

TUGAS AKHIR - SF 091321

# KARAKTERISASI SIFAT SEPARATOR KOMPOSIT PVDF/POLI(DIMETILSILOKSAN) DENGAN METODE PENCAMPURAN MEMBRAN (*BLENDING MEMBRANE*)

DEVI EKA SEPTIYANI ARIFIN NRP 1110 100 029

Dosen Pembimbing Dr. Mochamad Zainuri, M.Si

JURUSAN FISIKA Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2014



#### FINAL PROJECT - SF 091321

# CHARACTERIZATION OF PROPERTY OF COMPOSITE PVDF/POLY(DIMETHYLSILOXANE) SEPARATOR WITH BLENDING MEMBRANE METHOD

DEVI EKA SEPTIYANI ARIFIN NRP 1110 100 029

Advisor Dr. Mochamad Zainuri, M.Si

DEPARTMENT OF PHYSICS Faculty Mathematics And Natural Sciences Sepuluh Nopember Institute Of Technology Surabaya 2014

#### KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT berkat limpahan rahmat, taufik dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir (TA) ini dengan optimal dan tanpa suatu kendala apapun. Sholawat serta salam tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW. Tugas Akhir (TA) ini penulis susun untuk memenuhi persyaratan menyelesaikan pendidikan strata satu jurusan Fisika ITS. Tugas Akhir dengan judul :

#### "Karakterisasi Sifat Separator Komposit PVDF/Poli(dimetilsiloksan) Dengan Metode Pencampuran Membran (*Blending Membrane*)"

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya penyusunan Tugas Akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

- Keluargaku (Bapak, Ibu, adik Desi Dwi C A, adik Firda Khoirunnisa, Nada Shofura dan seluruh keluarga besar). Terima kasih atas semangat dan doa restu yang telah diberikan kepada penulis selama ini.
- 2. Bapak Dr. Mochamad Zainuri, M.Si selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir ini.
- 3. Bapak Dr. Yono Hadi Pramono, M.Eng selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA ITS.
- 4. Bapak M. Arif Bustomi, M.Si selaku Koordinator Tugas Akhir Program S1 Jurusan Fisika FMIPA ITS.
- 5. Bapak Prof. Suasmoro selaku dosen wali.
- 6. Seluruh Staf Pengajar di Jurusan Fisika FMIPA ITS.

- 7. Teman-teman seperjuangan, Dita Viantyas, Dessy Putri dan Arum Pustpita. Terima kasih atas bantuan yang diberikan dan kerjasamanya.
- 8. Teman-teman satu angkatan, Cosmic 2010. Terima kasih atas semangat dan doa yang diberikan. Terima kasih Cosmic atas pelajaran berharga yang membuat kami menjadi sebuah keluarga
- 9. Teman-teman S2, mas Haliq, mbak Lisma, mbak Lita, mbak Linda dan mbak Aghesti atas semangat dan bantuan yang diberikan.
- 10. Teman-teman angkatan 2011, Fitriana, Yovanita, dan Noviyantika.
- 11. Bapak Sholih dan Bapak Hanif selaku laboran Laboratorium Fisika Material.
- 12. Bapak Sukir sebagai laboran laboratorium Fisika Madya tempat penulis menjadi asisten laboratorium.
- 13. Segenap pihak yang berkontribusi dalam penyelesaian Tugas Akhir ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari sepenuhnya atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki, oleh karena itu penulis berharap akan menerima kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan penulisan Tugas Akhir ini. Semoga penelitian ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan serta memberikan inspirasi bagi pembaca untuk perkembangan yang lebih lanjut.

Surabaya, Juli 2014

Penulis

# KARAKTERISASI SIFAT SEPARATOR KOMPOSIT PVDF/POLI(DIMETILSILOKSAN) DENGAN METODE PENCAMPURAN MEMBRAN (BLENDING MEMBRANE)

# **TUGAS AKHIR**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Sains

pada

Bidang Studi Material Program Studi S-1 Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember

> Oleh : DEVI EKA SEPTIYANI ARIFIN NRP 1110 100 029

> > with

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir :

Dr. Mochamad Zainuri, M.Si of Service NIP. 1964 0130 199002.1.001

Surabaya, Juli 2014

"Halaman ini sengaja dikosongkan"



# KARAKTERISASI SIFAT SEPARATOR KOMPOSIT PVDF/POLI(DIMETILSILOKSAN) DENGAN METODE PENCAMPURAN MEMBRAN (*BLENDING MEMBRANE*)

Nama Mahasiswa	: Devi Eka Septiyani Arifin	
NRP	: 1110 100 029	
Pembimbing	: Dr. Mochamad Zainuri, M.Si	

#### Abstrak

Penelitian ini bertujuan membuat bahan separator komposit poli(vinilidene flouride) (PVDF) dan poli(dimetilsiloksan) (PDMS) dengan metode pencampuran membran (blending membrane). Perbandingan variasi komposisi PVDF/PDMS vaitu 10:0, 9:1, 8:2, dan 7:3. Tujuan dari peningkatan fraksi konsentrasi dari PDMS terhadap PVDF untuk meningkatkan performa separator komposit yang meliputi dimensi porositas, kerapatan pori, dan konduktivitas listriknya. Berdasarkan analisa kristalografi dengan menggunakan XRD, peningkatan konsentrasi PDMS mengakibatkan menurunnya derajat kristalinitas yaitu sebesar 29,26% pada perbandingan 7:3 dan berdasarkan interpretasi data FTIR material tersebut termasuk kedalam kriteria bahan komposit karena kedua fasa dari bahan masih bisa dibedakan bilangan gelombang vibrasi molekuler masing-masing bahan penyusunnya. Hasil analisa XRD fasa kristalin PVDF termasuk kriteria jenis fasa a-PVDF. Semakin tinggi konsentrasi PDMS mengakibatkan penurunan dimensi porositas dan meningkatkan kerapatan porositasnva, dengan dimensi pori terkecil sebesar 1,71 µm dan kerapatan pori sebesar  $4,07 \times 10^{11}$  count/m<sup>2</sup> pada perbandingan 7:3. Pada perbandingan komposisi 7:3 mempunyai nilai konduktivitas listrik sebesar 3,45 x 10<sup>-4</sup> S/cm dan resistansi meningkat hingga 80% pada penambahan PDMS. Berdasarkan kriteria diatas, material ini dapat dikategorikan sebagai bahan separator pada baterai ion lithium.

#### Kata Kunci: komposit, konduktivitas, pori, PVDF/PDMS, resistansi, dan separator.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

## CHARACTERIZATION OF PROPERTY OF COMPOSITE PVDF/POLY(DIMETHYLSILOXANE) SEPARATOR WITH BLENDING MEMBRANE METHOD

# By: Devi Eka Septiyani ArifinStudent Identity : 1110 100 029Advisor: Dr. Mochamad Zainuri, M.Si

#### Abstract

This research aims to create a composite poly(vinylidene fluoride) (PVDF) and poly (dimetilsiloksan) (PDMS) separator with blending membrane method. Ratio of composition of PVDF/PDMS were 10:0, 9:1, 8:2, and 7:3. The purpose of increasing concentration of PDMS to PVDF to improve the performance of the composite separator which includes the dimensions of porosity, pore density, and electrical conductivity. Based on crystallographic analysis using XRD, the adoption concentration of PDMS resulted in a decreased crystallinity reached 29.26% in the ratio 7:3 and based on FTIR data, the material includes in the criteria composite material because both phase of the material can still be distinguished molecular vibrational wavenumber respectively their constituent materials. The results of XRD analysis PVDF crystalline phases was  $\alpha$ -PVDF type. The adoption concentration of PDMS not only decreases pore dimensions but also increases the pore density, with the smallest pore dimensions was 1.71  $\mu m$  and pore density was 4.07 x1011 count/m<sup>2</sup> in the ratio 7:3. In the ratio of composition 7:3, the value of the electrical conductivity was  $3.45 \times 10^{-4}$  S/cm and the resistance increases up to 80% on the adoption of PDMS. Based on the above criteria, this material can be categorized as a separator material in lithium ion batteries.

#### Keywords: PVDF/PDMS, separator, composites, pore, resistance and conductivity.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

# DAFTAR ISI

HALA	MAN JUDUL i
COVE	R PAGE ii
LEMB	AR PENGESAHAN iii
ABST	RAKv
ABST	RACT vii
КАТА	PENGANTAR ix
DAFT	AR ISI xi
DAFT	AR GAMBAR xiii
DAFT	AR TABELxvii
DAFT	AR LAMPIRAN xix
BAB I	PENDAHULUAN 1
1.1	Latar Belakang 1
1.2	Perumusan Masalah
1.3	Tujuan Penelitian
1.4	Batasan Masalah
1.5	Manfaat Penelitian
1.6	Sistematika Penulisan
BAB I	I TINJAUAN PUSTAKA
2.1	Baterai Ion Lithium
2.2	Separator Berpori
	2.2.1 Membran Mikropori 11
	2.2.2 Lapisan non-woven 12

2.3	Polivinil diflouride (PVDF)	. 14
	2.3.1 Karakteristik PVDF	. 14
	2.3.2 Fasa PVDF	. 15
	2.3.3 Pelarut PVDF	. 20
2.4	Poli (dimetilsiloksan) (PDMS)	. 22
2.5	Pertukaran Ion	. 24
BAB I	II METODOLOGI PENELITIAN	. 27
3.1	Peralatan dan Bahan	. 27
	3.1.1 Peralatan	. 27
	3.1.2 Bahan	. 27
3.2	Prosedur Kerja	. 27
	3.3.1 Sintesis PVDF/PDMS	. 27
	3.3.2 Karakterisasi Sampel	. 28
3.3	Skema Kerja pembuatan separator komposit	
	PVDF/PDMS	. 35
ВАВ Г	V HASIL DAN PEMBAHASAN	. 37
4.1	Sintesis Separator Komposit PVDF/PDMS	. 37
4.2	Analisa Morfologi Permukaan Separator Komposit	
	PVDF/PDMS dengan SEM	. 39
4.3	Analisa Fasa dan Derajat Kristalinitas dengan XRD	. 45
4.4	Analisa Ikatan Gugus Fungsi dan Fasa dengan FTIR.	. 50
4.5	Analisa Konduktivitas Listrik Pada Separator Kompo	sit
	PVDF/PDMS	. 56
BAB V	V KESIMPULAN DAN SARAN	. 61
5.1	Kesimpulan	. 61
5.2	Saran	. 61
DAFT	AR PUSTAKA	. 63
LAMP	'IRAN	. 67
BIOG	RAFI PENULIS	. 89

# DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Persyaratan umum separator untuk baterai ion lithium
	cair
Tabel 2.2	Jenis separator komersial12
Tabel 2.3	Fabrikasi lapisan nonwoven
Tabel 2.4	Dimensi unit sel untuk struktur kristal PVDF 19
Tabel 2.5	Macam-macam pelarut PVDF
Tabel 4.1	Jumlah pori separator komposit PVDF/PDMS 42
Tabel 4.2	Kerapatan pori separator komposit PVDF/PDMS 43
Tabel 4.3	Prosentase porosotas separator komposit
	PVDF/PDMS
Tabel 4.4	Referensi bidang kristal dan sudut dari fasa PVDF. 48
Tabel 4.5	Derajat kristalinitas separator komposit PVDF/PDMS
Tabel 4.6	Referensi ikatan IR PDMS 52
Tabel 4.7	Data spektroskopi FTIR PVDF 53
Tabel 4.8	Karakteristik FTIR pada fasa PVDF $\alpha$ , $\beta$ , dan $\gamma$ 54
Tabel 4.9	Data Spektroskopi FTIR separator komposit
	PVDF/PDMS55
Tabel 4.10	Konduktivitas listrik separator komposit PVDF/PDMS
Tabel 4.11	Nilai resistivitas listrik separator komposit
	PVDF/PDMS

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

# DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Plot grafik antara daya dan energi spesifik	
	untuk perbedaan beterai yang dapat diisi	
Gambar 2.2	Skema interkalasi baterai jon Lithium 7	
Gambar 2.2	Separator bernori dalam sel baterai lithium	
Gambar 2.5	dengan elektrolit cair	0
Gambar 2.4	Separator berpori berbasis polimer dari Exxon	-
	mobil	0
Gambar 2.5	Hasil SEM separator komersial	2
Gambar 2.6	Skema dan hasil SEM separator komposit	
	Degussa 14	4
Gambar 2.7	Struktur kimia PVDF 14	4
Gambar 2.8	Empat fasa kristal PVDF 10	6
Gambar 2.9	Struktur fasa PVDF 1'	7
Gambar 2.10	Gambar lingkaran yang mengelilingi atom	
	menunjukkan gaya van der Waals antar atom. 18	8
Gambar 2.11	Struktur unit sel dari fasa $\alpha$ -PVDF	9
Gambar 2.12	Struktur unit sel dari fasa β-PVDF20	0
Gambar 2.13	Ketebalan lapisan PVDF sebagai fungsi	
	kecepatan putar spin coating	2
Gambar 2.14	Gambar SEM dari lapisan PVDF2	2
Gambar 2.15	Struktur PDMS2	3
Gambar 2.16	Crosslingking dari PDMS2	3
Gambar 2.17	Balok PDMS2	3
Gambar 3.1	Seperangkat peralatan Uji XRD 2	9
Gambar 3.2	Seperangkat peralatan Uji SEM3	0
Gambar 3.3	Seperangkat peralatan Uji FTIR 3	2
Gambar 3.4	Alat pengukuran konduktivitas listrik 3	3
Gambar 3.5	Pengukuran konduktivitas listrik 3	4
Gambar 3.6	Skema kerja pembuatan PVDF/PDMS 3	5
Gambar 4.1	Proses pembentukan lapisan tipis separator	_
	komposit PVDF/PDMS 3	8

Gambar 4.2	Separator komposit PVDF/PDMS setelah divakum
Gambar 4.3	Hasil pengujian SEM separator pori dengan perhandingan rasio komposisi PVDE/PDMS 41
Gambar 4 4	Ilustrasi bentuk pori <i>open pore</i>
Gambar 4.4	Grafik hubungan perbandingan PVDF/PDMS
Guinbar 4.5	terhadan keranatan nori
Gambar 4 6	Grafik hubungan perbandingan PVDF/PDMS
Cumbur no	terhadan prosentase porositas
Gambar 4.7	Pola difraksi separator pori dengan per-
Combor 18	Dolo difroksi <i>Polyvinilidana flourida</i> (DVDE)
Gainbai 4.0	rola ullaksi rolyviniliaene jiouriae (rvDr)
Gambar 4.0	Dola difraksi <i>Polydimethil silovana</i> (PDMS)
Gambai 4.9	murni
Gambar 4-10	Pola difraksi dari fasa a y dan B-PVDE
Gambai 4.10	dengan identifikasi berdasarkan difraksi
	bidang kristal nada setian fasa
Gambar 4 11	Grafik hubungan perbandingan PVDF/PDMS
Gambar 4.11	terhadan derajat kristalinitas
Gambar 4 12	Spektrum FTIR PVDF murni
Gambar 4.12 Gambar 4.13	Spektrum referensi FTIR linier PDMS 51
Gambar 4.15	Spektrum referensi FTIR nada fasa PVDF $\alpha$
ouniour int i	B dan v 54
Gambar 4 15	Spektrum FTIR Separator PVDF murni dan
Cullicul IIIC	PVDF/PDMS
Gambar 4.16	Konduktivitas listrik separator komposit
	PVDF/PDMS
Gambar 4.17	Grafik hubungan resistansi dan konduktivitas
	pada PVDF/PDMS 10:0
Gambar 4.18	Grafik hubungan resistansi dan konduktivitas
	pada PVDF/PDMS 9:1
Gambar 4.19	Grafik hubungan resistansi dan konduktivitas
	pada PVDF/PDMS 8:2 59

Gambar 4.20	Grafik hubungan resistansi dan kondul	ktivitas
	pada PVDF/PDMS 7:3	59

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

## BAB I LATAR BELAKANG

#### 1.1 Pendahuluan

Baterai ion Lithium mempunyai peranan penting sebagai sumber daya di berbagai perangkat elektronik portable, kendaraan hibrida dan listrik (Arora, 2004). Baterai Lithium ini menarik banyak pengguna karena mempunyai energi spesifik yang tinggi, densitas energi tinggi, waktu pemakaian lebih lama (Ehrlich, 2002). Separator adalah membrane berpori dan merupakan bagian terpenting dari baterail ion Lithium. Fungsi utama dari separator ini adalah untuk memastikan terjadinya aliran ion dan mencegah terjadinya hubungan arus pendek (Ting, 2013). Separator yang ideal mempunyai nilai resistansi ion sebesar nol. Nilai resistansi ion yang rendah dapat diperoleh dengan nilai porositas yang tinggi (Ehrlich, 2002).

Separator umumnya terdiri dari membrane polimer dan membentuk lapisan mikroporous. Lapisan mikroporous yaitu lapisan berpori. Ukuran pori-pori sangat penting untuk separator. Ukuran pori-pori harus lebih kecil dari ukuran partikel pada komponen elektroda. Idealnya pori-pori harus terdistribusi secara merata dan mempunyai struktur yang berliku. Hal ini memastikan distribusi arus merata diseluruh separator supaya dapat menekan pertumbuhan Li pada anoda. Sedangkan porositas dari separator ini harus memiliki jumlah yang tepat untuk proses pergerakan ion antar elektroda. Biasanya, sebuah separator baterai Li-ion memiliki porositas 40% (Hao Li, 2011).

Struktur pori dan penyerapan elektrolit berpengaruh terhadap konduktivitas ion. Separator dengan porositas yang tinggi dapat menyerap lebih banyak elektrolit liquid. Sehingga besarnya penyerapan elektrolit pembawa muatan ion sangat dibutuhkan (Hao Li, 2011). Selain itu, untuk meningkatkan penyerapan elektrolit liquid pada matriks polimer yaitu dengan mengontrol komponen dan morfologinya.

Inversi fase adalah salah satu teknologi utama dalam

pembuatan membrane mikropori. Menurut Cui et al, pembuatan membrane PVDF dengan metode inversi fase menghasilkan konduktivitas ion elektrolit polimer lebih besar dari  $1 \times 10^{-3}$  S/cm pada temperatur ruang (Cui, 2008). Oleh sebab itu, metode ini dapat digunakan dalam pembuatan membrane mikropori.

Bahan separator konvensional yang sering digunakan pada baterai ion Lithium adalah polyolefin, seperti polietilen (PE) dan polipropilen (PP). Karena polaritas rendah, separator ini mempunyai penyerapan elektrolit liquid yang rendah dengan konstanta dielektrik yang tinggi (Kim, 2011). Hal ini dapat menurunkan nilai konduktivitas ion dan kebocoran elektrolit yang tinggi. Semikristalin polivinil diflouride (PVDF) merupakan salah satu polimer yang mendapat perhatian para peneliti sebagai salah satu bahan pembuatan separator pada baterai ion Lithium karena polaritas tinggi dan penyerapan elektrolit tinggi (Ji, 2007). Namun, kelemahan dari membrane pori PVDF ini adalah kristalinitas yang tinggi. Untuk mengurangi kristalinitas dari PVDF dapat digunakan dua metode yaitu dengan menggabungkan grup asimetri dengan rantai utama dari polimer dan metode yang lainnya adalah mencampurkan matriks polimer (PVDF) dengan polimer yang cocok atau metode blending (Li, 2011).

Metode pencampuran (blending) adalah metode sederhana untuk memodifikasi matriks polimer. Beberapa polimer seperti poliakrilonitril oksite (PEO). (PAN). poli polietilen (dimetilsiloksan) (PDMS), dan polimetil metakrilat (PMMA), telah digunakan untuk dicampur dengan matriks PVDF. Beberapa tahun terakhir ini, banyak pembuatan separator dengan metode blending (Ting, 2013). Sebagai contoh, penelitian yang dilakukan oleh Xi et al, penambahan PEO ke dalam matriks PVDF dapat meningkatkan porositas. Sedangkan pada penelitian ini menggunakan PDMS, penambahan PDMS ini dapat mengurangi kristalinitas dari PVDF dan meningkatkan penyerapan elektrolit (Xi, 2006).

Polisiloksan mempunyai beberapa karakteristik yaitu tegangan permukaan rendah, fleksibilitas yang menarik,

temperatur transisi yang rendah, stabilitas temperatur tinggi, kompresibilitas tinggi, dan lain sebagainya. Polisiloksan mempunyai keuntungan untuk menaikkan mobilitas ion dan densitas ion (Huang, 2013).

Dengan pengukuran morfologi, analisa fasa, ikatan gugus fungsi, konduktivitas, resistansi, dan sebagainya, akan diteliti lebih lanjut pengaruh dari PDMS pada struktur membran PVDF dengan variasi komposisi PVDF/PDMS.

