini dapat diterima karena interaksi yang kuat diantara basis dan kelompok asam.

Membran komposit PVTra(PS)<sub>x</sub> diperoleh dengan memadukan rasio perbedaan PVTra untuk solusi SPS. Temperatur degradasi membran ditunjukkan pada  $180^\circ\text{C}$ . Membran dengan komposisi isi SPS yang besar tidak cocok untuk aplikasi PEM karena penyerapan air yang berlebihan. Namun, pada PVTra(PS)<sub>2</sub> menunjukkan konduktivitas proton yang lebih tinggi ( $4 \times 10^{-2} \text{ S/cm}$  pada temperatur  $120^\circ\text{C}$

tanpa pasokan ekstra kelembapan) dan dapat memberikan aplikasi sel bahan bakar pada temperatur tinggi dengan kelembapan rendah. Uap air yang ditahan oleh SPS mempunyai peran penting dalam menurunkan energi aktivasi untuk produksi proton. Kontribusi ini menunjukkan metode yang digunakan dengan memadukan polimer heterosiklik dan polimer yang tersulfonasi untuk membuat membran sel bahan bakar pada temperatur tinggi yang mana polimer heterosiklik memberikan pergerakan proton oleh difusi konstruksi dan polimer yang tersulfonasi menahan uap air untuk menjalankan konduksi proton (Jinhuan Li, 2014)

## 2.8 Proses Pembuatan Membran PEMFC

Pembuatan membran PEMFC dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu metode polimerisasi pencangkakan dengan iradiasi UV, metode polimerisasi ikat silang (*crosslinking*), metode polimerisasi pencangkakan dengan menggunakan plasma, metode sol-gel dan metode polimerisasi langsung.



**Gambar 2.16** Struktur rantai polimer yang dibuat dengan metode yang berbeda. (Peighamardoust, 2010)

Metode konvensional seperti sol-gel dan polimerisasi langsung membentuk struktur rantai yang cenderung linier seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.10. Sedangkan metode plasma polimer membentuk struktur rantai yang menyerupai jaringang akibat banyak terjadi ikat silang. Struktur rantai jaring cenderung memiliki kestabilan termal yang lebih baik. Namun metode ini sangat sulit dilakukan dan mahal.

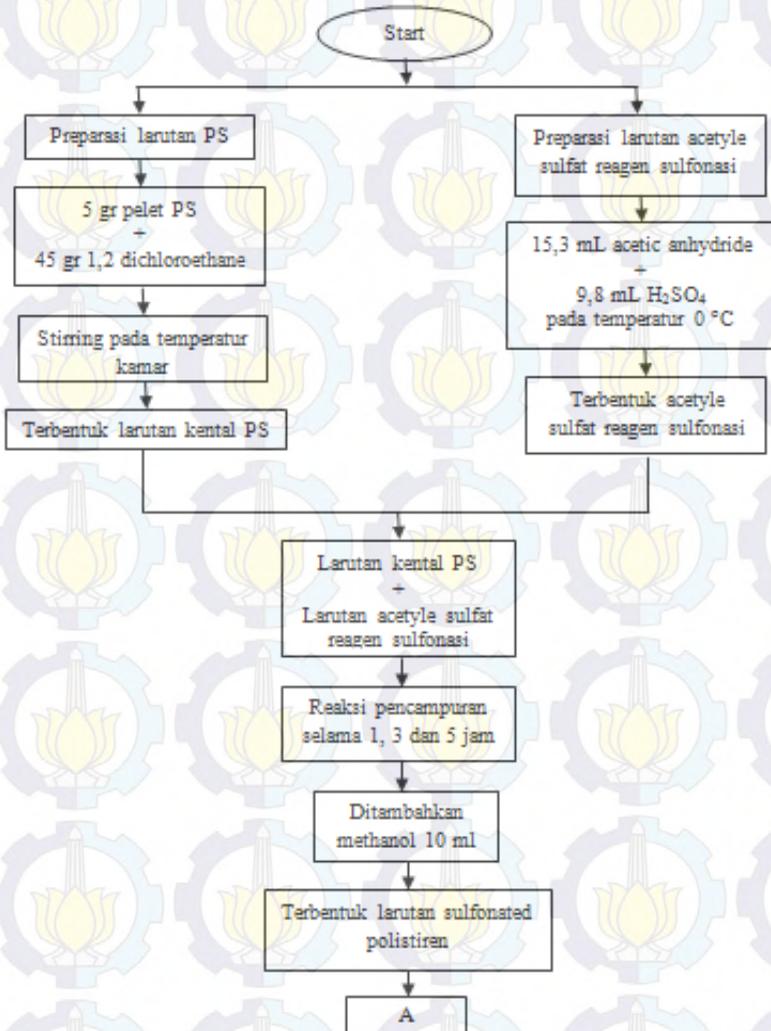
Dalam dunia industri, polimer komoditi yang sudah mengalami polimerisasi kemudian dibuat menjadi produk jadi atau pelet dapat diolah kembali menjadi bentuk sesuai kebutuhan dengan menggunakan dua metode yaitu dengan cara dilelehkan kemudian dicetak ulang atau dengan cara dilarutkan ke dalam sebuah pelarut kemudian dicetak ulang. Proses pelehan dan pelarutan ini juga dapat dilakukan pada lingkup ekstraksi pemurnian suatu jenis polimer dari barang bekas hingga pembuatan produk hasil daur ulang. Proses pemurnian dengan pelelehan dilakukan dengan memanfaatkan perbedaan temperatur leleh dari masing-masing polimer sedangkan proses pemurnian dengan pelarutan dilakukan dengan memanfaatkan kelarutan polimer pada pelarut yang berbeda-beda atau pelarut yang sama tetapi butuh temperatur proses yang berbeda.

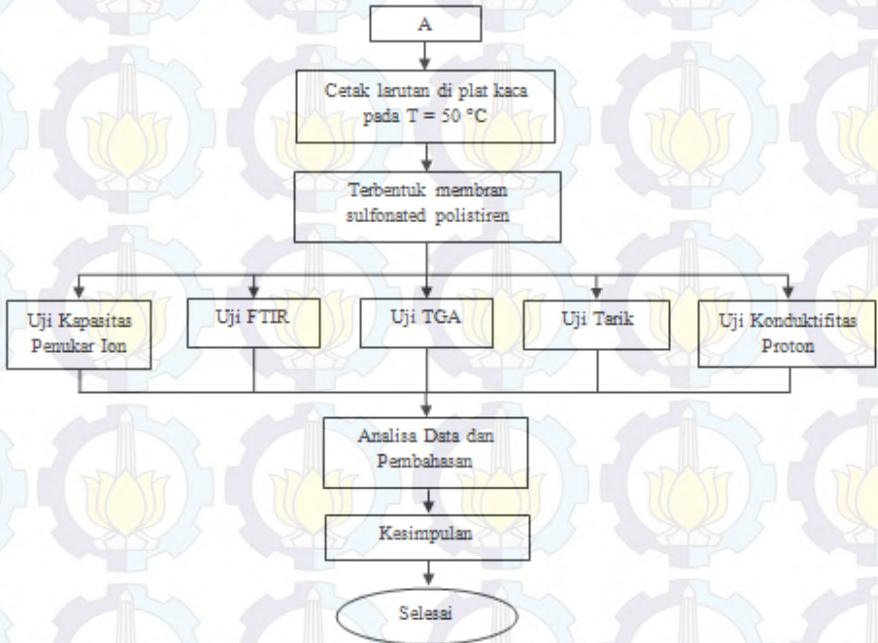
*Halaman ini sengaja dikosongkan*



## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Diagram Alir Penelitian



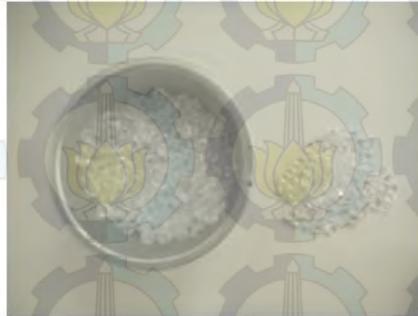


### 3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. Pelet polistirena (PS)

Polistiren ini dari Denka Stylol PTE LTD. Polistiren digunakan sebagai bahan dasar pembuatan membran.



**Gambar 3.1** Pelet Polistiren

2. Acetic anhydride ( $C_4H_6O_3$ )

Larutan yang dipakai memiliki kemurnian 96%. Larutan ini berfungsi sebagai reaktan untuk membuat agen sulfonasi.



**Gambar 3.2** Acetic anhydride

### 3. Asam sulfat ( $H_2SO_4$ )

Larutan yang dipakai memiliki kemurnian 98%. Larutan ini digunakan sebagai reaktan pembuatan agen sulfonasi. Serta, digunakan pada pengujian konduktivitas proton membran polimer.



**Gambar 3.3** Asam Sulfat

### 4. 1,2 dichloroethane ( $C_2H_4Cl_2$ )

Larutan yang dipakai dari Merck KGaA Jerman dengan kemurnian 99,5%. Larutan ini digunakan sebagai pelarut polistiren.



**Gambar 3.4** 1,2 dichloroethane

5. Air suling/ aquades ( $H_2O$ )  
Aquades berfungsi sebagai pembilas membran untuk menghilangkan asam asetat.



**Gambar 3.5** Aquades

6. HCl  
Larutan HCl digunakan untuk uji sifat kapasitas penukar ion pada membran polimer.



**Gambar 3.6** HCl

42

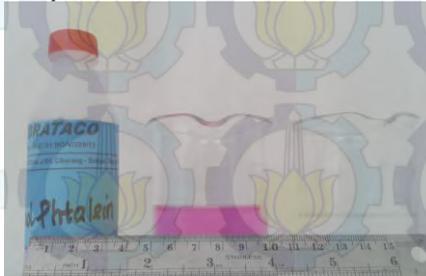
## 7. NaOH

Serbuk NaOH dengan kemurnian 98% dari SAP Chemical. NaOH digunakan untuk menguji sifat kapasitas penukar ion pada membran polimer.

**Gambar 3.7 NaOH**

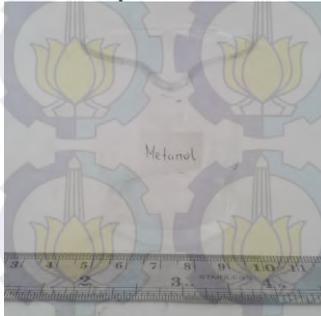
## 8. Indikator PP (fenolftalein)

Indikator fenolftalein untuk uji sifat kapasitas penukar ion pada membran polimer.

**Gambar 3.8 Indikator PP**

## 9. Methanol

Methanol digunakan untuk menghentikan proses sulfonasi pada membran sulfonat polistiren.



**Gambar 3.9** Methanol

### 3.3 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

#### 1. Neraca Analitik

Alat ini digunakan untuk menimbang massa dari semua bahan yang digunakan.



**Gambar 3.10** Neraca analitik

44

2. Mikrometer Sekrup

Alat ini digunakan untuk mengukur ketebalan membran.



**Gambar 3.11** Mikrometer Sekrup

3. Pipet

Pipet yang digunakan disini adalah pipet standar untuk mengambil larutan.



**Gambar 3.12** Pipet

4. Hot plate with magnetic stirrer

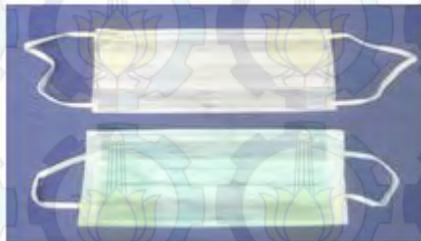
Alat ini digunakan untuk mencampur dan memanaskan larutan agar partikel homogen serta mempermudah larutnya polimer dan reagen sulfonasi dalam pelarut.



**Gambar 3.13** Hot plate

5. Masker

Digunakan untuk menghindari terhirupnya uap beracun.

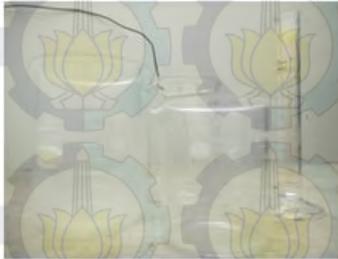


**Gambar 3.14** Masker

46

6. Gelas beaker

Digunakan untuk meletakkan dan menghitung volume larutan.



**Gambar 3.15** Gelas beaker

7. Aluminium foil

Digunakan untuk mencegah penguapan pelarut saat proses pelarutan Polistiren (PS) dan reagen sulfonasi



**Gambar 3.16** Aluminium Foil

8. Plat kaca 21 x 21cm  
Digunakan sebagai cetakan membran.



**Gambar 3.17** Cetakan kaca

9. Kapasitas Penukar Ion (IEC)  
Digunakan untuk mengukur konsentrasi relative dari kelompok asam dalam membran polimer.

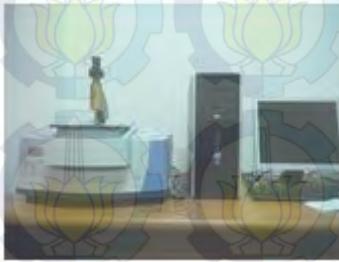
10. Thermogravimetric Analysis (TGA)  
Digunakan untuk mengetahui degradasi membran pada saat berada pada temperature tinggi sehingga dapat terlihat kestabilan termal membrane.



**Gambar 3.18** Alat uji Termal

### 11. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Alat ini digunakan untuk merekam spektrometer infra merah yang diserap membran polimer sehingga dapat diketahui jenis ikatan yang ada pada membran



**Gambar 3.19** Alat uji FTIR

### 12. *Electro Impedance Spectroscopy (EIS)*

Alat ini digunakan untuk mendapatkan kurva impedansi dari membran yang dapat menunjukkan nilai hambatan membran kemudian nilai konduktivitas proton dari membran dapat dihitung.



**Gambar 3.20** Alat uji konduktifitas proton

### 13. Pengujian Tarik

Pengujian ini bertujuan untuk mendapatkan Tensile Strength, Elongation, dan Tensile Modulus dari membran polistiren dan sulfonasi polistiren.



**Gambar 3.21** Alat uji tarik

---

### 3.4 Langkah – Langkah Penelitian

#### 3.4.1 Proses Pembuatan Larutan Polistiren

1. Siapkan alat dan bahan yang dibutuhkan
2. Pengukuran berat 5 gr pelet polistirena
3. Pelet polistiren dilarutkan dalam 45 gr 1,2 dichloroethane pada temperatur kamar.
4. Terbentuk larutan polistiren.

#### 3.4.2 Proses Pembuatan Reagen Sulfonasi

1. Siapkan alat dan bahan yang dibutuhkan
2. Gelas beker dimasukkan kedalam wadah yang telah berisi es batu.
3. Pengukuran 15,3 gr acetic anhydride kemudian campurkan dengan 9,8 gr  $H_2SO_4$  pada temperatur  $0^{\circ}C$ .
4. Larutan yang ada dalam wadah es diletakkan pada hot plate dan diberi *magnetic stirrer* kemudian di stirring.
5. Didapatkan acetic sulfat murni sebagai reagen sulfonasi.