#### 1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan pada penelitian ini adalah :

- 1. Bagaimana membentuk separator komposit PVDF/PDMS dalam ukuran mikro?
- 2. Bagimana membuat separator komposit PVDF/PDMS dengan kerapatan pori tinggi?
- 3. Bagaimana membuat separator komposit PVDF/PDMS dengan konduktivitas listrik rendah dan resistansi tinggi?

## 1.3 Batasan Masalah

Pada penelitian ini permasalahan dibatasi pada variabel komposisi PVDF/PDMS terhadap sifat separator PVDF/PDMS

# 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

- 1. Pembuatan separator komposit PVDF/PDMS dalam orde mikropori.
- 2. Pembuatan separator komposit PVDF/PDMS dengan kerapatan pori tinggi.
- 3. Pembuatan separator komposit PVDF/PDMS dengan konduktivitas listrik rendah dan resistansi tinggi.

# 1.5 Manfaat Peneletian

Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan separator PVDF/PDMS yang dapat diketahui sifatnya baik dari morfologi, kerapatan pori, derajat kristalinitas, resistansi, konduktivitas listrik, dan sebagianya sehingga dapat diaplikasikan pada teknologi baterai ion lithium.

#### 1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika proposal tugas akhir ini terbagi dalam tiga bab, yaitu :

#### BAB I PENDAHULUAN

Bab ini berisi tentang latar belakang penelitian, perumusan masalah, batasan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian dan sistematika penulisan penulisan laporan hasil penelitian.

#### BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini berisi tentang teori-teori dari literatur yang berhubungan dan menunjang analisa permasalahan dalam penelitian ini.

#### BAB III METODOLOGI PENELITIAN

Bab ini berisi rancangan penelitian, prosedur pelaksanaan, spesifikasi peralatan dan material uji.

#### BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

Bab ini berisi data-data yang diperoleh selama penelitian, pembahasan dari data yang diperoleh sesuai dengan permasalahan yang ditetapkan pada penelitian.

#### BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

Bab ini berisi kesimpulan dari data-data yang diperoleh dan merupakan jawaban dari permasalahan penelitian. Disertai dengan hal-hal yang sebaiknya dilakukan pada penelitian yang akan datang atau masalah-masalah yang dialami pada saat proses penelitian.

#### BAB II TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Baterai Ion Lithium

Baterai ion lithium menjadi pilihan yang paling banyak digunakan para pengguna perangkat elektronik portable, seperti laptop, tablet dan telepon seluler. Pada saat ini baterai ion lithium banyak dikaji dan dikembangkan untuk diterapkan pada industri otomotif. Hal ini disebabkan baterai Lithium mempunyai densitas energi yang tinggi dibandingkan dengan sistem baterai berbasis nickel cadmium (NiCd) dan nickel metal hydride (NiMH). Energi dan daya spesifik dari baterai berbasis ion lithium mempunyai nilai tinggi (seperti pada Gambar 2.1). Densitas energi untuk baterai ion lithium berkisar antara 30 - 60 % dan lebih tinggi dari sistem berbasis nikel. Selain itu, baterai ion Lithium mempunyai masa pemakaian yang lebih lama, efisiensi tinggi, dan tingkat pengisiannya membutuhkan waktu yang lebih singkat. Hal tersebut membuat baterai lithium sangat cocok untuk aplikasi seperti penvimpan energi dan sistem transportasi berbasis energi listrik (I. Kokal, 2012).



**Gambar 2.1** Plot grafik antara daya dan energi spesifik untuk perbedaan baterai yang dapat diisi ulang (Min Yang, 2012)

Baterai ion lithium konvensional terdiri dari elektroda negative berbahan dasar karbon, elektroda positif berbasis logam transisi dan separator yang dapat berfungsi sebagai elektrolit mengandung garam Lithium dalam larutan organic. Elektrolit tersebut berfungsi untuk transport ion antara dua elektroda yaitu elektroda positif dan negative (I. Kokal, 2012). Elektrolit dapat berbentuk larutan, liquid, pasta atau solid. Ketika sebuah cell dihubungkan untuk menghasilkan listrik, elektroda negatif mensuplay elektron (arus) yang mengalir melalui beban dan diterima oleh elektroda positif (Stark, 2011).

Mekanisme untuk penyimpanan listrik dalam baterai ion Lithium berdasarkan pada transport ion antara katoda dan anoda, dan sebaliknya. Salah satu contoh baterai ion Lithium dengan elektroda positif LiCoO<sub>2</sub> dan grafit sebagai elektroda negative seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1. Proses kerja dari baterai ini berdasarkan reaksi elektrokimia reversible yaitu (I. Kokal, 2012):

Reaksi Oksidasi :

LiCoO<sub>2</sub> 
$$\xrightarrow{\text{Charge}}$$
 Li<sub>1-n</sub>CoO<sub>2</sub> + n Li<sup>+</sup> + n e<sup>-</sup> 2.1  
Discharge

Reaksi Reduksi :  

$$n Li^+ + n e^- + C_6$$
  
Discharge
  
Li<sub>n</sub>C<sub>6</sub>
  
2.2

hasil dari reaksi diatas adalah

Reaksi Total :  

$$LiCoO_2 + C_6$$
  $\xrightarrow{Charge}$   $Li_nC_6 + Li_{1-n}CoO_2$  2.3  
Discharge

Mekanisme baterai lithium adalah adanya proses interkalasi reversibel dari ion lithium. Selama pemakaian (*discharge*) lithium berpindah dari anoda melalui elektrolit menuju katoda. Elektron berpindah melalui eksternal sirkuit atau beban menuju katoda yang selanjutnya mereduksi ion metal dari material aktif menjadi nilai oksida lebih kecil, misalkan  $\text{Co}^{4+}/\text{Co}^{3+}$  dari  $\text{LiCoO}_2$  atau  $\text{Fe}^{3+}/\text{F}^{2+}$ . Sebaliknya, ketika baterai di isi kembali (*charge*), proses kebalikan terjadi. Ion lithium meninggalkan kisi-kisi katode menuju anoda melalui elektrolit dan pada waktu yang bersamaan, elektron ditransfer melalui eksternal sirkuit dari ion metal.



Gambar 2.2 Skema interkalasi baterai ion lithium (www.gastonlithium.com)

#### 2.2 Separator Berpori

Baterai ion lithium terdiri dari empat komponen yaitu elektroda positif, elektroda negatif, membrane separator, dan elektrolit. Diantara empat bagian baterai lithium, separator adalah membrane berpori yang tipis dan diletakkan diantara elektroda positif dan negatif untuk mencegah terjadinya kontak langsung dari dua elektroda, misalnya hubungan arus pendek. Hal ini memungkinkan terjadinya transport ion secara bebas tetapi memisahkan aliran elektronik (L.C. Zhang, 2011). Berbagai macam separator telah banyak diaplikasikan pada baterai selama bertahun-tahun. Dimulai dengan pembuatan separator dari kertas cellulosic, busa, membrane pertukaran ion, dan lembaran mikropori yang terbuat dari polimer. Seiring dengan perkembangan jaman, baterai menjadi lebih canggih,dan fungsi separator menjadi lebih kompleks (Arora, 2004).

Separator mempunyai peranan penting dalam menjaga kestabilan elektrolit, mencegah terjadinya arus pendek antara dua elektroda ketika proses transport ion yang tinggi, dan mencegah ketidakreaktifan pada saat sel kelebihan muatan, pemanasan berlebih atau kondisi mekanik rusak (Dong Fu, 2011). Walaupun separator efektif dalam pencegahan arus pendek antara anoda dan katoda, hal ini menyebabkan menurunnya konduktivitas dari elektrolit dan meningkatnya nilai impedansi sel. Hal ini diharapkan dengan adanya separator dapat menurunkan jumlah luas area konduksi ion Lithium, dan transport ion menjadi lebih pendek. Oleh sebab itu, semakin tipis separator maka konduktivitas ion semakin tinggi. Namun, perlu diperhatikan pula antara ketebalan separator dan sifat mekaniknya. Berikut dijelaskan mengenai persyaratan umum separator untuk baterai ion Lithium pada Tabel 2.1 (Min Yang, 2012).

Secara spesifik, separator harus mempunyai nilai resistansi ion sebesar nol, nyatanya resistansi ion yang rendah dapat diperoleh dengan porositas yang tinggi (Xiaosong Huang, 2012). Separator umumnya terdiri dari membrane polimer dan membentuk lapisan mikropori. Dimensi dari pori-pori sangat penting untuk separator dimana pori-pori harus lebih kecil dari ukuran partikel pada komponen elektroda. Idealnya pori-pori harus terdistribusi secara merata dan mempunyai struktur yang berliku. Hal ini akan memnyebabkan distribusi arus lebih merata diseluruh separator sehingga dapat menekan pertumbuhan Li pada anoda. Sedangkan porositas dari separator harus memiliki jumlah yang tepat agar pergerakan ion antar elektroda dapat terjadi dengan sempurna. Biasanya, sebuah separator baterai Li-ion memiliki porositas 40% (Hao Li, 2011).

can (LID3)			
Parameter	Syarat	Keterangan	
Ketebalan (µm)	< 25	-	
No MacMullin	< 8	Rasio dari resistansi separator yang diisi dengan elektrolit terhadap resistensi elektrolit	
Gurley	~ 25/mil	Waktu yang dibutuhkan udara melalui separator	
Ukuran Pori (µm)	< 1	-	
Porositas (%)	$\sim 40$	-	
Kekuatan bocor (g/mil)	>300	-	
Integritas leleh ( <sup>0</sup> C)	>150	-	
Stabilitas Kimia	Waktu cukup lama	-	
Stabilitas Panas	< 5% penyusutan	-	
Kekuatan regang	< 2%	-	
Kemiringan	< 2	-	

 Tabel 2.1 Persyaratan umum separator untuk baterai ion Lithium cair (LIBs)

Sumber : Min Yang, 2012

Separator berpori dapat dilewati oleh elektrolit cair dengan mudah melalui pori-porinya, sehingga separator ini yang sebelumnya hanya berfungsi sebagai pembatas antara anoda dan katoda, dapat juga berfungsi sebagai elektrolit dengan pori – porinya terisi oleh elektrolit cair. Ion Li dapat dengan mudah mencapai anoda ataupun katoda, sebagaimana diilustrasikan di Gambar 2.3 (Bambang Prihandoko, 2008).



Gambar 2.3 Separator berpori dalam sel baterai lithium dengan elektrolit cair (Bambang Prihandoko, 2008).

Konsep ini dapat diterapkan dalam penggunaan elektrolit padat. Pada salah satu contoh polimer PVDF–HFP yang tercampur dalam aceton menghasilkan polimer tipis dengan mikropori. Kemudian mikropori ini diisi dengan gel elektrolit atau elektrolit cair. Akhirnya fungsi elektrolit dapat dijalankan oleh separator berpori ini dengan baik. Sebuah separator berpori yang telah dibuat Exxon mobil bisa dijadikan contoh, seperti di Gambar 2.4 (Bambang Prihandoko, 2008).



Gambar 2.4 Separator berpori berbasis polimer dari Exxon mobil (Bambang Prihandoko, 2008).

Prinsip separator berpori menjadi sarana penerapan konsep elektrolit padat yang menyesuaikan dengan penggunaan elektrolit cair. Banyak penerapan elektrolit padat berbasis polimer menggunakan prinsip ini, sebagaimana dijelaskan diatas. Ada tiga macam separator yaitu membrane polimer mikropori, non-woven, dan membrane komposit inorganik. Sejauh ini, separator yang digunakan secara komersial adalah membrane polimer mikropori, tetapi separator jenis ini sangat mahal karena teknologi manufakturnya hanya dikontrol oleh beberapa perusahaan. Harga dari separator lebih besar 20% dari total harga baterai ion-Lithium. Oleh karena itu, diperlukan solusi alternative, murah dan bergantung pada bahan membrane untuk menggantikan separator komersial untuk mengurangi harga baterai ion Lithium (L.C. Zhang, 2011). Pada penelitian ini digunakan PVDF/PDMS sebagai membrane separator pada baterai ion Lithium.

2.2.1 Membran mikropori

Bahan yang digunakan untuk membrane polimer adalah semikristalin, seperti bahan poliolefin polietilen (PE). polipropilen (PP), dan campurannya PE-PP. Proses pembuatan dari membrane mikropori dapat diklasifikasi menjadi proses kering dan proses basah. Pada proses kering (dry process), polimer cair, pertama - tama dicetak menjadi film tubular berorientasi uniaksial. Setelah proses Aneling pada temperature sedikit lebih rendah dari titik lelehnya, lapisan diregangkan untuk membentuk mikropori dengan proses peregangan dingin. peregangan panas, dan relaksasi. Pada proses basah (wet process) terdiri dari 2 proses yaitu pertama mencampurkan resin polimer dengan minyak parafin, antioksidan, dsb untuk membentuk larutan homogen; kedua, menekan lapisan untuk mendapat gel seperti lapisan; ketiga, mengekstraksi minyak parafin dan zat aditif untuk mendapatkan lapisan mikropori yang diinginkan (Min Yang, 2012).

Tabel 2.2 menunjukkan beberapa separator komersial dari membrane polyolefin mikropori dari 5 produsen utama. Gambar 2.5 menunjukkan hasil SEM dari beberapa separator komersial. Hal yang paling menarik dari separator ini yaitu fungsinya sebagai sekering, yang mana sangat penting untuk perlindungan dari tegangan arus pendek dan kelebihan muatan. Ketika temperature mencapai titik leleh dari separator, polimer dapat mengalir, dan pori akan menutup membentuk lapisan dengan pori lebih sedikit atau bahkan sebuah lapisan padat, yang menurunkan konduktivitas ion baterai, menghentikan reaksi elektrokimia dan kimia sehingga dapat melindungi baterai dari panas (Min Yang, 2012).

Tabel 2.2 Jenis separator komersial			
Pabrik	Material		
Celgard LLC	PE, PP, PP/PE/PP		
Kimia Asahi Kasei	PE, PP, dan oksida modifikasi polyolefin		
Membran Entek	PE, PP		
Energi SK	PE		
Tonen	PE, PE-PP		

Sumber : Min Yang, 2012



Gambar 2.5 Hasil SEM separator komersial (a) Separator Celgard menggunakan proses kering (*dry process*) (b) Separator Asahi menggunakan proses basah (*wet process*) (c) Separator Entek menggunakan proses basah (*wet process*) (d) Separator Tonen menggunakan proses basah (*wet process*) (Min Yang,

2012).

2.2.2 Lapisan non-woven

Lapisan non-woven adalah produk tekstil yang diolah secara langsung dari serat yang terikat secara bersama-sama.

Struktur berserat dari material non-woven menghasilkan porositas tinggi yang diperlukan untuk penyerapan elektrolit tinggi dan menghasilkan resistansi ion rendah, dan proses pengisian/pengosongan yang baik pada baterai. Berbeda dengan material woven, serat dalam material non-woven terdistribusi terjadi acak dan tidak orientasi strukturmikro. secara Dibandingkan dengan membrane mikropori, lapisan non-woven mempunyai porositas tinggi dan berat rendah. Struktur serat dari meniadi keuntungan utama material non-woven dibandingkan dengan struktur woven untuk aplikasi baterai Lithium. Selain itu, lebih mudah mempersiapkan separator komposit dengan menggunakan material organik dan anorganik secara bersamaan. Namun, separator non-woven memiliki beberapa kelemahan, seperti ukuran pori besar dan tebal. penetrasi partikel melalui Kecenderungan separator dan pembentukan dendrit selama pengisian yang berlebihan sangat tinggi pada sistem ion Lithium. Oleh sebab iti, membrane dengan ukuran pori kecil lebih baik digunakan. Tabel 3 merupakan teknik pembuatan lapisan non-woven, material sintetis terkait dan sifat lapisan (Min Yang, 2012).

Teknik	Material	Sifat Lapisan
Proses Paper- making Metode Melt- blowing Electrospinning	Poliolefin, PA, PTFE, PVDF, PVC, polyester, dan sebagainya	Porositas tinggi (60% - 80%), ukuran pori besar (20 – 50 μm)

Tabel 2.3 Fabrikasi lapisan nonwoven

Sumber : Min Yang, 2012

Untuk meminimalisir kelemahan dari lapisan non-woven, terdapat dua cara penggunaan secara tepat yaitu membuat elektrolit gel polimer sebagai kerangka pendukung dan membentuk separator komposit dengan melapisi lapisan partikel oksida disetiap sisi. Degussa merupakan separator keramik komersial dengan lapisan oksida termasuk alumina, zirconia, dan silica pada lapisan tipis non-woven poli(etilen tereptalate) (PET). Partikel oksida diperoleh dengan hidrolisis precursor dan suspense binder anorganik, dan kemudian suspensi dilapisi nonwoven pori PET. Setelah itu PET dikeringkan pada temperature 200<sup>o</sup>C. Dengan menggunakan metode ini, sebuah separator mempunyai ukuran pori kecil, permeabilitas udara dan stabilitas dimensi tinggi (Min Yang, 2012).



Gambar 2.6 Skema dan hasil SEM separator komposit Degussa (Min Yang, 2012).

#### 2.3 Polivinil diflouride (PVDF)

#### 2.3.1 Karakteristik PVDF

Polivinil diflouride (PVDF) memiliki komposisi kimia  $(CH_2-CF_2)_n$  dan biasa dikenal secara formal dengan nama 1,1 difluoroethylene. PVDF adalah polimer termoplastik dan tidak reaktif. Polimer ini biasanya digunakan dalam kimia, semikonduktor, industri medis dan pertahanan. PVDF diproduksi oleh polimerisasi vinil diflouride (Kevin Lhoste, 2012). Saat ini, PVDF sedang dikembangkang sebagai separator pada baterai ion Lithium (Hao Li, 2011).



Gambar 2.7 Struktur Kimia PVDF (Kevin Lhoste, 2012).

Polivinil diflouride (PVDF) mempunyai temperature transisi glass (T<sub>o</sub>) sebesar -35<sup>o</sup>C dan biasanya 50-60% kristalin. Berat molekul PVDF berkisar antara 60 dan 70 kg/mol. Berdasarkan pada penyesuaian rantai, PVDF menunjukkan sifat vang berbeda. Ketika terjadi peregangan mekanik, rantai molekul PVDF dapat terorientasi dan terkutub dibawah tegangan. Pengkutuban PVDF adalah polimer feroelektrik, menunjukkan sifat pizoelektrik dan piroelektrik (Kevin Lhoste, 2012). Sifat feroelektrik PVDF inilah yang membuat polimer ini sangat unik. PVDF memiliki respon piezoelektrik kuat dibandingkan dengan polimer lain dan mudah dibentuk menjadi lapisan. Selain itu, PVDF mempunyai stabilitas kimia, ketahanan terhadap pelarut organik, modulus eleastis vang tinggi dibandingkan polimer lain. PVDF terbukti dapat digunakan sebagai bahan dielektrik karena permitivitas tinggi, kekuatan dielektrik dan factor disipasi rendah. Dibandingkan polimer lain dan material piezoelektrik pada umumnya, PVDF mempunyai banyak keuntungan, beberapa diantaranya seperti dibawah ini (Daniel et al, 2002).

- Kekakuan tinggi, tahan deformasi
- Suhu transisi kaca rendah (tidak terjadi transisi antara  $-45^{\circ}$ dan  $170^{\circ}$  C )
- Temperature proses lama (185<sup>°</sup>-250<sup>°</sup> C)
- Resistensi terhadap panas dan pembakaran
- Resistensi terhadap abrasi
- Kimia inert
- Tidak beracun
- Tahan kimia (pelarut polar yang terlalu tinggi akan menyebabkan pembengkakan pada rantai polimer)
- Stabilitas radiasi (UV, X-ray, Gamma)
- Insulator listrik yang baik
- Titik curie yang tinggi (103<sup>°</sup>C)

## 2.3.2 Fasa PVDF

Polivinil diflouride (PVDF) mempunyai fase kristalin utama yaitu  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , dan  $\delta$  yang bergantung pada penyesuaian

molekul. Menurut Lau Hing Man, rotasi ikatan ideal pada fasa  $\alpha$ adalah T = 180<sup>0</sup> dan G = 60<sup>0</sup>. Struktur TGTG dari fasa  $\alpha$ ditunjukkan pada Gambar 2.8 dengan ikatan rotasi T = 179<sup>0</sup> dan G = 45<sup>0</sup>. Fasa  $\alpha$  terbentuk ketika terjadi proses pelelehan kristalisasi pada temperatur dibawah 160<sup>0</sup>. Fasa  $\beta$  dengan grup – CF<sub>2</sub> berputar ke samping sebanyak 7<sup>0</sup> dengan arah yang jauh berbeda dari planar zigzag untuk menampung atom flourine. Fasa  $\delta$  dibentuk oleh medan listrik lanjutan dalam fasa alpha. Fasa  $\gamma$ mempunyai sudut rotasi sebesar T = 170<sup>o</sup>C dan G = 52<sup>o</sup>C (Lau Hing Man et al, 2012).