#### 3.4.3 Proses Pembuatan Membran Sulfonat Polistiren

Untuk pembuatan membran sulfonat polistiren pada riset ini dilakukan pada beberapa variabel komposisinya sebagai berikut.

1. Siapkan larutan polistiren dan reagen sulfonasi yang telah dibuat.
2. Campurkan larutan polistiren dan reagen sulfonasi dengan variasi reaksi waktu selama 1 jam, 3 jam dan 5 jam.
4. Kemudian di stirring pada temperatur kamar
5. Setelah mencapai waktu reaksi (1 jam, 3 jam dan 5 jam) yang ditentukan, reaksi pencampuran dihentikan dengan menambahkan 10 ml methanol.
6. Kemudian terbentuk larutan sulfonat polistiren.
7. Panaskan plat kaca pada *hot plate* di temperatur  $50^{\circ}C$
8. Kemudian cetak larutan sulfonat polistiren dengan metode *solution casting* pada plat kaca yang telah dipanaskan.

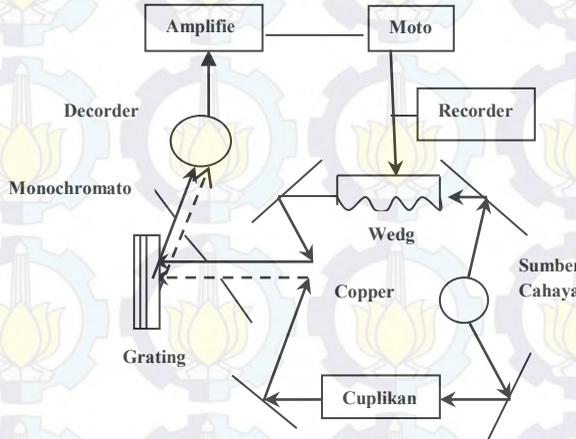
9. Setelah dipanaskan selama 4 jam akan terbentuk membran sulfonat polistiren.
10. Kemudian membran sulfonat polistiren yang terbentuk dilakukan pengujian.
11. Setelah itu data yang didapat dianalisis dan disimpulkan.
12. Selesai

### **3.5 Pengujian**

#### **3.5.1 Pengujian *Fouried Transform Infra Red (FTIR)***

Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui ikatan-ikatan kimia yang ada pada membran polimer. Ikatan tersebut ditunjukkan dengan puncak-puncak yang dihasilkan dari penyerapan spektrum inframerah yang ditembakkan pada sampel membran. Masing-masing jenis ikatan pada polimer memiliki daerah puncak penyerapan yang memiliki karakteristik berbeda-beda. Dengan melihat puncak yang ada maka dapat disesuaikan dengan referensi terkait jenis ikatan tersebut sehingga dapat digunakan untuk memprediksi struktur kimia dari polimer serta tingkat sulfonasi pada polimer.

Adapun cara kerja FTIR seperti berikut ini: Mula mula zat yang akan diukur diidentifikasi, berupa atom atau molekul. Sinar infra merah yang berperan sebagai sumber sinar dibagi menjadi dua berkas, satu dilewatkan melalui sampel dan yang lain melalui pembanding.

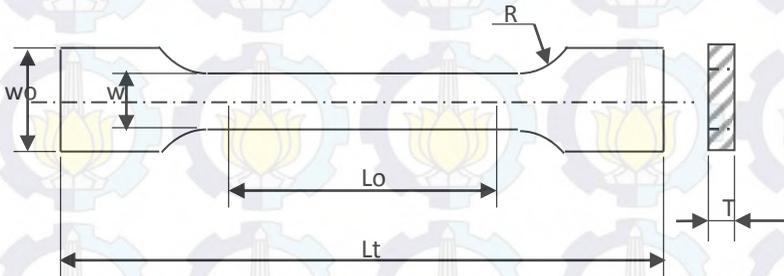


**Gambar 3.22** Skema mesin FTIR

### 3.5.2 Pengujian Tarik

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui sifat mekanik material kuat tarik yang mengacu pada ASTM D638M. Kekuatan tarik menunjukkan kemampuan untuk menerima beban atau tegangan tanpa menyebabkan komposit menjadi rusak atau putus. Ini dinyatakan dengan tegangan maksimal sebelum putus yaitu *ultimate tensile strength* (UTS).

Pengujian ini bertujuan untuk mendapatkan *Tensile Strength*, *Elongation*, dan *Tensile Modulus* dari membran sulfonat polistiren. Setelah pengujian akan didapatkan kurva Tegangan-Regangan.



**Gambar 3.23** Spesimen Uji Tarik (ASTM D638M)

Menurut ASTM D638M untuk jenis spesimen yang digunakan pada riset ini ketebalannya kurang dari 4mm dan masuk ke golongan V. Untuk klasifikasi ukuran dari spesimen uji tarik dapat dilihat di tabel dibawah ini.

**Tabel 3.1** Dimensi spesimen dilihat dari tipe ketebalan

Dimensions (see drawings)	7 (0.28) or under		Over 7 to 14 (0.28 to 0.55), incl		4 (0.16) or under		Tolerances
	Type I	Type II	Type III	Type IV <sup>B</sup>	Type V <sup>C,D</sup>		
W—Width of narrow section <sup>F</sup>	13 (0.50)	6 (0.25)	19 (0.75)	6 (0.25)	3.18 (0.125)	±0.5 (±0.02) <sup>A,C</sup>	
L—Length of narrow section	57 (2.25)	57 (2.25)	57 (2.25)	33 (1.30)	9.53 (0.375)	±0.5 (±0.02) <sup>C</sup>	
WO—Width overall, min <sup>G</sup>	19 (0.75)	19 (0.75)	29 (1.13)	19 (0.75)	...	+ 6.4 ( + 0.25)	
WO—Width overall, min <sup>G</sup>	...	...	...	...	9.53 (0.375)	+ 3.18 ( + 0.125)	
LO—Length overall, min <sup>H</sup>	185 (6.5)	183 (7.2)	248 (9.7)	115 (4.5)	63.5 (2.5)	no max (no max)	
G—Gage length <sup>I</sup>	50 (2.00)	50 (2.00)	50 (2.00)	...	7.62 (0.300)	±0.25 (±0.010) <sup>C</sup>	
G—Gage length <sup>I</sup>	...	...	...	25 (1.00)	...	±0.13 (±0.005)	
D—Distance between grips	115 (4.5)	135 (5.3)	115 (4.5)	65 (2.5) <sup>J</sup>	25.4 (1.0)	±5 (±0.2)	
R—Radius of fillet	76 (3.00)	76 (3.00)	76 (3.00)	14 (0.56)	12.7 (0.5)	±1 (±0.04) <sup>C</sup>	
RO—Outer radius (Type IV)	...	...	...	25 (1.00)	...	±1 (±0.04)	

Sumber : ASTM D638M

Kekuatan Tarik 
$$\sigma_{ultimate} = \frac{P_{ultimate}}{A} \dots\dots\dots (3.4)$$

Elongasi 
$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \dots\dots\dots (3.5)$$

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \text{ (pada daerah elastis) } \dots\dots\dots$$

Modulus Young  
(3.6)

Dimana :

P = beban yang diberikan pada specimen (N)

A = luas penampang specimen ( $\text{mm}^2$ )

$\Delta L$  = pertambahan panjang (mm)

$L_0$  = panjang awal specimen (mm)

### 3.5.3 Pengujian *Thermo Gravimetric Analysis* (TGA)

Pengujian TGA dengan menggunakan alat TGA STAR<sup>e</sup> System. *Thermogravimetric Analysis* (TGA) adalah alat pengukuran perubahan massa yang terjadi akibat dari perubahan temperatur. TGA dapat digunakan untuk mendeteksi perubahan massa sample (*weight loss*). Analisa tersebut bergantung pada tiga pengukuran yaitu berat, temperatur, dan perubahan temperatur. Analisa termal gravimetri merupakan metode analisis yang menunjukkan sejumlah urutan dari lengkungan termal, kehilangan berat dari bahan setiap tahap, dan temperatur awal penurunan. Analisa termal gravimetric dilakukan untuk menentukan kandungan pengisi dan kestabilan termal dari suatu bahan.

Metode TGA ini mengukur berkurangnya massa material ketika dipanaskan dari suhu kamar sampai suhu tinggi yang biasanya sekitar 900<sup>o</sup>C. Alat TGA dilengkapi dengan timbangan mikro didalamnya sehingga secara otomatis berat sampel setiap saat bisa terekam dan disajikan dalam tampilan grafik. Pada pemanasan yang terus menerus dari temperatur kamar, maka pada temperatur-temperatur tertentu material akan kehilangan cukup signifikan dari massanya. Kehilangan massa pada temperatur tertentu dapat mengindikasikan kandungan dari bahan uji, meski tidak bisa secara spesifik merujuk pada suatu senyawa tertentu seperti yang misalnya ditunjukkan oleh puncak – puncak dari

histogram FTIR. Sehingga biasanya TGA digunakan untuk melakukan analisa *proximate* seperti kadar air, kadar senyawa volatil dan kadar abu dalam bahan. Membran yang telah dipotong sehingga berukuran kecil dimasukkan ke dalam cawan kecil dari bahan platina, atau alumina ataupun teflon seperti pada Gambar 3.21. Pemilihan bahan dari cawan ini perlu disesuaikan dengan bahan uji. Pastikan bahan uji tidak bereaksi dengan bahan cawan serta tidak lengket ketika dipanaskan.



**Gambar 3.24** Alat Pengujian TGA

### 3.5.1 Pengujian Kapasitas Penukar Ion (IEC)

Pengujian IEC dilakukan dengan mengukur konsentrasi relatif dari kelompok asam dalam membran polimer. Konduktivitas proton dan daya serap air sangat berpengaruh pada unit konduksi ion dalam membrane polimer. Kandungan

ion merupakan dikarakterisasi dengan massa membran kering per molar equivalen dari konduktor ion yang terukur sebagai IEC dalam satuan miliequivalen per gram (mequiv/gr atau mmil/gr).

Pengukuran IEC menggunakan metode titrasi. 0,2 gr membran direndam dalam 100ml larutan NaOH 0,1N pada temperatur kamar selama 24 jam. Setelah itu, ambil 50ml larutan NaOH yang digunakan untuk merendam membran yang kemudian dititrasi dengan larutan HCl 0,1N menggunakan indikator PP. Nilai IEC pada membran polimer dihitung dengan menggunakan persamaan berikut

$$E \text{ (meq/g)} = \frac{2(V_{\text{NaOH}}N_{\text{NaOH}} - V_{\text{HCl}}N_{\text{HCl}})}{W_d} \dots\dots\dots (3.1)$$

Dimana  $V_{\text{NaOH}}$  merupakan volume larutan NaOH yang digunakan pada proses titrasi (50 ml),  $V_{\text{HCl}}$  merupakan volume larutan HCl yang dikonsumsi pada saat titrasi,  $N_{\text{NaOH}}$  merupakan normalitas dari NaOH (0,1 N),  $N_{\text{HCl}}$  merupakan normalitas dari HCl (0,1 N) dan  $w_d$  merupakan berat membran yang direndam. (J.-P. Shin, 2005)

### 3.5.4 Pengujian Konduktifitas Proton

Konduktivitas proton dari membran dalam arah melintang diukur dalam sel konduktivitas dengan *Frequency Response Analyser* (FRA) dengan alat *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS). *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) adalah suatu alat untuk menganalisa suatu elektroda terhadap sinyal potensial AC pada amplitudo rendah (~10 mV) dari rentang frekuensi yang sangat lebar. Pada prinsipnya, EIS digunakan untuk menentukan parameter kinetika elektrokimia berkaitan dengan unsur-unsur listrik seperti tahanan R, kapasitansi C dan induksi L.

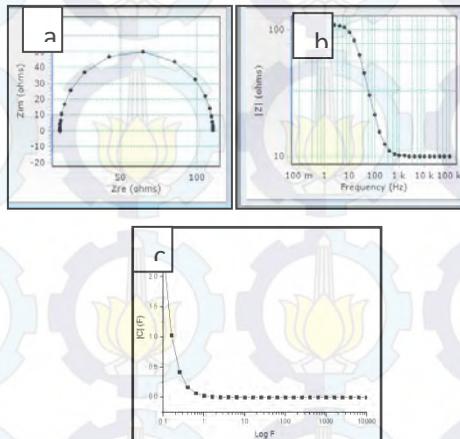
Tahanan listrik dalam EIS dinyatakan dengan impedansi (Z) yaitu ukuran kemampuan suatu rangkaian

dalam menahan aliran arus listrik. Dalam impedansi, sinyal potensial dan arus AC berada dalam fase berbeda dan nilainya dipengaruhi oleh frekuensi. EIS diukur melalui potensial AC yang dialirkan pada sel elektrokimia untuk mengetahui besar arus yang mengalir dalam sistem.

Impedansi dari sistem sel elektrokimia  $Z$ , ditentukan berdasarkan analogi hukum Ohm seperti persamaan di bawah ini. Dengan  $\omega$  adalah frekuensi radial,  $\omega = 2\pi f$  (rad/sekon), dimana  $f$  adalah frekuensi (Hz).

$$Z = \frac{E_t}{I_t} = \frac{\sin \omega t E_o}{\sin \omega t + \phi I_o} = Z_o \frac{\sin \omega t E}{\sin \omega t + \phi I} \dots (3.2)$$

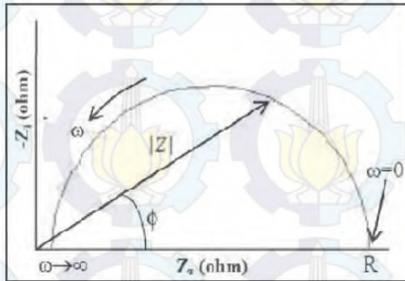
Dari hasil pengujian EIS diperoleh tiga grafik utama yaitu plot Nyquist, plot Bode  $[Z]$  dan plot Bode  $[C]$  seperti pada gambar 3.2 berikut ini.



**Gambar 3.25** Grafik hasil pengujian EIS: (a) plot Nyquist, (b) plot Bode  $[Z]$  dan (c) plot Bode  $[C]$

Plot Nyquist menjelaskan hubungan antara impedansi real ( $Z_{real}$ ) dan impedansi imajiner ( $Z_{im}$ ). Jika impedansi real

diletakkan pada sumbu-x dan impedansi imajiner pada sumbu y akan diperoleh aturan Nyquist. Berdasarkan aturan Nyquist, impedansi dapat dinyatakan sebagai vektor dengan panjang sudut antar vector dan sumbu-x adalah  $\phi$ , seperti gambar berikut:



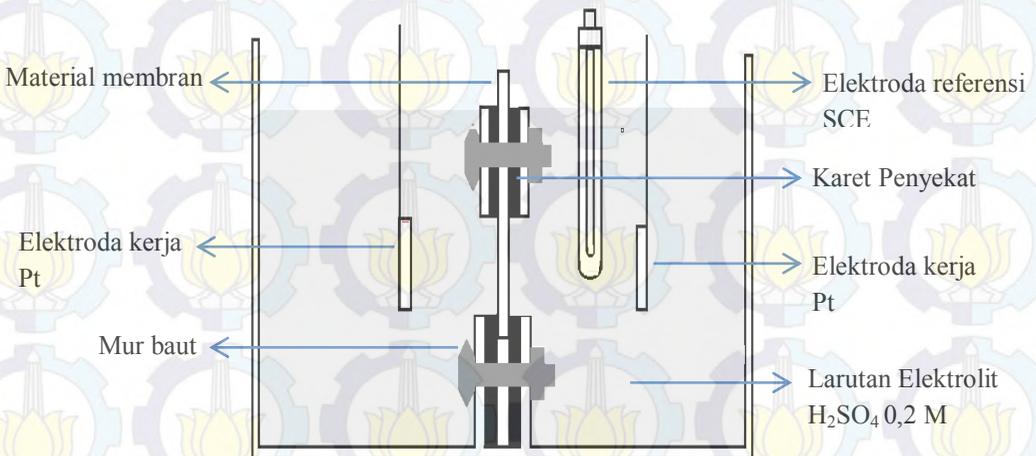
**Gambar 3.26** Aturan nyquist.

Grafik kedua hasil pengujian EIS yaitu Bode[Z] menjelaskan hubungan antara frekuensi (Hz) terhadap impedansi mutlak (Ohm). Pada umumnya semakin tinggi nilai frekuensi maka semakin kecil nilai impedansi mutlak. Sedangkan grafik ketiga yaitu Bode [C], menjelaskan hubungan antara frekuensi (Hz) terhadap kapasitansi. Dari Bode [C] dapat diketahui kapasitansi material tiap frekuensi yang berbeda.

Sebelum dilakukan pengukuran, membran direndam dalam larutan  $H_2SO_4$  selama 24 jam. Cairan pada permukaan segera dihilangkan kemudian membran polimer yang masih dalam keadaan mengembang segera diletakkan diantara kedua elektroda stainless steel sehingga membentuk sel. Pengukuran dilakukan pada frekuensi  $1-10^6$  Hz dengan amplitudo  $1 \times 10^{-5}$  A pada suhu kamar. Konduktivitas proton membran ( $\sigma$ ) memiliki satuan Ssiemens per centimeter (S/cm) dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$k = \frac{l}{RS} \dots\dots (3.3)$$

di mana  $l$  (cm) adalah jarak antar elektroda dan  $S$  (cm<sup>2</sup>) adalah luas area membran yang diuji, sedangkan  $R$  adalah tahanan membran pada keadaan khusus yang diperoleh dari pengukuran EIS (J-P. Shin, 2005).



**Gambar 3.27** Skema instalasi alat dan spesimen dalam uji impedansi

*Halaman ini sengaja dikosongkan*



---

## BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Preparasi Membran Sulfonat Polistiren (SPS)

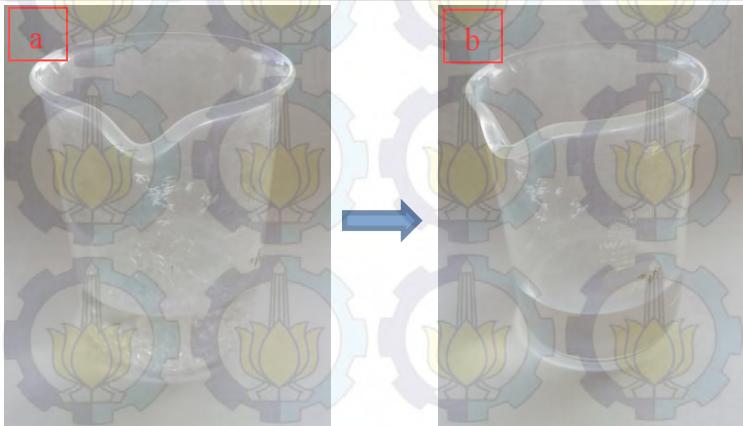
#### 4.1.1 Preparasi Membran Polistiren (PS)

Pada pembuatan membran polistiren dan membran sulfonat polistiren dibutuhkan proses untuk mengubah polistiren yang berbentuk pelet menjadi fasa cair agar dapat dicetak menjadi membran. Untuk mengubah menjadi fasa cair polimer pada penelitian ini dilakukan dengan melarutkan dalam sebuah pelarut.

Setiap jenis polimer dapat larut dalam jenis pelarut yang berbeda. Polimer memiliki parameter solubilitas. Pelarut dapat digunakan untuk melarutkan polimer apabila memiliki nilai parameter solubilitas yang mendekati nilai parameter solubilitas polimer yang ingin dilarutkan (Sperling, 1932).

Polistiren memiliki nilai parameter solubilitas  $9,1 \text{ (cal/cm}^3\text{)}^{1/2}$ . Pelarut yang digunakan adalah 1,2 dikloroetan (DCE) yang memiliki nilai parameter solubilitas sebesar  $9,8 \text{ (cal/cm}^3\text{)}^{1/2}$ . Nilai parameter solubilitas antara polistiren mendekati nilai parameter solubilitas 1,2 dikloroetan sehingga polistiren dapat larut dalam 1,2 dikloroetan.

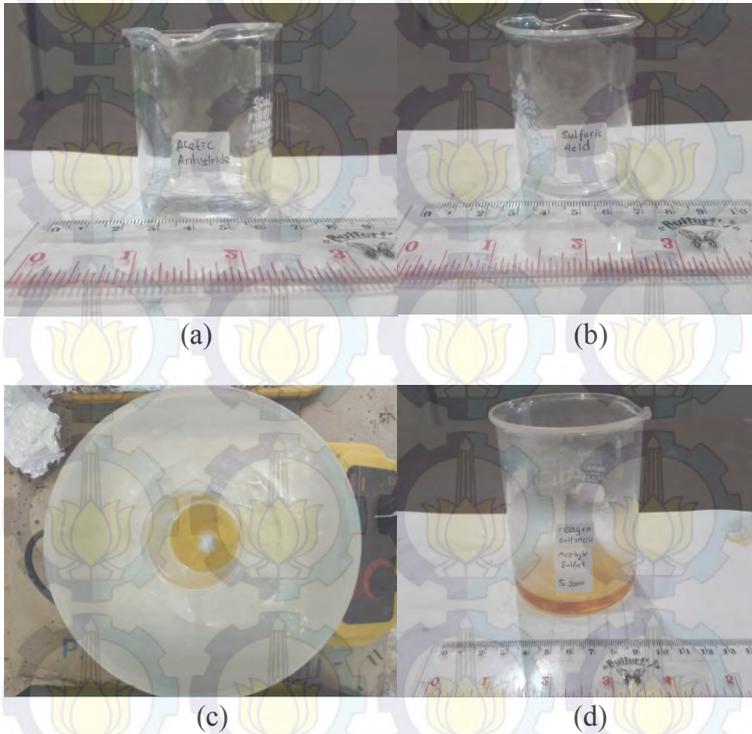
Proses pelarutan polistiren dilakukan dengan memasukkan ke dalam larutan 1,2 dikloroetan kemudian diaduk dengan kecepatan konstan pada temperature kamar selama lebih kurang 1 jam. Proses pelarutan ditunjukkan pada Gambar 4.1. terlihat pelet setelah dimasukkan kedalam pelarut dan belum larut. Pada Gambar 4.2 setelah proses pengadukan lebih kurang 1 jam pelet polistiren telah larut sempurna berubah menjadi fasa cair yang ditunjukkan dengan warnanya tampak bening seperti pelarut yang sebelumnya dan lebih kental.



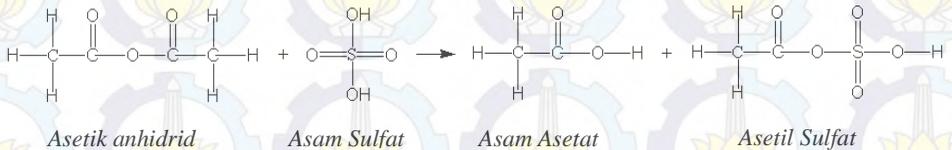
**Gambar 4.1** Fotograf proses pelarutan (a) Fotograf polistiren di dalam pelarut 1,2-dikloroetan dan (b) Fotograf larutan polistiren di dalam 1,2-dikloroetan setelah pengadukan selama 1 jam

#### 4.1.2 Preparasi Agen Sulfonasi

Pembuatan membran sulfonat polistiren diawali dengan membuat reagen asetil sulfat yang merupakan hasil reaksi antara asetik anhidrid dan asam sulfat dengan perbandingan mol 1,5 : 1. Pembuatan reagen dilakukan dalam gelas beker yang dikelilingi es batu karena pada saat proses reaksi dihasilkan panas dan uap. Reaksi ini dilakukan pada temperatur rendah agar asap hasil reaksi dapat terkondensasi sehingga tidak keluar dari gelas beker. Reaksi ini terjadi dapat dilihat dari perubahan warna yang awal mula warna dari asetik anhidrid dan asam sulfat sebagai reaktan adalah bening kemudian menjadi jingga setelah direaksikan. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.2.



**Gambar 4.2** Preparasi agen sulfonasi asetil sulfat (a) acetic anhydride, (b) asam sulfat, (c) pencampuran asetik anhidrid dan asam sulfat dengan pendinginan es dan (d) agen sulfonasi asetil sulfat setelah reaksi 1 jam.



**Gambar 4.3** Reaksi kimia sintesis agen sulfonasi asetil sulfat

Mol polistiren yang akan direaksikan harus lebih kecil sehingga reaksi terjadi searah. Menentukan mol polistiren

digunakan untuk mengetahui berat polistiren yang akan dilarutkan dan kemudian direaksikan dengan acetyl sulfat. Pengukuran massa molekul relative polistiren dilakukan dengan menggunakan metode uji viskositas dan hasilnya dimasukkan dalam persamaan *Mark Houwink Sakurada*.

0,1 gram polistiren dilarutkan dalam 100 ml toluene. Kemudian diukur viskositas toluene murni dan viskositas larutan toluene dengan 0,1 % polistiren. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan viscometer pada temperature 25°C. Berdasarkan hasil pengukuran diperoleh data sebagai berikut :

$$\text{Viskositas toluena murni } (\eta) = 0,69 \text{ cst}$$

$$\text{Viskositas 0,1\% polistiren dalam toluene } (\eta) = 0,9 \text{ cst}$$

$$\eta_{\text{real}} = \frac{\eta_{\text{larutan toluena 0,1\% polistirena}}}{\eta_{\text{toluena murni}}} = \frac{0,9}{0,69} = 1,304$$

$$\eta_{\text{spesifik}} = \eta_{\text{real}} - 1 = 1,304 - 1 = 0,304$$

$$\frac{\eta_{\text{spesifik}}}{c} = \frac{0,304}{0,001} = 3,04 \times 10^2 \text{ mL/gr}$$

$$\eta = K Mr^a$$

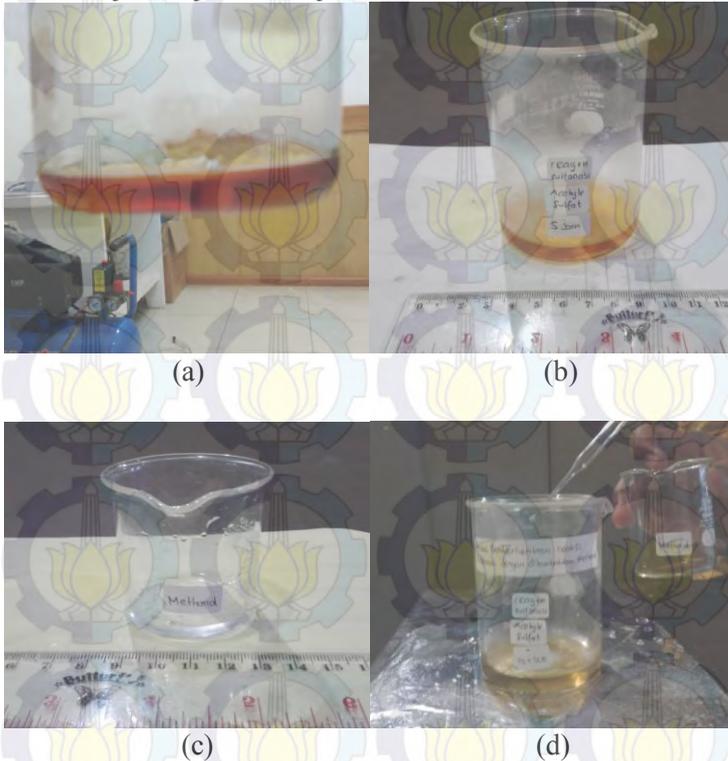
$$3,04 \times 10^2 = 9,77 \times 10^{-3} Mr^{0,73}$$

$$Mr = \frac{0,73}{\sqrt{9,77 \times 10^{-3}}} \sqrt{3,04 \times 10^2} = 1,428 \times 10^6 \text{ gr/mol}$$

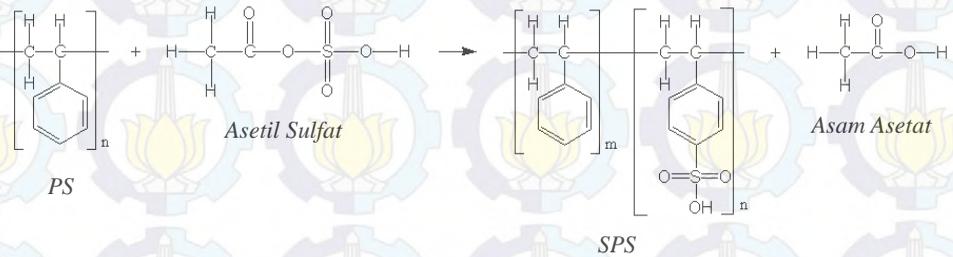
$$\eta_{\text{polistirena}} = \frac{5 \text{ gr}}{1,428 \times 10^6 \text{ gr/mol}} = 3,5 \times 10^{-6} \text{ mol.}$$

Mol polistiren yang rendah menyebabkan kecenderungan terjadi reaksi searah sehingga akan terbentuk produk sulfonat polistiren secara optimal.

Reagen asetil sulfat direaksikan dengan larutan polistiren yang telah dilarutkan dalam pelarut 1,2 dikloroetan. Reaksi dilakukan pada temperatur  $50^{\circ}\text{C}$  dengan variasi reaksi waktu selama 1 jam, 3 jam dan 5 jam.