**Gambar 2.8** Empat fasa kristal PVDF a) Fasa alpha b) Fasa beta c) Fasa delta d) Fasa gamma (Lau Hing Man et al, 2012).

Fasa  $\alpha$ -PVDF mempunyai struktur fasa trans-gauche-transgauche (TGTG), seperti pada Gambar 2.9. Gambar tersebut tidak menunjukkan struktur helikal ataupun planar zigzag tetapi kombinasi dari keduanya. Selain itu G atau TG menunjukkan struktur helikal murni. G menunjukkan ikatan dimana kemiringan *carbon backbone* dari bidang. Setiap G atau G- menunjukkan sudut 60<sup>0</sup> atau -60<sup>0</sup> secara berturut-turut dari bidang ke ikatan terakhir. Stuktur berdasarkan pengulangan G atau G- akan mempunyai struktur helix di sisi kiri dan kanan. Ketika struktur dengan G dan G- berselang-seling membentuk struktur helix yang tidak lengkap maka akan merubah arah pertukaran ikatan G (Daniel et al, 2002). Fasa  $\beta$ -PVDF membentuk sebuah planar zigzag, atau TT dimana T menunjukkan ikatan *trans* yang terletak pada bidang yang sama sebagai *carbon backbone*. Semua struktur trans pada fasa  $\beta$ -PVDF menggerakan atom flourin di sepanjang carbon black bone. Struktur ini mengikuti densitas dan mengurangi tegangan antar molekul mengikuti perpindahan rantai terbesar (Daniel et al, 2002).





Bentuk molekul helikal mempunyai energi lebih rendah daripada planar zigzag, yang mana sebagian besar lebih disukai karena bentuk fasa  $\alpha$  terbentuk dari proses peleburan. Walaupun  $\alpha$  merupakan fasa PVDF yang lebih stabil, fasa yang lain juga stabil (Daniel et al, 2002).

Karena gaya van der Waals antar atom disepanjang *carbon* backbone dan antara molekul polimer, fasa  $\beta$  merupakan intermolekular dan fasa  $\alpha$  merupakan intramolekular. Gaya van der Waals berpengaruh pada struktur PVDF dan membuat transgauche-trans-gauche pada fasa  $\alpha$  lebih stabil karena jumlah jarak antar atom banyak (Daniel et al, 2002).

Jumlah monomer *head-to-head* atau *tail-to-tail* disepanjang backbone menentukan bagaimana fasa  $\beta$  terbentuk secara mudah. Cacat pada rantai karbon memberikan jarak berlebih antar atom flourine dan membuat fasa  $\beta$  lebih stabil. Jumlah dari radius van der Waals untuk hidrogen dan flourine lebih besar daripada jarak antar atom, 2.56 Å berlawanan dengan 2.45 Å, sehingga terdapat tegangan kecil antara dua atom. Ketika dua atom flourine berdekatan disepanjang carbon backbone, jumlah radius van der Waals lebih besar yaitu 2.7 Å, membentuk tegangan antar dua atom, seperti yang terlihat pada contoh Gambar 2.10 dibawah ini (Daniel et al, 2002).



**Gambar 2.10** Gambar lingkaran yang mengelilingi atom menunjukkan gaya van der Waals antar atom. Jarak antara atom pada head-to-head tersusun lebih banyak jarak antar atom (Daniel et al, 2002).
Unit sel dari fasa  $\alpha$  ortorombik dengan dimensi a = 4.96, b = 9.64, dan 4.62 Å dan mempunyai densitas 1.92 g/cm<sup>3</sup>. Fasa  $\beta$ juga mempunyai unit sel ortorombik dengan konstanta kisi a = 8.45, b = 4.88, c = 2.55 Å dan mempunyai densitas 1.8 g/cm<sup>3</sup>. Dimensi unit sel dari fasa  $\gamma$  dan  $\delta$  mirip dengan fasa  $\alpha$ , dan struktur dari fasa  $\gamma$  dan  $\delta$  adalah semi-helikal. Gambar 2.11 merupakan ilustrasi konfigurasi unit sel untuk fasa  $\alpha$  dan  $\beta$  dan Tabel 2.1 merupakan dimensi unit sel dan space groups untuk empat fasa PVDF (Daniel et al, 2002).



Gambar 2.11 Struktur unit sel dari fasa α-PVDF (Daniel, 2002)

Tabel 2.4 Dimensi unit sel untuk struktur kristal PVDF				
Jenis Fasa	<b>Space Group</b>	a (Å)	b (Å)	c (Å)
α	$P2_1/C$	5,02	9,63	4,62
β	$C_m 2_m$	8,58	4,91	2,56
γ	$C_2 C_m, \beta = 90^0$	4,97	9,66	9,18
	$C_c C_m, \beta = 90^0$	4,96	9,58	9,23
δ	P <sub>2cn</sub>	4,96	9,64	4,62

Sumber : (Daniel et al, 2002)



Gambar 2.12 Struktur unit sel dari fasa  $\beta$ -PVDF (Daniel et al, 2002)

#### 2.3.3 Pelarut PVDF

Pemilihan pelarut untuk PVDF sangat penting untuk pembentukan fasa kristalin. Umumnya pelarut yang lebih polar akan membentuk fasa kristalin. Tingkat penguapan pelarut juga menjadi hal penting dalam pembentukan fasa polimer. Penguapan pelarut lambat akan menghasilkan fasa  $\beta$  sedangkan penguapan pelarut yang cepat akan menghasilkan fasa  $\alpha$ . Pelarut yang berada diantara keduanya akan menghasilkan fasa campuran antar keduanya (Kevin Lhoste, 2012).

PVDF dapat dilarutkan dengan konsentrasi 5 – 10% dalam pelarut polar, seperti yang terlihat pada Tabel 2.5. Pelarut lain seperti Metil Etil Keton (MEK) dapat digunakan sebagai pelarut PVDF pada temperature tinggi tetapi akan kembali mengkristal selama proses pendinginan. Untuk menghasilkan lapisan tipis PVDF dengan spin coating, PVDF sering dilarutkan dalam campuran 2 pelarut yaitu pelarut dengan laju penguapan rendah (DMF, DMAc, DMSO) yang merupakan larutan polimer dan pelarut dengan laju penguapan tinggi (aseton) yang akan menguap selama proses spin coating. Missal, 10% PVDF dilarutkan dalam campuran DMF dan aseton (4:5 wgt). Dalam proses spin coating terdiri dari 2 tahap yaitu kecepatan rendah (500 rpm) diputar selama 10 detik dan kecepatan tinggi (1000-4000 rpm) diputar selama 30 detik. Gambar 2.9 menunjukkan ketebalan lapisan sebagai fungsi dari kecepatan (Kevin Lhoste, 2012).

<b>Tabel 2.5</b> Macam – macam pelarut PVDF				
Pelarut	Titik Didih	Titik Nyala		
	( <sup>0</sup> C)	( <sup>0</sup> C)		
Dimetil Formamide (DMF)	153	67		
Dimetil Acetamide (DMAc)	166	70		
Tetrametil Urea	177	65		
Dimetil Sulfoxide (DMSO)	189	35		
Trietil Phospate	215	116		
N-Metil-2-Pirrolidon	202	95		
	~			

Sumber : Kevin Lhoste, 2012

Setelah proses spin coating, larutan utama akan menguap. Proses penguapan ini sangat penting untuk homogenitas ketebalan dari pembentukan lapisan PVDF. Jika penguapan pelarut rendah (<  $60^{\circ}$ C), kristal PVDF dapat terbentuk, menunjukkan ketebalan lapisan tidak homogen (Gambar 2.14 a). Jika penguapan pelarut tinggi ( $110^{\circ}$ C), pembentukan kristal PVDF tidak terbentuk dan ketebalan lapisan lebih homogen (Gambar 2.14 b) (Kevin Lhoste, 2012).



Gambar 2.13 Ketebalan lapisan PVDF sebagai fungsi kecepatan putar spin coating (Kevin Lhoste, 2012)



**Gambar 2.14** Gambar SEM dari lapisan PVDF (a) Kristal terbentuk ketika proses penguapan rendah (b) Proses penguapan tinggi lapisan menjadi sangat homogen (Kevin Lhoste, 2012)

### 2.4 Poli (dimetilsiloksan) (PDMS)

Poli (dimetilsiloksan) (PDMS) adalah polimer dengan ikatan silicon oksigen (siloksan) yang memiliki dua gugus metil (CH<sub>3</sub>). Struktur dari PDMS seperti pada Gambar dibawah ini.



Gambar 2.15 Struktur PDMS

Poli (dimetilsiloksan) (PDMS) adalah polimer dengan grup organosilikon, seperti pada Gambar 2.15. PDMS pre-polimer merupakan larutan cair (liquid), dibuat dengan mencampurkan grup vinil (bagian A) dan grup hidrosiloksan + katalis (bagian B) pada rasio yang berbeda. Hal ini dapat membentuk crosslinking pada berbagai suhu untuk pemadatan lapisan PDMS. Rasio yang umum digunakan adalah 10:01 (wt bagian A vs bagian B). rasio pencampuran tertinggi menghasilkan lapisan PDMS yang semakin lembut (Kevin Lhoste, 2012).







Gambar 2.17 Balok PDMS (Kevin Lhoste, 2012)

Poli (dimetilsiloksan) adalah material yang sangat menarik sejak diketahui bahwa PDMS memiliki sifat kombinasi unik yang tidak ditemukan pada material lain. Sifat - sifat tersebut seperti temperature transisi glass yang rendah (-120<sup>o</sup>C), fleksibilitas rantai yang sangat tinggi, oksidatif yang baik, stabilitas termal dan sinar UV, hidropobisitas, biokompatibilitas, permeabilitas gas yang tinggi, energi permukaan yang rendah, lubrikasi yang tinggi, ketahanan plasma atom oksigen yang sangat baik (Pramulista, 2013), sifat mekanik dan kimia stabil, mudah membentuk ikatan glass atau silicon, permukaan energi yang rendah, elastis, dan mudah untuk diproses (Kevin Lhoste, 2012). Walaupun PDMS memiliki banyak sekali sifat yang unik, PDMS murni secara mekanik terlalu lemah untuk bisa digunakan sebagai polimer. PDMS murni juga menunjukkan aliran dingin pada berat molekul yang besar (Mn = 500.000). Karena volume PDMS yang sangat sehingga besar, kerapatan energi kohesi menjadi rendah fleksibilitas rantai menjadi tinggi. PDMS mempunyai tegangan permukaan yang rendah, energi permukaan dan parameter daya larut yang rendah serta tak dapat dicampur dengan kebanyakan polimer organic lain. Pada prakteknya, PDMS memiliki kegunaan terbatas untuk modifikasi permukaan dengan cara blending (pencampuran). Hal ini dikarenakan ia cenderung menolak matriks. Cara efektif untuk menambah kompatibilitas adalah dengan membentuk copolymer dari siloksan dengan jenis polimer lain (Pramulista, 2013).