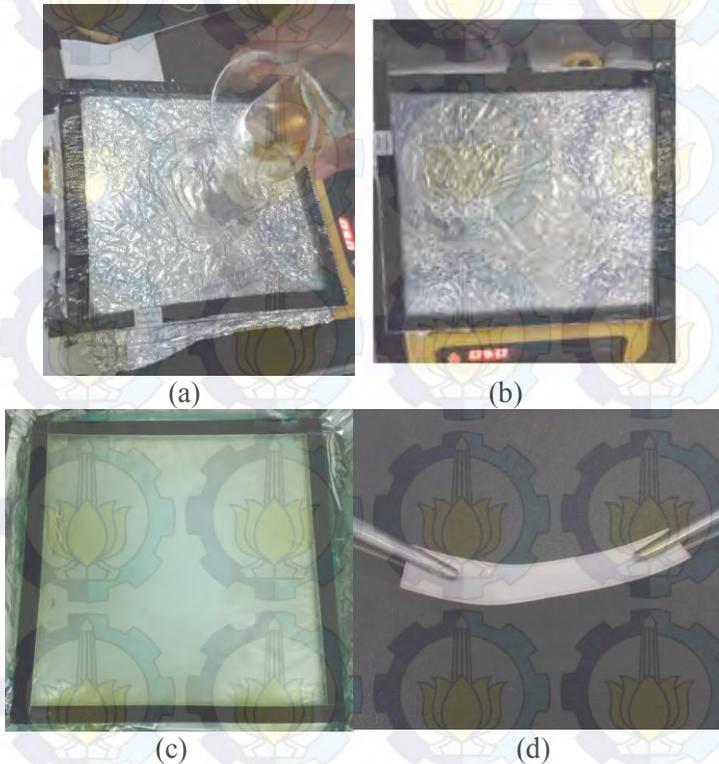
**Gambar 4.4** Proses sulfonasi polistiren (a) asetil sulfat, (b) pencampuran asetil sulfat dan larutan polistiren dengan waktu reaksi 5 jam, (c) methanol dan (d) terminasi reaksi dengan penambahan 10 ml methanol



**Gambar 4.5** Reaksi kimia sintesis sulfonasi polistiren

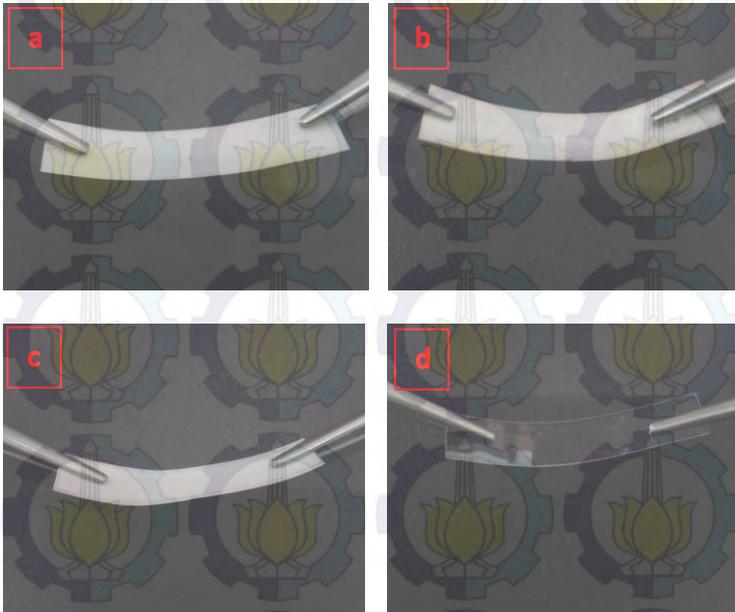
Gambar 4.4 menunjukkan proses sulfonasi polistiren. Setelah mencampurkan larutan polistiren dan reagen sulfonasi selama 5 jam. Reaksi dihentikan dengan menambahkan methanol sebanyak 10 ml kedalam larutan secara perlahan. Saat terminasi reaksi terbentuk gumpalan padat sulfonat polistiren yang kemudian diaduk selama lebih kurang 1 jam hingga larut. Kemudian larutan tersebut dituang ke cetakan plat kaca.

Gambar 4.6 menunjukkan proses penuangan sulfonat polistiren ke plat kaca yang kemudian dipanaskan pada temperatur  $50^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam untuk meguapkan pelarut 1,2 dichloroethane. Setelah dipanaskan akan didapatkan membran sulfonat polistiren yang berwarna putih. Kemudian membran dilepas dari cetakan kaca. Pembuatan reagen hingga reaksi sulfonasi polistiren akan menghasilkan senyawa lain yaitu asam asetat. Asam asetat pada membran dapat dibersihkan dengan membilas membran menggunakan aquades.



**Gambar 4.6** Proses preparasi membran sulfonasi polistiren (a) penuangan larutan ke cetakan kaca, (b) pengeringan larutan membran pada temperatur  $50^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam, (c) membran setelah pengeringan dan (d) potongan membran sulfonat polistiren.

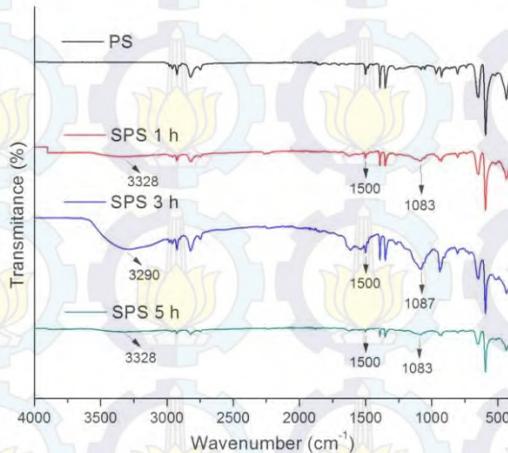
Gambar 4.7 menunjukkan fotograf membran. Dapat terlihat dari fotograf adanya perbedaan dari membran PS dan membran SPS. Untuk membran PS berwarna bening, dan membran SPS berwarna putih.



**Gambar 4.7** Fotograf potongan membran (a) SPS 1 jam; (b) SPS 3 jam; (c) SPS 5 jam; (d) PS

#### 4.2 Studi FTIR

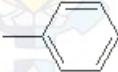
Pengujian *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR) dilakukan pada membran Sulfonasi Polistiren. Pada pengujian FT-IR sinar infrared dilewatkan pada sampel dengan tujuan beberapa radiasi infrared dapat diserap oleh spesimen dan beberapa radiasi di transmisikan. Sinar infrared yang ditransmisikan akan membentuk sebuah grafik yang memiliki *peak* khusus yang akan memberikan informasi ikatan tiap senyawa pada sampel. *Peak* grafik akan berada pada range 400 – 4000. Gambar 4.8 menunjukkan spektra inframerah membran polistiren dan membran sulfonat polistiren dengan variasi reaksi selama 1 jam, 3 jam dan 5 jam.



**Gambar 4.8** FTIR spektra membran

Tabel 4.1 menunjukkan puncak gelombang dari hasil pengujian FTIR pada material membran PS. Hasil pengujian didapatkan adanya deformasi ikatan C-C yang memiliki pita lemah pada nilai gelombang  $435 \text{ cm}^{-1}$  dan  $593 \text{ cm}^{-1}$  sebagai gugus alkana. Puncak gelombang  $646 \text{ cm}^{-1}$  teridentifikasi sebagai gugus fenil. Terbaca sebagai benzene yang tersubstitusi dalam struktur. Pada nilai gelombang  $1350 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1391 \text{ cm}^{-1}$  teridentifikasi sebagai gugus alkana dan terjadi vibrasi tekuk. Pada puncak  $1500 \text{ cm}^{-1}$  mengidentifikasi senyawa aromatic benzen. Ikatan C-H dalam gugus alkana terdeteksi pada nilai gelombang  $2840 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2924 \text{ cm}^{-1}$ .

**Tabel 4.1** Daerah serapan membran PS

Daerah Serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )	Ikatan	Gugus Fungsi
435	C-C	Alkana
593	C-C	Alkana
646		Fenil
803	C-C	Alkana
925	C-C	Alkana
1350	$\text{CH}_2$	Alkana
1391	$\text{CH}_2$	Alkana
1500	C=C	Aromatik benzen
2820	C-H	Alkana
2924	C-H	Alkana

Tabel 4.2 menunjukkan puncak ikatan yang ada pada material membran. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui hasil perbedaan spektroskopi dari material membran sulfonat polistiren (1 jam). Hasil pengujian FT-IR untuk membran sulfonat polistiren didapatkan vibrasi pada nilai gelombang  $594 \text{ cm}^{-1}$  yang memiliki deformasi pita lemah dan sekaligus puncak ikatan C-C dari ikatan polistiren. Gugus fenil pada polistiren juga dapat terlihat pada panjang gelombang  $647 \text{ cm}^{-1}$ . Pada nilai gelombang  $927 \text{ cm}^{-1}$  juga termasuk ikatan C-C yang memiliki regangan absorsi. Vibrasi juga terjadi pada nilai gelombang  $1083 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya regangan simetris yang merupakan ikatan  $\text{SO}_3\text{H}$  dari hasil sulfonasi. Sulfonat polistiren ditunjukkan pada rentang spektra  $1006 - 1156 \text{ cm}^{-1}$  (Inaki, 2013). Pada nilai gelombang  $1350 \text{ cm}^{-1}$  merupakan ikatan  $-\text{SO}_2-$  yang memiliki jenis regangan vibrasi (asimetris). Kemudian pada nilai gelombang  $1391 \text{ cm}^{-1}$  dengan ikatan  $\text{CH}_2$  yang memiliki vibrasi tekuk termasuk dalam ikatan polistiren. Pada panjang gelombang  $1500 \text{ cm}^{-1}$  teridentifikasi sebagai senyawa aromatic benzen. Pada nilai

gelombang  $2913\text{ cm}^{-1}$  terdapat regangan vibrasi yang merupakan puncak ikatan C-H dalam bentuk alkana. Dan pada hasil spektra SPS (1 jam) terdapat penambahan lekukan pada nilai gelombang  $3328\text{ cm}^{-1}$  yang termasuk gugus hidroksil  $\text{SO}_2\text{-OH}$  dan sisa molekul air yang ada pada membran.

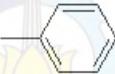
**Tabel 4.2** Daerah Serapan membran SPS 1

Daerah Serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )	Ikatan	Gugus Fungsi
594	C-C	Alkana
647		Fenil
927	C-C	Alkana
1083	$\text{SO}_3\text{H}$	Sulfon
1350	$-\text{SO}_2-$	Sulfon Organik
1391	$\text{CH}_2$	Alkana
1500	$\text{C}=\text{C}$	Aromatik benzene
1620	$\text{C}=\text{C}$	Alkena
2819	C-H	Alkana
2913	C-H	Alkana
3328	$\text{SO}_2\text{-OH} + \text{H}_2\text{O}$	Gugus Hidroksil

Tabel 4.3 menunjukkan nilai hasil pengujian FTIR membran sulfonat polistiren (3 jam). Hasil pengujian membran sulfonat polistiren (3 jam) didapatkan vibrasi awal pada nilai gelombang  $594\text{ cm}^{-1}$  yang memiliki deformasi lemah dan sekaligus puncak C-C dari ikatan polistiren. Gugus fenil pada polistiren juga dapat terlihat pada panjang gelombang  $647\text{ cm}^{-1}$ . Pada nilai gelombang  $939\text{ cm}^{-1}$  juga termasuk ikatan C-C yang memiliki regangan absorpsi dalam bentuk alkana. Vibrasi juga terjadi pada nilai gelombang  $1087\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan regangan simetris yang merupakan ikatan

SO<sub>3</sub>H dari hasil sulfonasi. Sulfonat polistiren ditunjukkan pada rentang spektra 1006 – 1156 cm<sup>-1</sup> (Inaki, 2013). Pada nilai gelombang 1350 cm<sup>-1</sup> dengan ikatan -SO<sub>2</sub>- yang memiliki regangan vibrasi (asimetris). Kemudian pada nilai gelombang 1391 cm<sup>-1</sup> juga terlihat adanya ikatan dari CH<sub>2</sub> yang memiliki vibrasi tekuk. Pada panjang gelombang 1500 cm<sup>-1</sup> teridentifikasi senyawa aromatic benzene. Pada nilai gelombang 2924 cm<sup>-1</sup> memiliki regangan vibrasi dan merupakan puncak dari ikatan C-H dalam bentuk alkana. Pada hasil spektra SPS (3 jam) juga terlihat dengan jelas adanya lekukan transmitansi tambahan sangat dalam pada nilai gelombang 3290 cm<sup>-1</sup> yang termasuk regangan gugus hidroksil SO<sub>2</sub>-OH dan sisa molekul air pada membran.

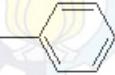
**Tabel 4.3** Daerah serapan membran SPS 3

Daerah Serapan (cm <sup>-1</sup> )	Ikatan	Gugus Fungsi
594	C-C	Alkana
645		Fenil
939	C-C	Alkana
1087	SO <sub>3</sub> H	Sulfon
1350	-SO <sub>2</sub> -	Sulfon Organik
1391	CH <sub>2</sub>	Alkana
1500	C=C	Aromatik benzen
1537	C=C	Alkena
1612	C=C	Alkena
2820	C-H	Alkana
2924	C-H	Alkana
3290	SO <sub>2</sub> OH + H <sub>2</sub> O	Gugus Hidroksil

Tabel 4.4 menunjukkan kurva hasil pengujian FTIR membran polistiren dan membran sulfonat polistiren (5 jam). Hasil pengujian membran sulfonat polistiren (5 jam)

didapatkan vibrasi awal pada panjang gelombang  $594\text{ cm}^{-1}$  yang memiliki deformasi lemah dan sekaligus puncak ikatan C-C dari ikatan polistiren. Gugus fenil pada polistiren juga dapat terlihat pada panjang gelombang  $647\text{ cm}^{-1}$ . Pada nilai gelombang  $927\text{ cm}^{-1}$  juga termasuk ikatan C-C yang memiliki regangan absorsi. Vibrasi juga terjadi pada nilai gelombang  $1083\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya regangan simetris yang merupakan ikatan  $\text{SO}_3\text{H}$  dari hasil sulfonasi. Sulfonat polistiren ditunjukkan pada rentang spektra  $1006 - 1156\text{ cm}^{-1}$  (Inaki, 2013). Pada nilai gelombang  $1350\text{ cm}^{-1}$  merupakan ikatan  $-\text{SO}_2-$  yang memiliki jenis regangan vibrasi (asimetris). Kemudian pada nilai gelombang  $1391\text{ cm}^{-1}$  dengan ikatan  $\text{CH}_2$  yang memiliki vibrasi tekuk termasuk dalam ikatan polistiren. Pada panjang gelombang  $1500\text{ cm}^{-1}$  termasuk senyawa aromatic benzen. Pada nilai gelombang  $2913\text{ cm}^{-1}$  terdapat regangan vibrasi yang merupakan puncak ikatan C-H dalam bentuk alkana. Dan pada hasil spektra SPS (1 jam) terdapat penambahan lekukan pada nilai gelombang  $3328\text{ cm}^{-1}$  yang termasuk gugus hidroksil  $\text{SO}_2\text{-OH}$  dan sisa molekul air yang ada pada membran.

**Tabel 4.4** Daerah Serapan membran SPS 5

Daerah Serapan (cm <sup>-1</sup> )	Ikatan	Gugus Fungsi
594	C-C	Alkana
645		Fenil
927	C-C	Alkana
1083	SO <sub>3</sub> H	Gugus Sulfon
1350	-SO <sub>2</sub> -	Sulfon Organik
1391	CH <sub>2</sub>	Alkana
1500	C=C	Aromatik benzen
1620	C=C	Alkena
2819	C-H	Alkana
2913	C-H	Alkana
3328	SO <sub>2</sub> -OH + H <sub>2</sub> O	Gugus Hidroksil

Dari hasil spektra FTIR didapatkan bahwa semua material membran berhasil disulfonasi. Ditunjukkan dengan teridentifikasinya vibrasi pada panjang gelombang 1083 cm<sup>-1</sup> dan 1087 cm<sup>-1</sup> yang merupakan ikatan SO<sub>3</sub>H dari hasil sulfonasi.

### 4.3 Kekuatan Tarik

Pengujian tarik ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kekuatan tarik membran Sulfonasi Polistiren. Pengujian tarik dilakukan dengan standar ASTM D638M. Sebelum dilakukan pengujian tarik, membran dipreparasi menjadi bentuk standar spesimen uji tarik. Setelah dilakukan pengujian tarik, didapatkan nilai kekuatan tarik, modulus young dan keuletan membran polistiren dan membran sulfonat polistiren yang ditunjukkan pada Gambar 4.10, Gambar 4.11, Gambar 4.12 dan Tabel 4.5.



**Gambar 4.9** Spesimen uji tarik

Tabel 4.5 menunjukkan kurva kekuatan tarik, modulus young dan elongation dari membran PS dan membran SPS. Kekuatan tarik membran PS sebesar 16 MPa. Penambahan gugus sulfonat dan variasi waktu reaksi sulfonasi pada membran polistiren mempengaruhi nilai kekuatan tarik membran. Membran SPS 1 mengalami peningkatan nilai kekuatan tarik menjadi 40 MPa. Kemudian, membran SPS 3 mengalami penurunan nilai kekuatan tarik menjadi 35 MPa dan membran SPS 5 pun mengalami penurunan nilai kekuatan tarik menjadi 30 MPa. Nilai kekuatan tarik tertinggi dimiliki oleh SPS 1. SPS 1 memiliki nilai kekuatan sebesar 40 MPa.

Modulus young membran polistiren memiliki nilai sebesar 3,66 GPa. Menambahkan gugus sulfonat dan variasi waktu reaksi sulfonasi pada membran polistiren mempengaruhi nilai modulus young pada membran. Pada membran SPS 1 terjadi peningkatan nilai modulus young menjadi 4,60 Gpa kemudian pada membran SPS 3 meningkat lagi menjadi 4,79 GPa dan terjadi penurunan pada membran SPS 5 menjadi 4,39 Gpa. Nilai modulus young tertinggi terlihat pada membran SPS 3.

Membran PS memiliki nilai elongation sebesar 3,72%. Dengan menambahkan gugus sulfonat dan variasi waktu reaksi sulfonasi pada membran polistiren mempengaruhi nilai keuletan pada membran. Pada membran SPS 1 terjadi peningkatan nilai elongation menjadi 7,22% kemudian terjadi penurunan elongation pada membran SPS 3 menjadi 6,30% dan pada membran SPS 5 pun mengalami penurunan nilai elongation menjadi 5,78%. Dari hasil perhitungan, nilai elongation tertinggi dimiliki oleh membran SPS 1. SPS 1 memiliki nilai keuletan sebesar 7,22%.

Tabel 4.5 menunjukkan pengaruh variasi waktu reaksi pada membran sulfonat polistiren. Dengan variasi waktu reaksi akan merubah sifat mekanik dari membran. Dengan penambahan sulfonasi pada membran polistiren dapat meningkatkan kekuatan tarik, modulus young dan elongation. Sedangkan variasi waktu reaksi menurunkan kekuatan tarik dan elongation. Pada modulus young pengaruh variasi waktu reaksi terjadi peningkatan pada membran SPS (1 jam) dan SPS (3 jam), sedangkan pada membran SPS (5 jam) terjadi penurunan.

Hal ini karena gugus sulfonat mampu meningkatkan ikatan antarmolekul. Gugus phenil yang telah berikatan dengan gugus  $\text{SO}_3\text{H}$  memiliki kutub negatif yang terletak pada atom O. Rantai PS memiliki gugus fungsi H yang menjadi kutub positif. Akibatnya terjadi proses tarik menarik antara kutub positif dan negatif yang membentuk ikatan hydrogen yang kuat.

**Tabel 4.5** Kekuatan tarik membran sulfonat polistiren.

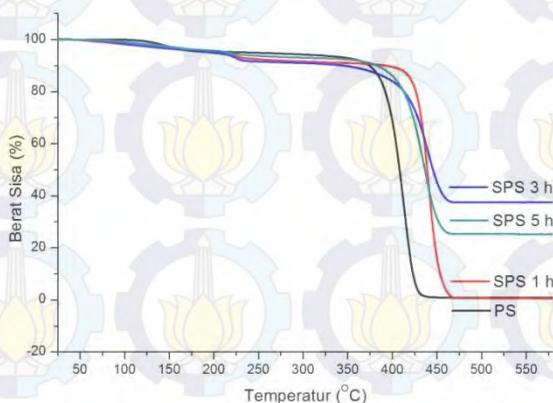
<b>Material Membran</b>	<b>Kekuatan Tarik (MPa)</b>	<b>Modulus Young (GPa)</b>	<b>Elongation (%)</b>
PS	16 ±1	3,66 ±0,04	3,72 ±0,16
SPS 1	40 ±2	4,60 ±0,01	7,22 ±0,32
SPS 3	35 ±7	4,79 ±0,13	6,30 ±1,51
SPS 5	30 ±5	4,39 ±0,08	5,78 ±0,11

#### 4.4 Studi Termal

Studi termal dilakukan dengan pengujian TGA. Pengujian ini dilakukan untuk menguji stabilitas termal dari membran polistiren dan membran sulfonasi polistiren dengan variasi waktu reaksi selama 1 jam, 3 jam dan 5 jam. Pengujian dilakukan dengan memanaskan membran dari temperatur 25 °C sampai dengan 600 °C dengan menggunakan alat Metler Toledo untuk mengetahui perubahan massa dari sampel membran terhadap kenaikan temperatur. Stabilitas thermal dari polimer dipengaruhi oleh 5% atau 10% pengurangan berat awal. Semakin tinggi temperatur yang dibutuhkan untuk menghasilkan 5% atau 10% pengurangan massa, semakin stabil jenis polimer tersebut. (Zhang, 2011)

Gambar 4.10 dan Tabel 4.6 menunjukkan stabilitas thermal dari membran polistiren dan membran sulfonat polistiren dengan variasi waktu reaksi. Membran PS mengalami pengurangan massa 5% pada temperatur 240 °C dan mengalami pengurangan 10% massa pada temperatur 374 °C. Residu yang tersisa pada temperatur 600 °C adalah 0.8% dari massa awal membran. Penambahan gugus sulfonat dan variasi waktu reaksi sulfonasi pada membran PS mempengaruhi stabilitas termal membran. Penambahan gugus sulfonat dan lama waktu reaksi menurunkan thermal stabilitas dan meningkatkan residu. Hal ini terjadi karena gugus sulfonat memiliki stabilitas termal yang rendah. SPS 1 mengalami pengurangan massa 5% pada temperatur 195°C dan mengalami pengurangan massa 10% pada temperatur

392°C. Massa yang tersisa pada temperatur 600°C adalah 3,8% dari massa awal membran. Membran SPS 3 mengalami pengurangan massa 5% pada temperatur 198°C dan mengalami pengurangan massa 10% pada temperatur 345°C. Massa yang tersisa pada temperatur 600°C adalah 37,4% dari massa awal membran. Membran SPS 5 mengalami pengurangan massa 5% pada temperatur 216°C dan mengalami pengurangan massa 10% pada temperatur 383°C. Massa yang tersisa pada temperatur 600°C adalah 25,3% dari massa awal membran.



**Gambar 4.10** Kurva stabilitas termal membran

**Tabel 4.6** Sifat Termal Membran

Material Membran	T (°C) 5% Loss	T (°C) 10% Loss	Berat Sisa (%wt)
PS	240	374	0.8
SPS 1	195	392	3.8
SPS 3	198	345	37.4
SPS 5	216	383	25.3

Membran PS dan membran SPS memiliki stabilitas termal yang baik untuk aplikasi pada PEMFC yang memiliki

temperatur kerja 80°C hingga 100°C. Hasil pengujian TGA menunjukkan lama reaksi sulfonasi dapat meningkatkan stabilitas termal dari membran SPS.

#### **4.5 IEC (*Ion Exchange Capacity*)**

Pengujian IEC ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan membran untuk melepaskan ion hidrogen. Pengujian ini dilakukan dengan metode titrasi. Membran 0,2 gr direndam dalam larutan 100 ml larutan NaOH 0,1 N selama 24 jam. Setelah direndam, larutan NaOH diambil sebanyak 50 ml lalu ditetesi indikator fenolftalein hingga berubah warna menjadi merah muda. Larutan tersebut kemudian di titrasi dengan larutan HCl 0,1 N. Titrasi dilakukan untuk mengukur volume HCl yang dikonsumsi untuk merubah larutan menjadi bening.

Nilai IEC membran polistiren dan sulfonat polistiren ditunjukkan pada Tabel 4.7. Membran PS memiliki nilai IEC sebesar 4,22 meq/gr. Penambahan gugus sulfonat dan variasi waktu reaksi sulfonasi pada membran polistiren mempengaruhi nilai IEC pada membran. Membran SPS 1 memiliki nilai IEC sebesar 9,15 meq/gr. Membran SPS 3 memiliki nilai IEC yang menurun menjadi 8,82 meq/gr. Membran SPS 5 memiliki nilai IEC yang lebih rendah menjadi 8,18 meq/gr. Penambahan gugus sulfonat dapat meningkatkan kapasitas membran dalam melepaskan dan menyerap ion. Semakin lama waktu reaksi sulfonasi menurunkan nilai IEC. Hal ini dikarenakan kandungan gugus sulfonat sangat dipengaruhi oleh temperatur, tekanan dan waktu proses. Panas dapat merusak gugus sulfonat. Pemanasan dapat menyebabkan rusaknya gugus sulfonat (Hendrana, 2007).

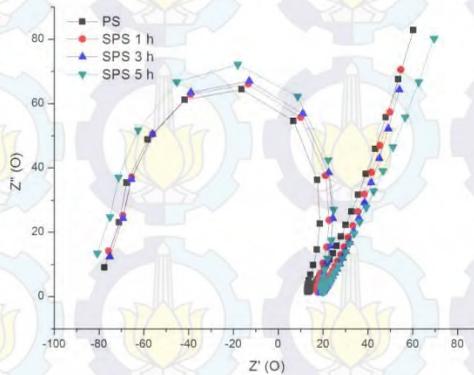
**Tabel 4.7** Nilai IEC

Material Membran	IEC (meq/gr)
PS	4,22
SPS 1	9,15
SPS 3	8,82
SPS 5	8,18

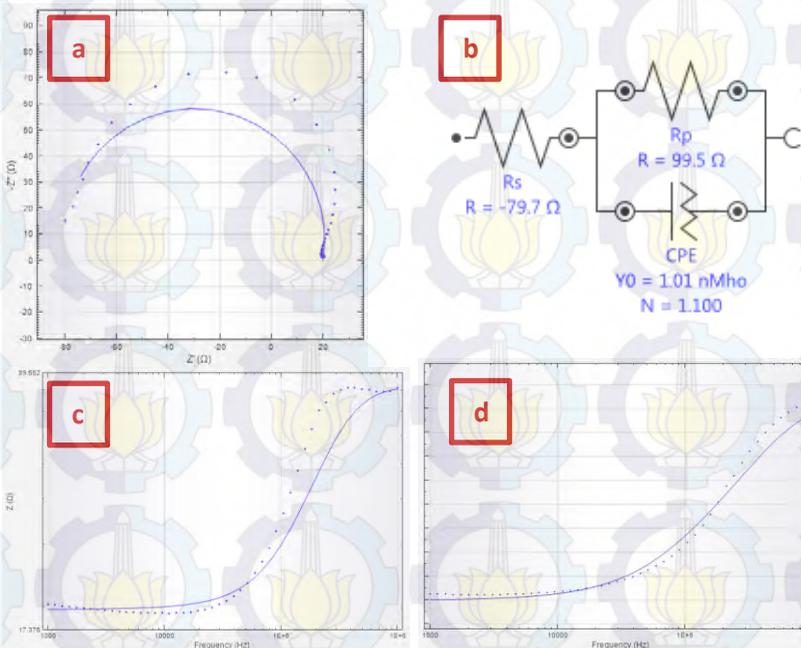
#### 4.6 Konduktifitas Proton

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui nilai konduktifitas proton dari membran polistiren dan membran sulfonat polistiren dengan menggunakan alat uji Autolab dan diolah dengan menggunakan *software* Nova. Pengujian ini dilakukan dengan menjepit membran di tengah *chamber* pada ukuran lubang 1 x 1 cm dan meletakkan larutan  $H_2SO_4$  0,2 M pada kedua sisi *chamber*. Pengujian ini menggunakan elektroda Pt – Pt dengan jarak antar elektroda 3 cm dan frekuensi yang digunakan 1 - 1000 Hz.

Gambar 4.11 menunjukkan kurva nilai konduktivitas proton dari membran polistiren dan membran sulfonat polistiren. Kurva berbentuk setengah lingkaran dan garis lurus. Titik-titik yang membentuk setengah lingkaran dijadikan acuan *fitting*. Bentuk setengah lingkaran ini mengindikasikan impedansi walburg. Proses difusi ion menimbulkan impedansi yang disebut impedansi walburg (Diah, 2008). Gambar 4.12 menunjukkan kurva nyquist, bode plot, bode phase dan equivalent sirkuit dari SPS. Data pengukuran yang terekam sebagai titik-titik dan membentuk setengah lingkaran kemudian di *fitting*. Hasilnya akan mendapatkan equivalent sirkuit yang memiliki nilai impedansi dari hasil simulasi yang mendekati data hasil pengukuran.



Gambar 4.11 Kurva Nyquist



Gambar 4.12 Kurva EIS membran (a) kurva nyquist, (b) equivalent sirkuit, (c) bode plot dan (d) bode phase

Tabel 4.8 menunjukkan nilai konduktifitas proton pada membran polistiren, membran sulfonat polistiren dan nafion. Konduktifitas proton membrane polistiren dan membrane sulfonat polistiren diukur dalam 0,2 M larutan  $H_2SO_4$ . Membran polistiren menunjukkan konduktifitas proton sebesar 0,0372 S/cm. Penambahan gugus sulfonat dan variasi waktu reaksi sulfonasi pada membran polistiren mempengaruhi nilai konduktifitas membran. Membran SPS 1 memiliki nilai konduktifitas proton yang meningkat menjadi 0,0393 S/cm. Membran SPS 3 mengalami penurunan nilai konduktifitas proton menjadi 0,0371 S/cm. Membran SPS 5 memiliki nilai konduktifitas proton terjadi penurunan menjadi 0,0337 S/cm. Konduktifitas proton nafion adalah 0,082 S/cm (J-P. Shin, 2005). Hasil pengujian menunjukkan bahwa penambahan gugus sulfonat meningkatkan konduktifitas proton. Sedangkan, lama waktu reaksi sulfonasi menurunkan konduktifitas proton. Hal ini dikarenakan gugus sulfonat sensitif terhadap panas. Pemanasan yang berlebihan akan menyebabkan lepasnya gugus ini (Hendrana, 2007).