Sifat PDMS yang memiliki temperature transisi glass yang rendah juga diteliti oleh Deshpande dan Rezac. PDMS memiliki temperature transisi glass dan temperature pelelehan Kristal yang sangat rendah. Hal ini menyebabkan wujud PDMS di temperature kamar berupa larutan (Pramulista, 2013).

### 2.5 Pertukaran Ion

Pertukaran ion merupakan sebuah proses pergerakan ion dari larutan eksternal ditukar dengan ion elektrostatis yang terikat pada kelompok fungsional yang terkandung dalam matriks padat. Ketika kelompok fungsional yang bermuatan negatif melakukan pertukaran akan melibatkan kation dan ketika bermuatan positif maka melibatkan anion. Kenyataannya, dalam kondisi tertentu, media pertukaran ion mempunyai afinitas lebih besar untuk jenis ion tertentu daripada lainnya. Sebagai contoh, hidrogen sebagai penukar kation akan melepaskan ion hidrogen ke dalam larutan dan mengambil ion cesium dari larutan, seperti persamaan berikut:

 $R - H + Cs^+ \iff R - Cs + H^+$ 

dimana R merupakan matriks yang tidak larut dari resin penukar ion. Jumlah ion negatif dari garam cesium tidak terpengaruh oleh proses pertukaran karena setiap ion cesium akan digantikan oleh hidrogen (Braun, 2002).

Pertukaran ion pada konsepnya ialah ion-ion yang ditahan oleh gaya elektrostatis pada permukaan padatan digantikan oleh ion-ion bermuatan sama yang berada pada larutan. Bahan penukar ion harus mempunyai ion aktif di seluruh strukurnya, berkapasitas besar selektif untuk jenis ion tertentu, mampu diregenerasi, stabil secara kimiawi/fisis serta mempunyai kelarutan rendah.

Metode pertukaran ion adalah suatu reaksi (pertukaran) reversible ion-ion pada padatan (material / media penukar ion) dengan yang ada pada larutan, tetapi tidak terdapat perubahan substansial dalam struktur dari padatan tersebut. Secara sederhana metode pertukaran ion dapat diartikan sebagai metode untuk menghilangkan ion-ion yang tidak dikehendaki.

Selain menjadi penukar ion, bahan penukar ion juga dapat bertindak sebagai penyerap atau *sorbents*. Ketika bahan penukar ion berhubungan langsung dengan larutan elektrolit maka ion akan terlarut didalamnya adalah terkonsentrasi pada kedua permukaan dan di pori-pori media pertukaran ion. Dalam larutan elektrolit lemah atau non-elektrolit, penyerapan oleh penukar ion mirip dengan penyerapan non-ionik. Dalam penyerapan elektrolit kuat adalah hasil kesetimbangan, karena adanya gaya elektrostatis antara ion dalam larutan dan kelompok ioni pada media pertukaran ion (Braun, 2002). "Halaman ini sengaja dikosongkan"

# BAB III METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Peralatan dan Bahan

#### 3.1.1 Peralatan

Peralatan yang dipakai dalam eksperimen ini antara lain gelas beker, gelas ukur, pipet, spatula, *digital balance*, pirometer, vakum pump, spin coating, dan pengaduk magnetik (hot plate dan magnetik stirrer). Karakterisasi yang diperlukan yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa dan derajat kristalinitas, *Scanning Electron Microscope* (*SEM*) untuk mengetahui morfologi permukaan dan ketebalan lapisan, uji FTIR untuk mengetahui ikatan gugus fungsi dan uji konduktivitas listrik untuk mengetahui konduktivitas dan resistivitas.

### 3.1.2 Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini yaitu polivinil diflouride (PVDF), polidimetil siloksan (PDMS), glycerol, N-N dimetil acetamide (DMAc) sebagai pelarut PVDF, aquades dan alkohol 96%.

### 3.2 Prosedur Kerja

### 3.2.1 Sintesis PVDF/PDMS

PVDF yang akan digunakan sebagai bahan utama pembuatan separator baterai ion litiium dilarutkan dalam N,N – dimethyl acetamide (DMAc) dan ditambahkan gliserol serta PDMS diputar selama 6 jam pada suhu  $70^{\circ}$ C untuk homogenisasi larutan. Larutan tersebut dispin coating dengan substrat kaca ITO sehingga membentuk lapisan tipis. Sebelum dispin coating, kaca ITO dibersihkan terlebih dahulu dengan *ultrasonic cleaner* selama 10 menit dan dikeringkan dengan kertas tisu atau tisu optik. Setelah penguapan selama 10 detik, lapisan tipis direndam dalam aquades selama 48 jam dan terbentuk membrane porus. Tujuan dari proses ini yaitu untuk menghilangkan gliserol, pelarut, dan zat aditif. Lapisan tipis yang telah direndam, di keringkan dalam keadaan vakum pada suhu  $40^{\circ}$ C selama 24 jam.

Membran porus PVDF/PDMS terbentuk. Setelah terbentuk membran dilakukan pengujian porositas dengan prinsip Archimedes dan menggunakan perhitungan seperti dibawah ini.

$$P\% = \frac{\frac{M_b}{\rho_b}}{M_m / \rho_m + M_b / \rho_b} \times 100\% \dots \dots \dots \dots 3.1$$

dengan :

P% = Porositas membran (%)

 $M_b$  = Massa membran setalah direndam dalam butanol (gr)

 $M_m$  = Massa membran (gr)

 $\rho_b$  = Densitas n-butanol (0,809 – 0,812 gr/mL)

 $\rho_m$  = Densitas memabran (gr/mL)

dengan :

$$\rho_m = V_{PVDF} (\rho_{PVDF} - \rho_{PDMS}) + \rho_{PVDF}$$

dengan :

 $V_{PVDF}$  =Fraksi perbandingan PVDF yaitu 7/10, 8/10, 9/10, 10/10  $\rho_{PVDF}$  = Densitas PVDF (1,74 gr/mL)

 $\rho_{PDMS}$  = Densitas PDMS (0,965 gr/mL)

Kemudian dilakukan karakterisasi sampel PVDF/PDMS dengan pengujian XRD, SEM, FTIR, dan Konduktivitas Listrik, sesuai penjelasan pada sub bab 3.2.2.

## 3.2.2 Karakterisasi Sampel

## 3.2.2.1 Uji X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian dengan XRD pada penelitian ini dilakukan untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk dari hasil sintesis (analisa kualitatif) dan untuk mengetahui derajat kristalinitas dari pola difraksi fasa amorf (analisa kuantitatif).

Identifikasi fasa sampel hasil sintesis dilakukan dengan melakukan pengujian difraksi sinar-X tipe JEOL-3530 *Philips X'Pert* MPD *(Multi Purpose Diffractometer)* di Laboratorium Difraksi Sinar-X *RC (Research Center)* Teknik Materil ITS Surabaya. Pengukuran ini akan dilakukan pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA dengan menggunakan target Cu ( $\lambda$ =1,54056 Å).



Gambar 3.1 Seperangkat peralatan Uji XRD

Pengukuran XRD dimulai dari sudut  $15^{0}-60^{0}$ . Proses identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data dengan referansi jurnal secara manual. Kemudian berdasarkan pola difraksi yang diperoleh dan dilakukan perhitungan untuk mengetahui derajat kristalinitas dari masing-masing variasi komposisi dengan menggunakan rumus berikut.

dengan :

$$I_{am} = I_{terti nggi PVDF} - I_{PVDF/PDMS}$$
  
 $I_{total} = I_{total PVDF}$ 

## 3.2.2.2 Uji Scanning Microscope Electron (SEM)

Uji SEM dilakukan untuk melihat morfologi permukaan dan ketebalan lapisan dari separator PVDF/PDMS. SEM adalah jenis mikroskop elektron untuk memindai Gambar permukaan suatu sampel padat dengan menggunakan sinar elektron berenergi tinggi dalam pola pemindai pixel. SEM adalah mikroskop yang menggunakan hamburan elektron dalam membentuk bayangan elektron berinteraksi dengan atom-atom yang membentuk sampel menghasilkan sinyal yang berisi informasi tentang topografi permukaan sampel dan komposisi.

Pada SEM, Gambar dibuat berdasarkan deteksi elektron baru (elektron sekunder) atau elektron pantul yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel tersebut scanning dengan sinar elektron. Elektron sekunder atau elektron pantul yang terdeksi selanjutnya diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap – terang pada layar monitor CRT (cathode ray tube). Detektor elektron sekunder yang umum disemua SEM, dapat menghasilkan Gambar permukaan sampel dengan resolusi yang sangat tinggi, mengetahui ukuran kurang dari 1-5 nm dan memahami struktur permukaan dari sampel.

Pada proses operasinya, SEM tidak memerlukan sampel yang ditipiskan, sehingga bisa digunakan untuk melihat obyek dari sudut pandang tiga dimensi. Alat SEM yang digunakan adalah merk Carl Zeiss dengan tipe Evo MA 10 di laboratorium robotika ITS.



Gambar 3.2 Seperangkat Peralatan Uji SEM

Berdasarkan hasil pengujian SEM akan didapatkan morfologi struktur pori dari setiap perbandingan komposisi PVDF/PDMS dan ketebalan lapisan. Dari hasil uji SEM tersebut dapat dihitung jumlah pori dan kerapatan pori dengan menggunakan persamaan berikut. a. Jumlah pori

dengan :

b.

 $\rho_{PDMS}$  = Densitas PDMS (0,965 gr/mL)

### 3.2.2.3 Spektrokopi FTIR

Salah satu metode spektroskopi yang digunakan untuk bahan polimer adalah spektroskopi inframerah (IR). Dua variasi instrumental dari spektroskopi tipe IR yaitu metode dispersif, dimana prisma atau kisi dipakai untuk mendispersikan radiasi infra merah dan metode *Fourier transform* (FT) menggunakan prinsip interferometri (Malcolm, 2007). Prinsip spektroskopi jenis ini adalah penyerapan radiasi inframerah oleh suatu senyawa, sehingga spektroskopi jenis ini dapat memberikan informasi keadaan vibrasional dari molekul. Dengan menganalisa intensitas yang terserap dan posisi spektral dari absorbsi inframerahnya (panjang gelombang), maka elemen – elemen yang terdapat pada bahan yang diuji dapat diketahui.

Secara mikroskopis bahan uji akan menyerap radiasi inframerah yang selanjutnya meningkatkan amplitudo getaran atom– atom yang berikatan sehingga bahan berada dalam keadaan vibrasi tereksitasi yang kemudian energi serapan akan dibuang dalam bentuk panas jika molekul kembali pada keadaan dasar. Besarnya panjang gelombang yang diabsorbsi bergantung pada tipe getaran yang terjadi pada atom – atom yang berikatan. Hal ini memberikan nilai penyerapan yang berbeda pada tiap – tiap ikatan. Penggunaan radiasi inframerah yang paling banyak digunakan adalah pada daerah panjang gelombang 4000 - 690 cm<sup>1</sup>. Daerah ini merupakan daerah inframerah tengah.Pengujian Spektroskopi FTIR dilakukan di Laboratorium Teknik Material ITS Surabaya pada range bilangan gelombang 500 – 4000 cm<sup>-1</sup>.



Gambar 3.3 Seperangkat Peralatan Uji Spektroskopi FTIR

### 3.2.2.4 Konduktivitas Listrik

Pengujian Konduktivitas Listrik dilakukan di BATAN Serpong dengan menggunakan LCR meter HIOKI 3522-50 LCR HiTESTER dengan prinsip *two probe*. LCR merupakan alat yang digunakan untuk mengukur tentang sifat bahan yang meliputi induktansi, kapasitansi dan konduktansi terhadap fungsi frekuensi. Frekuensi yang digunakan pada penelitian ini adalah 0,1 Hz sampai 100.000 Hz dengan tegangan 1 V.



Gambar 3.4 Alat pengukuran konduktivitas listrik

Konduktivitas listrik suatu bahan ditentukan oleh struktur kristalnya, misalnya bahan dengan konduktivitas tinggi mempunyai tipe struktur dengan tumpukan atom tidak padat, sehingga mempunyai jaringan untuk dilewati ion yang bergerak. Persamaan konduktivitas yaitu

$$J = \sigma \varepsilon \dots 3.6$$

menghubungkan antara kerapatan arus, J dan medan listrik,  $\varepsilon$ , dimana  $\sigma$  adalah konduktivitas, kebalikan dari resistivitas  $\rho$ . Misalnya arus I pada sebuah sampel bahan ionik dengan penampang tetap A (m<sup>2</sup>) dan panjang L (m) dan diberi tegangan V pada bahan yang diukur, ditunjukkan pada Gambar 3.1.

Kerapatan arus J adalah I/A (Ampere/m<sup>2</sup>), dan medan listrik  $\varepsilon$  adalah V/L (V/m) persamaan 3.3, direduksi menjadi:

$$R = \frac{V}{I} = \rho \frac{L}{A}$$

atau

Konduktansi, G = 1/R, resistivitas,  $\rho$  = 1/ $\sigma$  ( $\Omega m$ ), maka persamaan 3.8 ditulis :

$$\sigma = G \times \frac{L}{A} \dots 3.9$$

dengan :

 $\sigma$  = Konduktivitas sampel (S/cm atau 1/ $\Omega$ m)

G = Konduktansi(S)

A = luas permukaan sampel (cm<sup>2</sup>)

L = tebal sampel (cm)



Gambar 3.5 Pengukuran konduktivitas listrik (P. Purwanto, 2007)



"Halaman ini sengaja dikosongkan"

## BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Sintesis Separator komposit PVDF/PDMS

Pembuatan polimer PVDF/PDMS sebagai separator pada baterai ion lithium dilakukan dengan menggunakan metode pencampuran (blending). Metode blending merupakan metode sederhana untuk memodifikasi matriks polimer. Beberapa polimer seperti polietilen oksite (PEO), poliakrilonitril (PAN), poli (dimetilsiloksan) (PDMS), dan polimetil metakrilat (PMMA), telah digunakan untuk dicampur dengan matriks PVDF. Beberapa tahun terakhir ini, banyak pembuatan separator dengan metode blending (Ting, 2013). Sebagai contoh, penelitian yang dilakukan oleh Xi et al, penambahan PEO ke dalam matriks PVDF dapat porositas. meningkatkan Sedangkan pada penelitian ini menggunakan PDMS, penambahan PDMS ini dapat mengurangi kristalinitas dari PVDF dan meningkatkan penyerapan elektrolit (Xi, 2006).

Eksperimen ini diawali dari proses pencampuran (*blending*) PVDF dan PDMS. Proses blending bertujuan untuk homogenisasi larutan. PVDF dilarutkan terlebih dahulu dengan menggunakan pelarut DMAc, kemudian ditambah glicerol dan PDMS sedikit demi sedikit. Penelitian ini dilakukan dengan variasi perbandingan komposisi PVDF/PDMS yaitu 7:3, 8:2, 9:1, dan 10.0Variasi penambahan PDMS ini bertujuan untuk menurunkan derajat kristalinitas dari PVDF karena PVDF mempunyai derajat kristalinitas yang sangat tinggi.

Proses pencampuran dilakukan dilakukan pada suhu 70°C selama 8 jam untuk membentuk larutan homogen dengan kecepatan putar pengaduk 250 rpm. Lama proses blending mempengaruhi produk hasil pemprosesan. Dengan meningkatkan waktu pengadukan didapatkan hasil yang lebih baik, karena kesempatan partikel tersebar merata menjadi lebih besar. Kecepatan putar pengaduk dapat juga mempengaruhi kualitas hasil, namun masih perlu penelitian lebih lanjut untuk

menentukan kecepatan putar yang optimal guna mendapatkan hasil yang lebih baik.

Selanjutnya dilakukan proses pembuatan lapisan tipis dengan menggunakan spin coating. Proses spin coating dilakukan dengan kecepatan awal 500 rpm sselama 20 detik supaya lapisan lebih tersebar merata pada substrat kemudian kecepatan ditambahkan menjadi 1000 rpm selama 40 detik. Substrat yang digunakan adalah kaca ITO.



Gambar 4.1 Proses pembentukan lapisan tipis separator komposit PVDF/PDMS

Setelah proses spin coating dilanjutkan dengan proses perendaman lapisan selama 2 hari. Hal ini dilakukan untuk menghilangkan pelarut dan zat aditif lainnya. Selanjutnya lapisan yang telah direndam, dilakukan proses pengeringan dengan menggunakan vakum pada suhu  $40^{\circ}$ C selama 1 hari. Hal ini dilakukan untuk membentuk porositas.



Gambar 4.2 Separator komposit PVDF/PDMS setelah divakum a) 10:0 b) 9:1 c) 8:2 d) 7:3

## 4.2 Analisa Morfologi Permukaan Separator Komposit PVDF/PDMS dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Untuk mengidentifikasi morfologi separator komposit PVDF/PDMS secara kualitatif dapat digunakan SEM (Scanning Electron Microscope). Tujuan pengujian SEM adalah untuk mengetahui Gambaran profil mikrostruktur, ketebalan lapisan dan ukuran pori–pori dari separator komposit PVDF/PDMS. Melalui hamburan elektron dalam membentuk bayangan elektron berinteraksi dengan atom-atom yang membentuk sampel maka akan terlihat morfologi dan ketebalan dari separator komposit PVDF/PDMS seperti pada Gambar 4.3 dengan perbesaran 3000× untuk morfologi pori dan 2000× untuk ketebalan membran.

# 4.2.1. Pengaruh Penambahan PDMS Terhadap Ukuran Pori dan Jumlah Pori

Pada Gambar 4.3 menunjukkan morfologi yang mirip pada setiap perbandingan PVDF/PDMS dengan struktur pori simetris. Struktur pori terbentuk akibat proses vakum selama 24 jam. Menurut C.L.Cheng, proses penguapan dalam vakum dapat membentuk struktur pori pada separator elektrolit (C.L.Cheng, 2004).

Pada Gambar 4.3 menunjukkan morfologi yang mirip pada setiap perbandingan PVDF/PDMS yaitu berstruktur pori. Pada perbandingan 10:0 bentuk geometri dari pori terdiri dari dua jenis yaitu lingkaran dan oval. Seiring dengan penambahan PDMS bentuk geometri dari pori cenderung membentuk lingkaran. Pada Gambar uji SEM 4.3 juga terlihat semakin mengecil ukuran dengan peningkatan konsentrasi PDMS pada separator komposit PVDF/PDMS. Pada perbandingan PVDF/PDMS (10:0 atau tanpa PDMS) pori-pori yang terbentuk sangat banyak dan terdistribusi secara homogen dan cenderung ukuran pori lebih besar dibandingkan dengan menggunakan penambahan PDMS. Ukuran pori-pori pada perbandingan ini mempunyai rentang ukuran antara 1,46 $\mu$ m -15,56 $\mu$ m. Pada perbandingan PVDF/PDMS 9:1 pori-pori tidak begitu terlihat, banyak bagian yang terlihat menggumpal dan ukuran pori-pori yang terbentuk jauh lebih kecil. Ukuran pori-pori pada perbandingan ini mempunyai rentang ukuran 1,46µm–9,56µm. Pada perbandingan ini, dengan penambahan konsentrasi PDMS, terlihat ukuran pori-pori mulai mengecil. Reduksi ukuran pori akibat penambahan konsentrasi PDMS disebabkan karena infiltrasi fasa liquid PDMS kedalam struktur pori-pori PVDF dan akibat adanya gaya sentrifugal menyebabkan pelapisan permukaan pori-pori dari stuktur PVDF. Sehingga pada saat proses pemadatan terjadi pengecilan ukuran pori. Perbandingan PVDF/PDMS 7:3 dan 8:2 menunjukkan struktur vang sangat mirip. Pada perbandingan PVDF/PDMS 8:2, ukuran pori-pori jauh lebih kecil dibandingkan perbandingan 10:0 dan 9:1, hal tersebut disebabkan peningkatan fasa liquid dari PDMS sehingga reduksi semakin besar dan ukuran pori semakin kecil dibandingkan perbandingan 10:0. Ukuran pori-pori pada perbandingan ini mempunyai rentang 1,27µm-7,10µm. Pada perbandingan PVDF/PDMS 7:3, ukuran pori yang terbentuk jauh lebih kecil dibandingkan perbandingan lainnya. Ukuran pori-pori pada perbandingan ini mempunyai rentang 1,13µm-2,33µm. Dapat disimpulkan bahwa penambahan PDMS dan pengurangan PVDF dapat mengurangi ukuran pori.