**Tabel 4.8** Nilai konduktifitas proton

<b>Material Membran</b>	<b>k (S/cm)</b>
<b>PS</b>	0,0372
<b>SPS 1</b>	0,0393
<b>SPS 3</b>	0,0371
<b>SPS 5</b>	0,0337



## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari studi ini adalah :

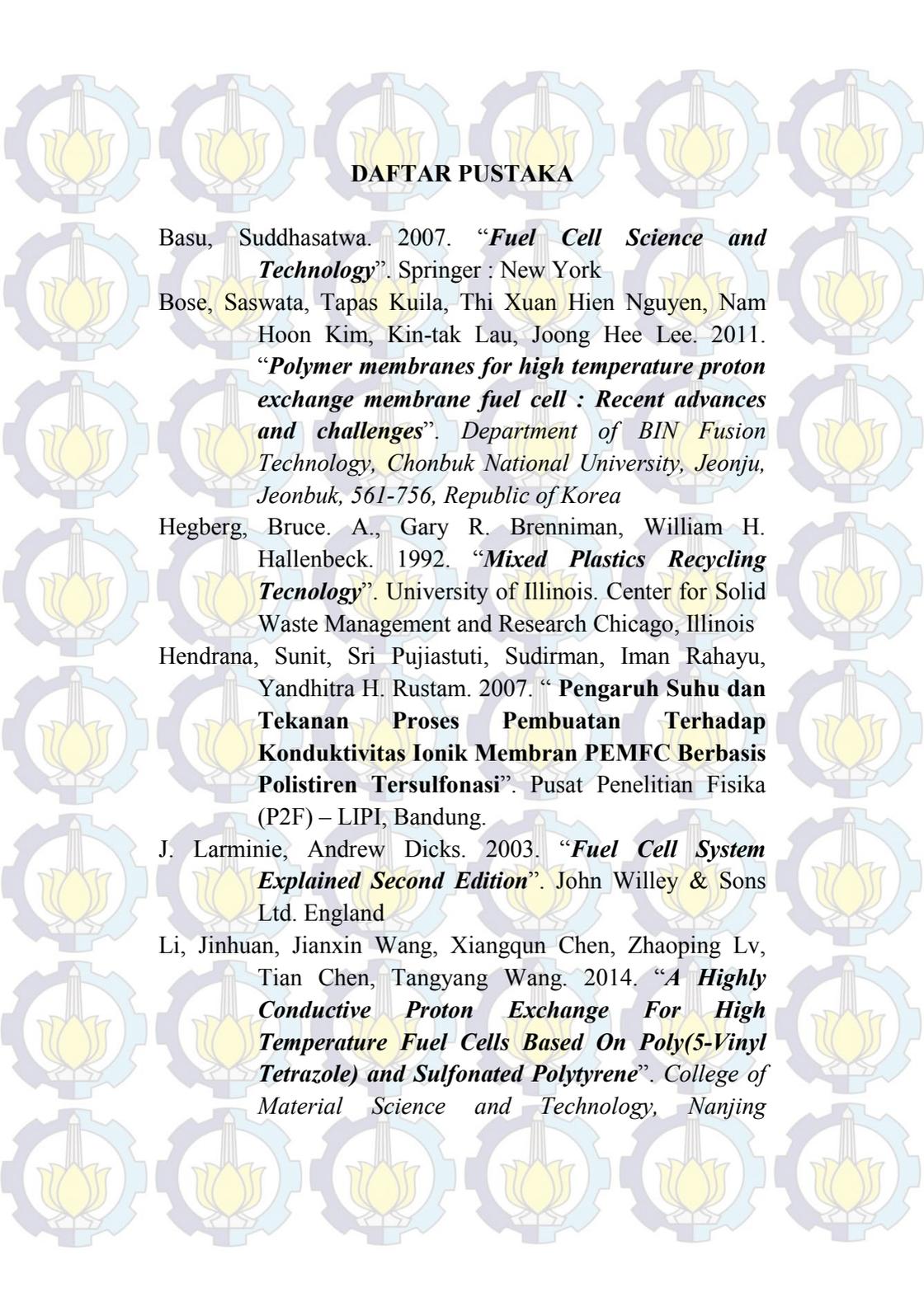
1. Reaksi sulfonasi berhasil dilakukan pada membran polistiren.
2. Penambahan gugus sulfonat dan lama waktu reaksi sulfonasi dapat meningkatkan konduktifitas proton dan kekuatan tarik.
3. Nilai konduktifitas proton dan kekuatan tarik optimum terdapat pada membran dengan waktu reaksi sulfonasi 1 jam.
4. Nilai kestabilan termal optimum terdapat pada membran dengan waktu reaksi sulfonasi 3 jam.

### 5.2 Saran

Penelitian selanjutnya disarankan :

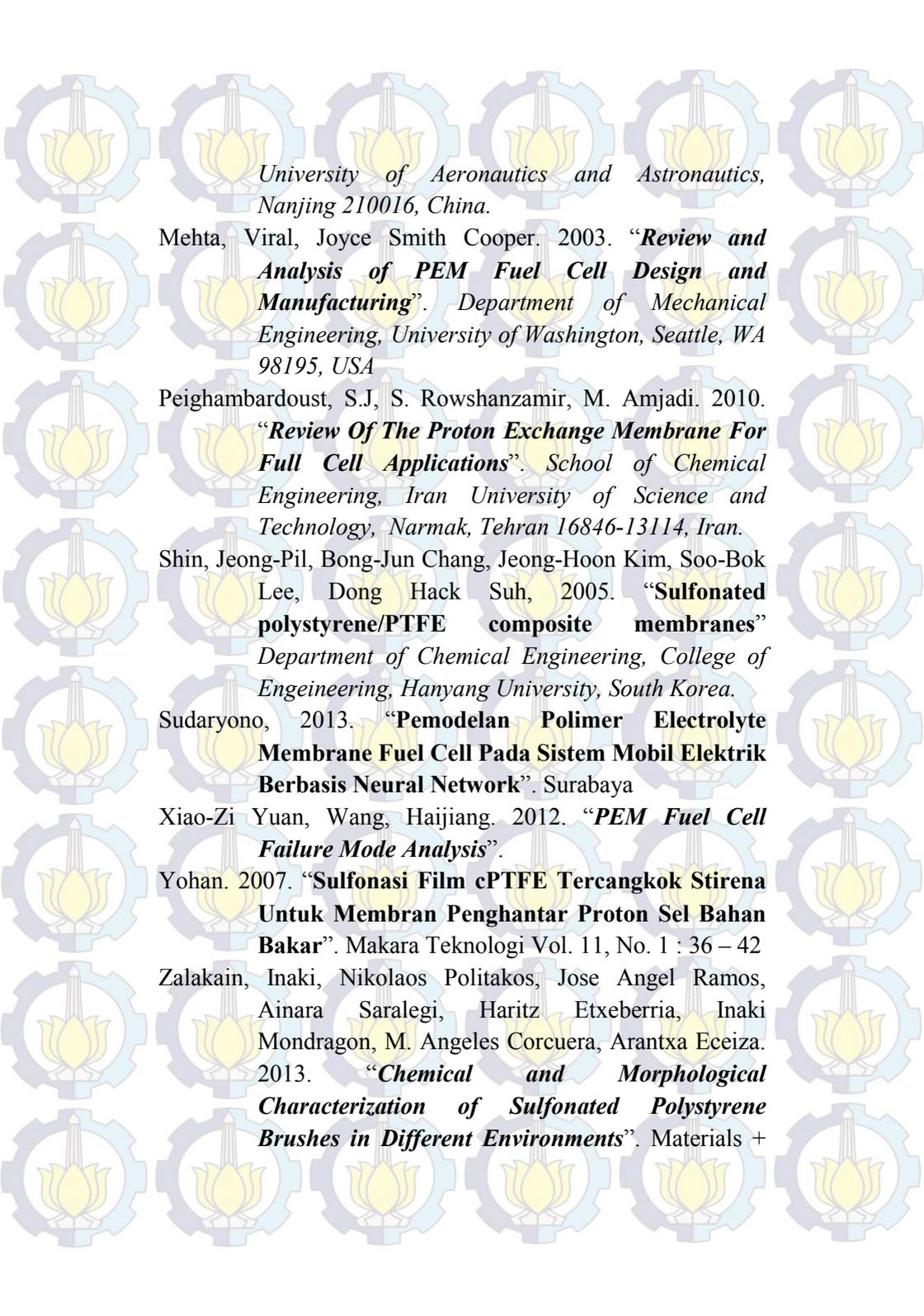
1. Melakukan sulfonasi menggunakan agen sulfonasi lain seperti *Chlorosulfonic acid* ( $\text{ClSO}_3\text{H}$ ) dan *Sulfuric acid* (98%) ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).
2. Menganalisis derajat sulfonasi agar dapat mengetahui persentase keberhasilan sulfonasi.

*Halaman ini sengaja dikosongkan*



## DAFTAR PUSTAKA

- Basu, Suddhasatwa. 2007. *“Fuel Cell Science and Technology”*. Springer : New York
- Bose, Saswata, Tapas Kuila, Thi Xuan Hien Nguyen, Nam Hoon Kim, Kin-tak Lau, Joong Hee Lee. 2011. *“Polymer membranes for high temperature proton exchange membrane fuel cell : Recent advances and challenges”*. Department of BIN Fusion Technology, Chonbuk National University, Jeonju, Jeonbuk, 561-756, Republic of Korea
- Hegberg, Bruce. A., Gary R. Brenniman, William H. Hallenbeck. 1992. *“Mixed Plastics Recycling Technology”*. University of Illinois. Center for Solid Waste Management and Research Chicago, Illinois
- Hendrana, Sunit, Sri Pujiastuti, Sudirman, Iman Rahayu, Yandhitra H. Rustam. 2007. *“Pengaruh Suhu dan Tekanan Proses Pembuatan Terhadap Konduktivitas Ionik Membran PEMFC Berbasis Polistiren Tersulfonasi”*. Pusat Penelitian Fisika (P2F) – LIPI, Bandung.
- J. Larminie, Andrew Dicks. 2003. *“Fuel Cell System Explained Second Edition”*. John Willey & Sons Ltd. England
- Li, Jinhuan, Jianxin Wang, Xiangqun Chen, Zhaoping Lv, Tian Chen, Tangyang Wang. 2014. *“A Highly Conductive Proton Exchange For High Temperature Fuel Cells Based On Poly(5-Vinyl Tetrazole) and Sulfonated Polytyrene”*. College of Material Science and Technology, Nanjing



*University of Aeronautics and Astronautics,  
Nanjing 210016, China.*

Mehta, Viral, Joyce Smith Cooper. 2003. **“Review and Analysis of PEM Fuel Cell Design and Manufacturing”**. *Department of Mechanical Engineering, University of Washington, Seattle, WA 98195, USA*

Peighambardoust, S.J, S. Rowshanzamir, M. Amjadi. 2010. **“Review Of The Proton Exchange Membrane For Full Cell Applications”**. *School of Chemical Engineering, Iran University of Science and Technology, Narmak, Tehran 16846-13114, Iran.*

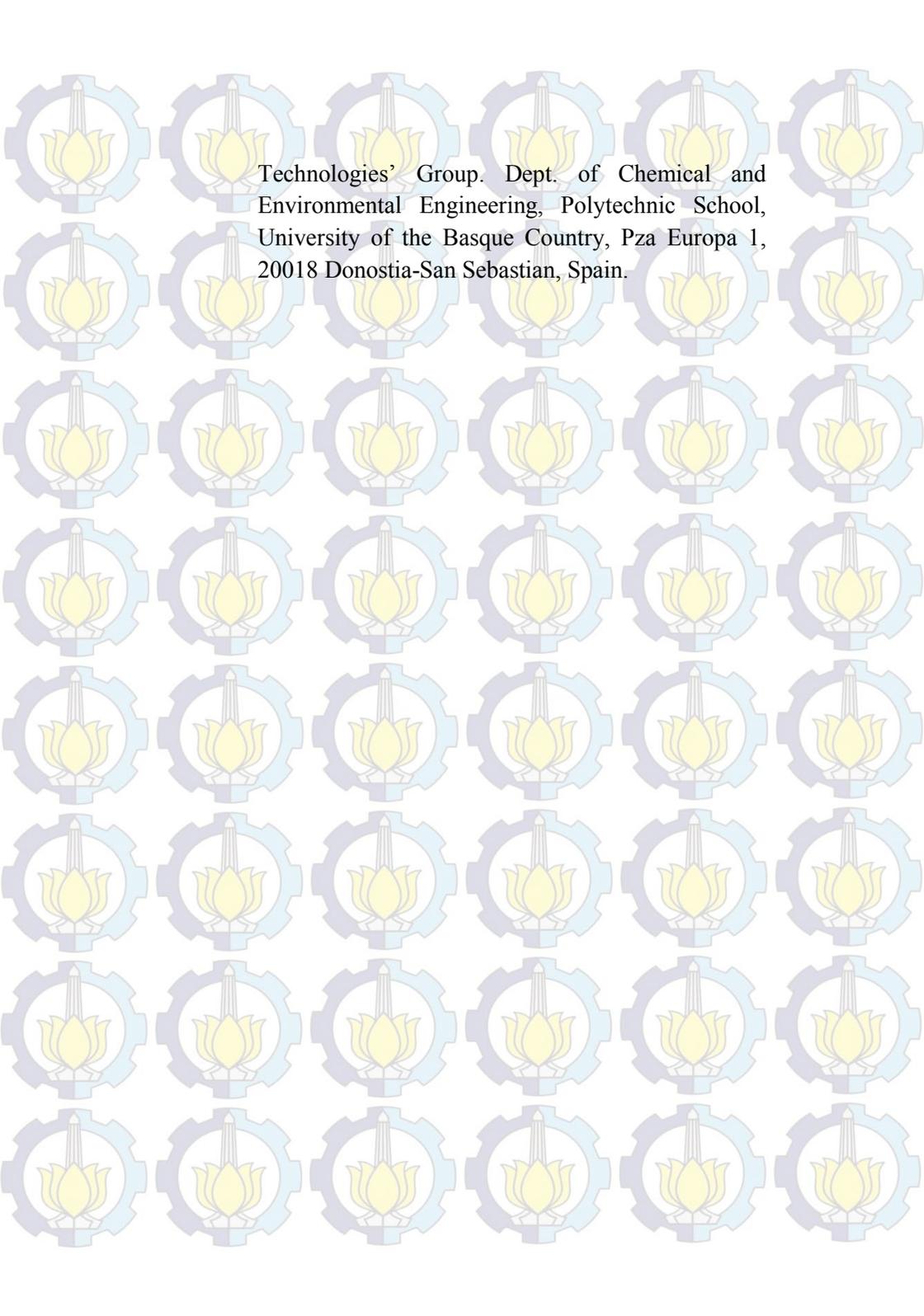
Shin, Jeong-Pil, Bong-Jun Chang, Jeong-Hoon Kim, Soo-Bok Lee, Dong Hack Suh, 2005. **“Sulfonated polystyrene/PTFE composite membranes”** *Department of Chemical Engineering, College of Engineering, Hanyang University, South Korea.*

Sudaryono, 2013. **“Pemodelan Polimer Electrolyte Membrane Fuel Cell Pada Sistem Mobil Elektrik Berbasis Neural Network”**. Surabaya

Xiao-Zi Yuan, Wang, Haijiang. 2012. **“PEM Fuel Cell Failure Mode Analysis”**.

Yohan. 2007. **“Sulfonasi Film cPTFE Tercangkok Stirena Untuk Membran Penghantar Proton Sel Bahan Bakar”**. Makara Teknologi Vol. 11, No. 1 : 36 – 42

Zalakain, Inaki, Nikolaos Politakos, Jose Angel Ramos, Ainara Saralegi, Haritz Etxeberria, Inaki Mondragon, M. Angeles Corcuera, Arantxa Eceiza. 2013. **“Chemical and Morphological Characterization of Sulfonated Polystyrene Brushes in Different Environments”**. Materials +

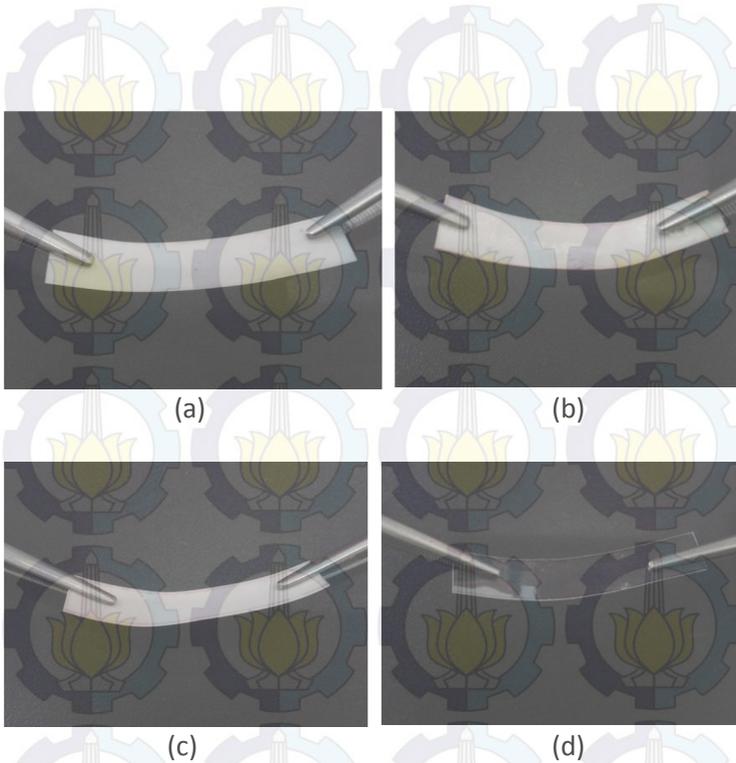


Technologies' Group. Dept. of Chemical and  
Environmental Engineering, Polytechnic School,  
University of the Basque Country, Pza Europa 1,  
20018 Donostia-San Sebastian, Spain.

**LAMPIRAN A (Dokumentasi)**

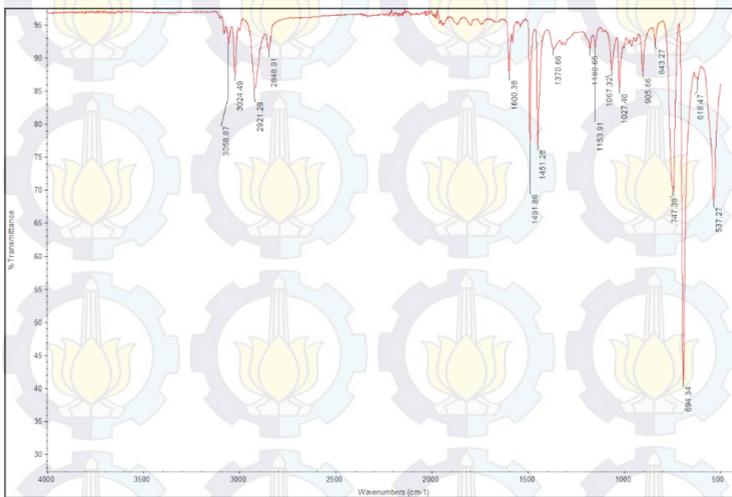


**Gambar A.1** Spesimen Uji Tarik

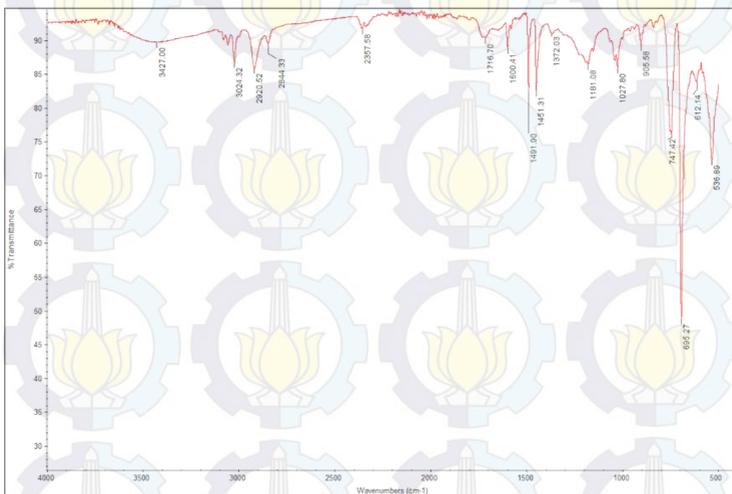


**Gambar A.2** Fotograf potongan membran (a) SPS 1, (b) SPS 3, (c) SPS 5 dan (d) PS

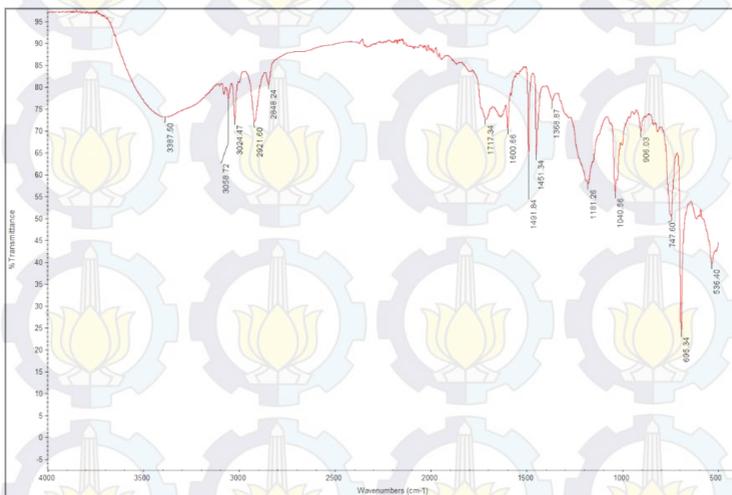
## LAMPIRAN B (Hasil Uji FTIR)



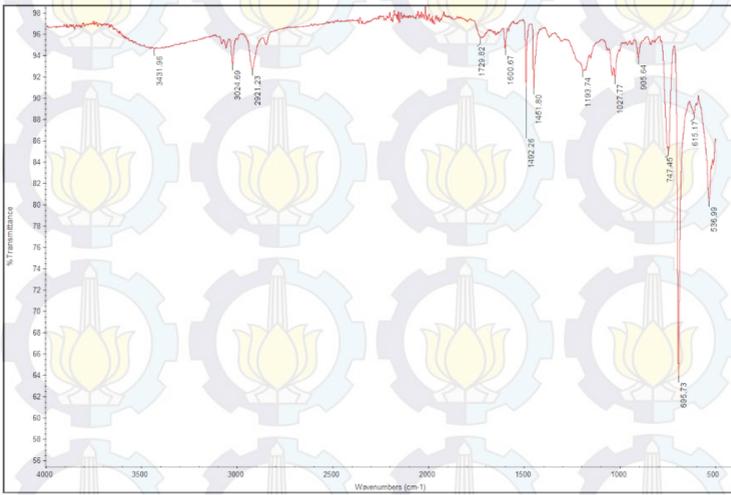
**Gambar B.1 Polistiren**



**Gambar B.2 Sulfonasi Polistiren 1 Jam**

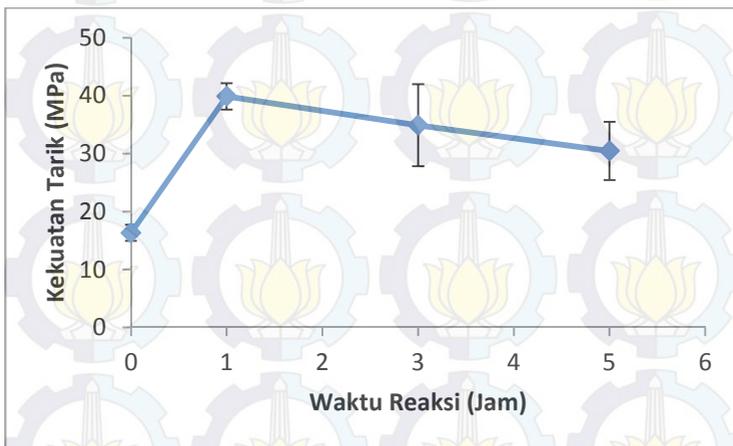


**Gambar B.3 Sulfonasi Polistiren 3 Jam**

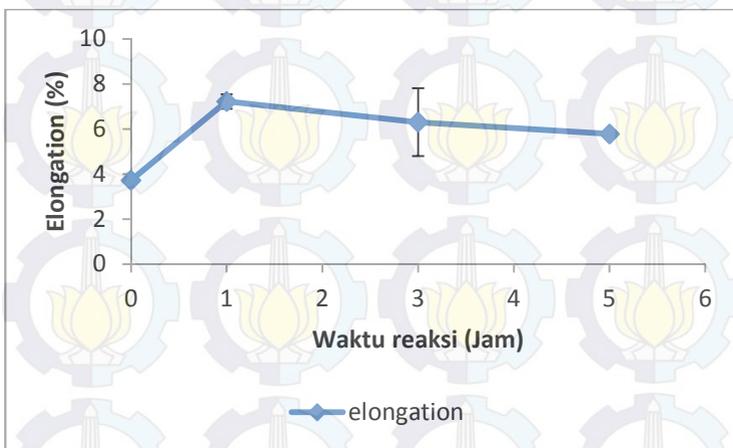


**Gambar B.4** Sulfonasi Polistiren 5 Jam

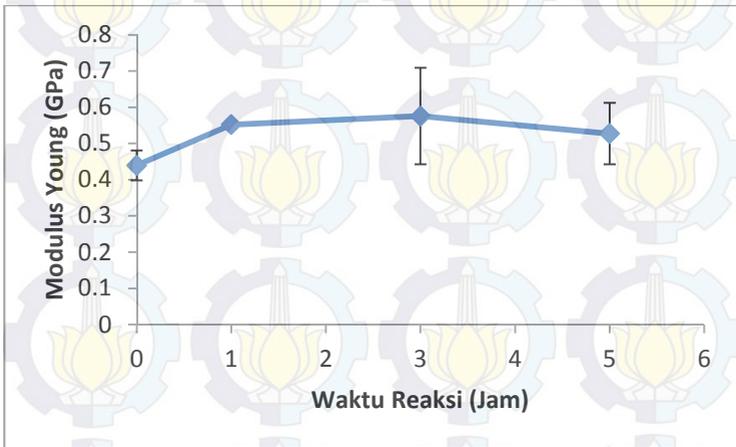
### LAMPIRAN C (Hasil Uji Kekuatan Tarik)



Gambar C.1 Kurva Kekuatan Tarik

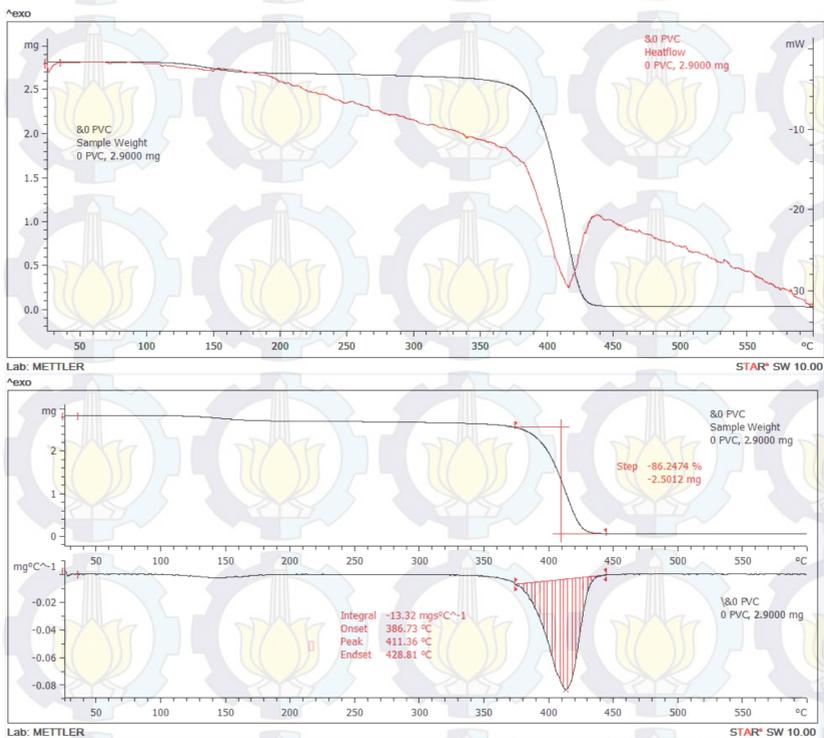


Gambar C.2 Kurva Elongation

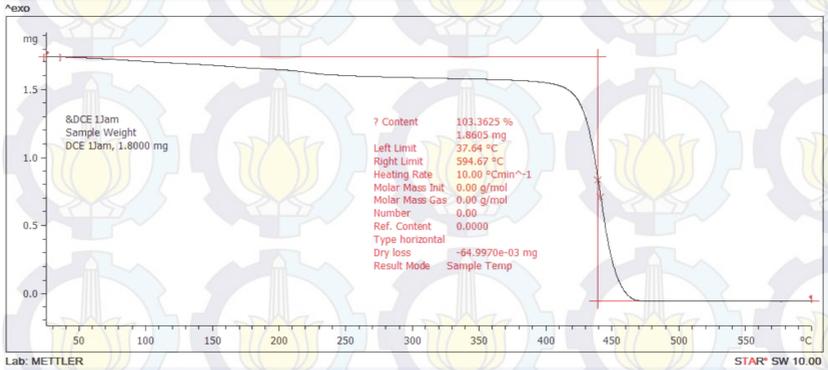


**Gambar C.3** Kurva Modulus Young

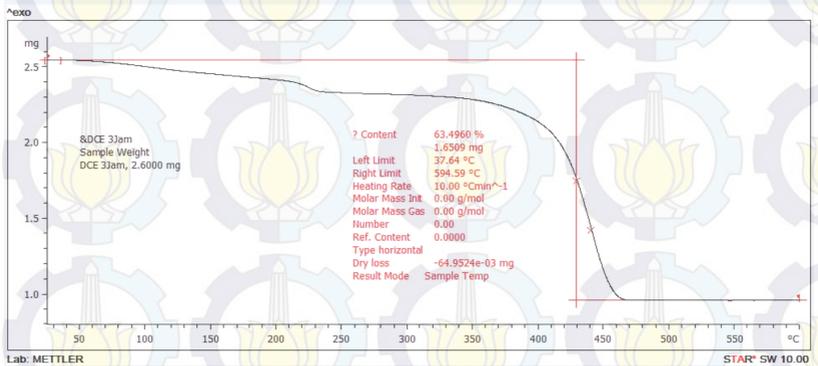
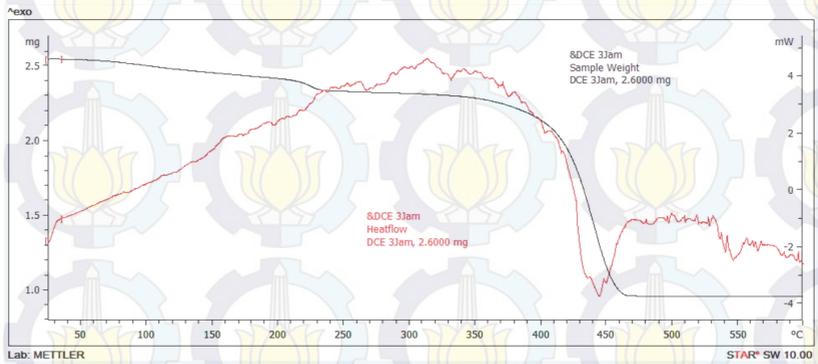
## LAMPIRAN D (Stabilitas Termal)



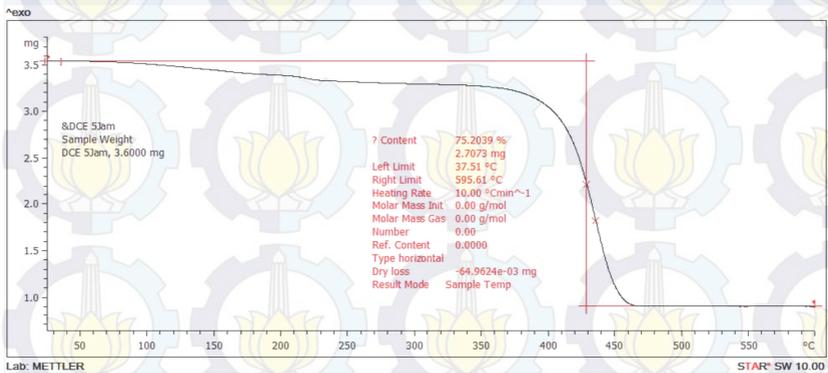
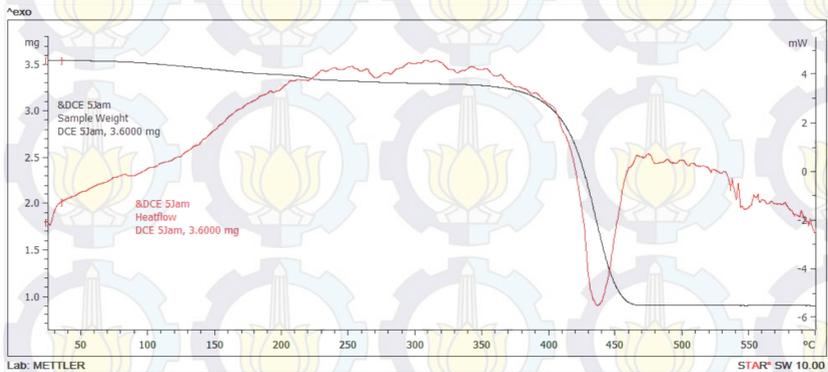
Gambar D.1 Polistiren



**Gambar D.2 Sulfonat Polistiren 1 Jam**

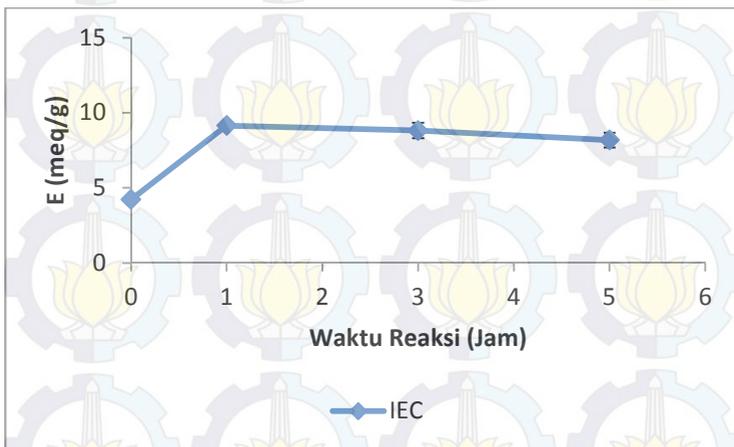


Gambar D.3 Sulfonat Polistiren 3 Jam



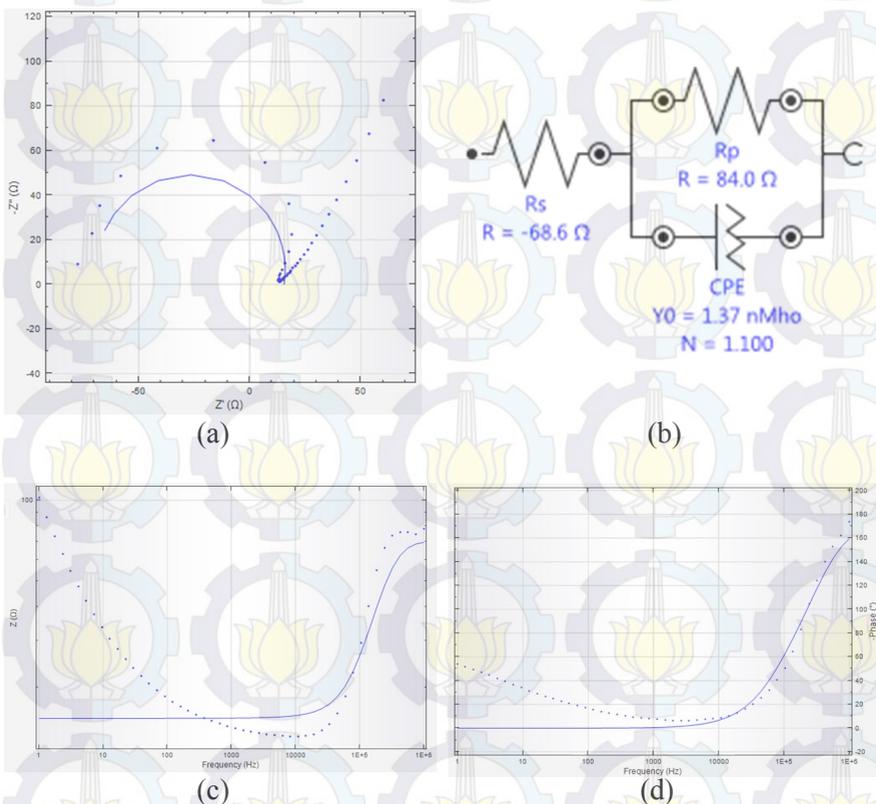
Gambar D.4 Sulfonat Polistiren 5 Jam

## LAMPIRAN E (IEC)

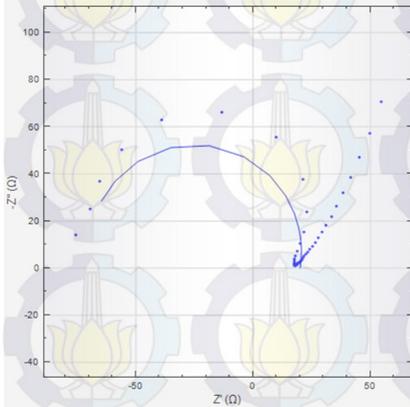


Gambar E.1 Kurva IEC

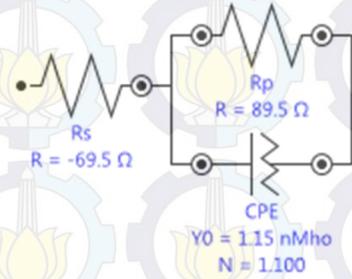
## LAMPIRAN F (Konduktifitas Proton)



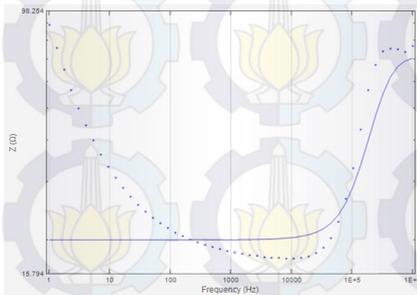
**Gambar F.1** Hasil fitting membran PS (a) Kurva nyquist, (b) equivalent sirkuit, (c) bode plot dan (d) bode phase



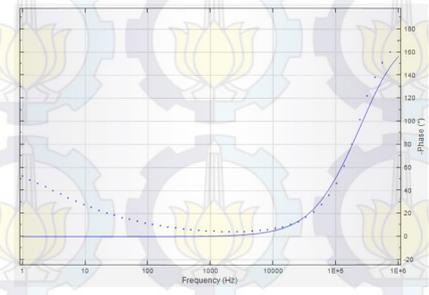
(a)



(b)

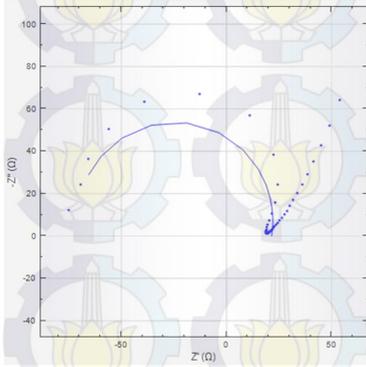


(c)

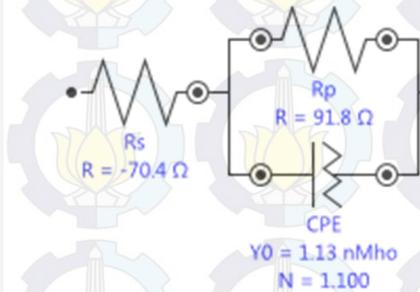


(d)

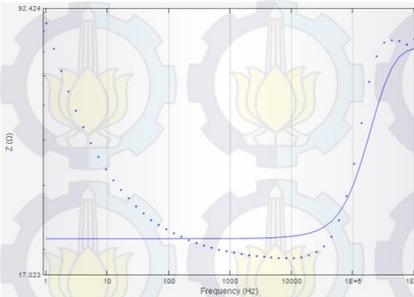
**Gambar F.2** Hasil fitting SPS 1 (a) Kurva nyquist, (b) equivalent sirkuit, (c) bode plot dan (d) bode phase



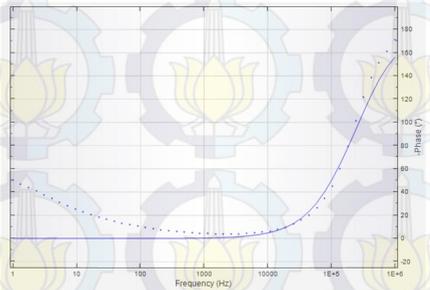
(a)



(b)

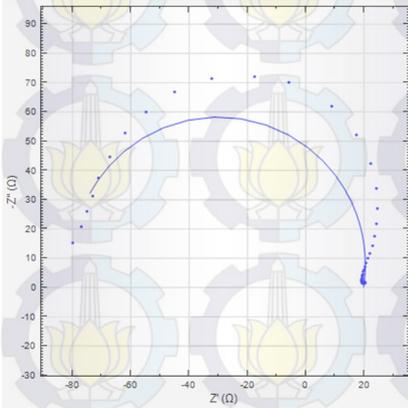


(c)

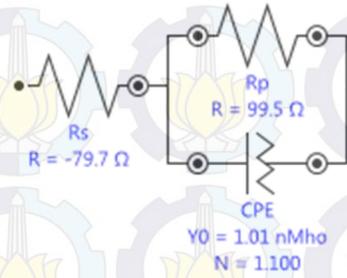


(d)

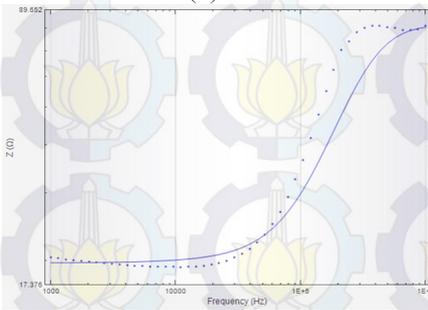
**Gambar F.3** Hasil fitting SPS 3 (a) Kurva nyquist, (b) equivalent sirkuit, (c) bode plot dan (d) bode phase



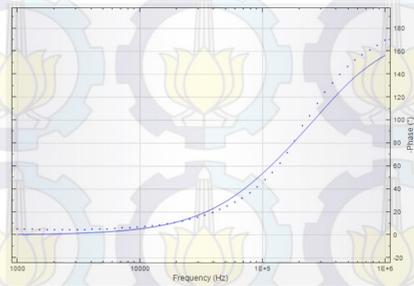
(a)



(b)



(c)



(d)

**Gambar F.4** Hasil fitting SPS 5 (a) kurva nyquist, (b) equivalent sirkuit, (c) bode plot dan (d) bode phase

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Muhammad Hilmy Fariqi dilahirkan di Kepulauan Riau, 19 April 1993, merupakan putra dari pasangan Bapak Arbianto dan Ibu Kasiati. Dalam kehidupan penulis menempuh pendidikan formal yaitu SDN 144 Palembang, SMPN 9 Palembang dan SMAN 18 Palembang. Setelah lulus dari SMA tahun 2010, penulis diterima menjadi mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi FTI – ITS melalui jalur PMDK.

Selama perjalanan karir waktu kuliah, penulis aktif sebagai Staff Biro Pelatihan Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa HMMT FTI – ITS periode 2011/2012 serta Ketua Lingkup Mahasiswa Sumsel di Surabaya periode 2011-2013. Kemudian dipercaya menjadi Wakil Kepala Departemen II Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa HMMT FTI – ITS periode 2012/2013 serta Asisten Laboratorium Material Polimer dan Komposit.

Penulis pun pernah melaksanakan kerja praktek di PT. Pupuk Sriwidjaja Palembang, Sumatera Selatan. Di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi ini penulis mengambil Tugas Akhir di Bidang Studi Material Inovatif.

Alamat penulis saat ini adalah Komp. Griya Harapan A Blok 18 No. 16-17, Sako – Palembang. Nomor telepon yang dapat dihubungi 08999022470 atau alamat email [muhammad.hilm.fariqi@gmail.com](mailto:muhammad.hilm.fariqi@gmail.com).