Ukuran pori setiap perbandingan PVDF/PDMS yaitu mempunyai diameter rata-rata sebesar  $13,58\mu$ m,  $7,18\mu$ m,  $5,62\mu$ m,  $1,71\mu$ m secara berturut-turut untuk perbandingan 10:0. 9:1, 8:2, dan 7:3. Dengan mengecilnya diameter pori ini menunjukkan jumlah pori dari setiap perbandingan semakin banyak. Hal ini dapat dibuktikan secara kualitatif dan kuantitatif, secara kualitatif seperti hasil uji SEM pada Gambar 4.3 dan secara kuantitatif pada Tabel 4.1.



**Gambar 4.3** Hasil pengujian SEM separator pori dengan perbandingan rasio komposisi PVDF/PDMS : (a)10:0 (b) 9:1 (c) 8:2 (d) 7:3. 1 : morfologi permukaan & 2 : ketebalan lapisan

Pada perhitungan jumlah pori menggunakan pendekatan pemodelan pori terbuka atau *open pore* dengan ketebalan yang dapat dilihat melalui uji SEM. Pada perhitungan jumlah pori dari masing-masing perbandingan PVDF/PDMS dapat diilustrasikan bentuk pori adalah silinder seperti pada Gambar dibawah ini.



Gambar 4.4 Ilustrasi bentuk pori terbuka

Perbandingan PVDF/PDMS	Tebal Lapisan (μm)	Volume Pori (m <sup>3</sup> )	Volume Butanol (m <sup>3</sup> )	Jumlah pori (count)
10:0	17,80	$2,57 \times 10^{-15}$	$3,71 \times 10^{-10}$	$1,44 \times 10^5$
9:1	19,56	7,89x10 <sup>-16</sup>	$2,47 \times 10^{-10}$	$3,13 \times 10^{5}$
8:2	8,61	$2,13 \times 10^{-16}$	$6,18 \times 10^{-10}$	$2,90 \times 10^{6}$
7:3	18,54	$4,25 \times 10^{-17}$	$2,47 \times 10^{-10}$	$5,82 \times 10^6$

<b>Tabel 4.1</b> Jumlah pori separator komposit PVDF/	PDMS
---	------

Pada Tabel 4.1 menunjukkan jumlah pori dari separator komposit PVDF/PDMS bertambah banyak hingga 10 kali lipat dengan peningkatan konsentrasi PDMS, dibandingkan separator tanpa PDMS, 10:0. Hal ini disebabkan karena ukuran pori yang mengecil sehingga jumlah pori semakin banyak. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa terjadi infiltrasi fasa liquid PDMS kedalam struktur pori-pori PVDF sehingga membuat ukuran pori menjadi mengecil dan jumlahnya bertambah banyak, seperti yang terlihat pada Tabel 4.1. Bertambah banyaknya jumlah pori maka semakin meningkatkan luas permukaan spesifik membran. Hal tersebut mendukung dalam proses mekanisme pertukaran ion yang terjadi pada membran.

pada perbandingan PVDF/PDMS Kerapatan pori merupakan jumlah pori per luasan membran. Ketika peningkatan konsentrasi PDMS, jumlah pori yang terdapat pada membran juga banyak dan kerapatan pori juga tinggi. Kerapatan pori tinggi menunjukkan jumlah pori yang terbentuk banyak dengan surface area yang luas. Apabila dibandingkan dengan separator tanpa PDMS, separator dengan penambahan PDMS mempunyai kerapatan pori 10 kali lipat lebih banyak, seperti yang diinterpretasikan dalam sebuah grafik pada Gambar 4.5. Kerapatan pori tertinggi dicapai pada perbandingan 7:3 yaitu  $4.07 \times 10^{11} / \text{m}^2$ .

Tabel 4.2 Kerapatan pori separator komposit PVDF/PDMS

Perbandingan PVDF/PDMS	Jumlah pori	Luas membran (m <sup>2</sup> )	Kerapatan Pori (m⁻²)
10:0	$1,44 \times 10^5$	3,23x10 <sup>-5</sup>	$4,47 \times 10^9$
9:1	$3,13x10^{5}$	6,16x10 <sup>-5</sup>	$5,08 \times 10^9$
8:2	$2,90 \times 10^{6}$	2,92x10 <sup>-5</sup>	$9,90 \times 10^{10}$
7:3	$5,82 \times 10^{6}$	1,43x10 <sup>-5</sup>	$4,07 \times 10^{11}$



Gambar 4.5 Grafik hubungan perbandingan PVDF/PDMS terhadap Kerapatan Pori

### 4.2.2 Pengaruh Penambahan PDMS Terhadap Prosentase Porositas

Prosentase porositas dari setiap perbandingan berkisar antara 69,33% - 81,53%. Prosentase porositas tertinggi dicapai pada perbandingan 8:2 yaitu sebesar 81,53%. Prosentase porositas dihitung dengan menggunakan persamaan 3.1 pada Bab 3. Berdasarkan persamaan tersebut, prosentase porositas merupakan volume membran yang terserap butanol dibagi dengan volume total, artinya volume butanol yang diserap membran besar pada perbandingan 8:2 dan prosentase porositas tidak berkaitan dengan penambahan PDMS.

Tabel 4.5 Flosen	Tabel 4.5 Prosentase porositas separator komposit P VDF/PDMS				
Perbandingan PVDF/PDMS	Densitas membran (gr/mL)	Massa kering (gr)	Massa basah (gr)	Porositas (%)	
10:0	1,74	0,0010	0,0013	73,65	
9:1	1,66	0,0020	0,0022	69,33	
8:2	1,59	0,0004	0,0009	81,53	
7:3	1,51	0,0004	0,0006	73,65	



Gambar 4.6 Grafik hubungan perbandingan PVDF/PDMS terhadap prosentase porositas

### 4.3 Analisa Fasa dan Derajat Kristalinitas dengan Difraksi Sinar-X

Untuk mengidentifikasi fasa yang terdapat pada sampel dengan perbandingan komposisi maka dilakukan karakterisasi dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD). Pengujian dilakukan dengan difraksi sinar-X pada rentang sudut pendek yaitu  $15^{0}-60^{0}$  dan menggunakan panjang gelombang sebesar 1.54056 Å. Pada Gambar 4.7 memperlihatkan pola difraksi sinar-X sampel dengan perbandingan rasio komposisi. Berdasarkan pada kondisi persiapan, sebagian besar rantai PVDF dibagi kedalam 3 bentuk kristalin yaitu kristal tipe- $\alpha$  dengan TGTG (Trans-Gauche-Trans-Gauche, kristal tipe- $\beta$  dengan planar zigzag, dan kristal tipe- $\gamma$  dengan TTTGTTTG (Trans-Trans-Trans-Gauche-Trans-Trans-Trans-Gauche) (Hao-Li, 2011).

Pada perbandingan rasio komposisi PVDF/PDMS dengan adanva penambahan PDMS dari 10:0 sampai 7:3, tidak telihat adanya perubahan pada lokasi karakteristik puncak dan tidak ada difraksi puncak baru yang terbentuk. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan PDMS tidak mempengaruhi atau tidak merubah fasa dari PVDF. Hal ini dapat dibuktikan dengan melihat pola difraksi dari PVDF murni pada Gambar 4.8 dan pola difraksi PDMS murni pada Gambar 4.9. Pada pola difraksi PVDF murni yang merupakan struktur polimer semikristalin, terdapat 4 puncak utama yaitu pada sudut  $17,70^{\circ}(100), 18,31^{\circ}(020), 19,94^{\circ}(110),$ dan 26,53<sup>°</sup>(021). Sudut-sudut tersebut menunjukkan fasa  $\alpha$ -PVDF sesuai dengan referensi pada Tabel 4.4. Sedangkan pada pola difraksi PDMS murni hanya terdapat satu puncak yaitu pada sudut 11,3°. PDMS sendiri mempunyai fasa liquid. Jika dibandingkan dengan pola difraksi PVDF/PDMS dengan perbandingan komposisi vang diberikan, pola difraksi menunjukkan hasil yang mendekati pola difraksi PVDF murni (dilihat dari sudut difraksi) dan tidak terdapat puncak dari PDMS pada pola difraksi PVDF/PDMS. Sehingga penambahan PDMS pada penelitian ini tidak merubah fasa dari PVDF, tetapi menurunkan intensitas dari separator komposit PVDF/PDMS atau dengan kata lain menurunkan derajat kristalinitas separator komposit PVDF/PDMS.



**Gambar 4.7** Pola difraksi separator pori dengan perbandingan rasio komposisi PVDF/PDMS : (a)10:0 (b) 9:1 (c) 8:2 (d) 7:3.



Gambar 4.8 Pola difraksi *Polyvinilidene flouride* (PVDF) murni (hasil produksi sigma Aldrich)



Gambar 4.9 Pola difraksi *Polydimethil siloxane* (PDMS) murni (hasil produksi sigma Aldrich)



**Gambar 4.10** Pola difraksi dari fasa  $\alpha$ ,  $\gamma$ , dan  $\beta$ -PVDF dengan identifikasi berdasarkan difraksi bidang kristal pada setiap fasa (P.Martins dkk, 2013).

Fasa PVDF	20	Bidang Kristal
a-PVDF	$17,66^{\circ}$	(100)
	$18,30^{0}$	(020)
	$19,90^{0}$	(110)
	$26,56^{\circ}$	(021)
β-PVDF	$20,26^{\circ}$	(110)(200)
γ-PVDF	$18,50^{0}$	(020)
	$19,20^{0}$	(002)
	$20,04^{0}$	(110)

Tabel 4.4 Referensi bidang kristal dan sudut dari fasa PVDF

Sumber : P. Martins dkk, 2013

Perbandingan dari pola difraksi separator PVDF tanpa penambahan PDMS dengan separator komposit PVDF/PDMS seperti yang terlihat pada Gambar 4.7 diatas menunjukkan intensitas pola difraksi untuk separator PVDF (10:0) lebih rendah dibandingkan separator komposit PVDF/PDMS. Namun, jika dilihat dari pola difraksi PVDF murni seperti pada Gambar 4.8 intensitas yang dihasilkan sangat tinggi dan seiring penambahan PDMS intensitas yang dihasilkan semakin menurun. Ketika difraksi X-Ray ( $K_{\alpha 1}$ =1,5406) ditembakkan, semua fasa  $\alpha$ ,  $\beta$ , dan  $\gamma$ mempunyai puncak sekitar sudut  $20^{\circ}$ , tetapi hanya  $\alpha$  dan  $\gamma$  yang menunjukkan puncak sekitar sudut  $18^{\circ}$  sehingga dapat dibedakan dengan mudah dari fasa β-PVDF (DM Esterly, 2004). Puncak yang dihasilkan pada perbandingan 10:0 terdapat 2 puncak yaitu pada sudut 18,33<sup>°</sup> dan 20,13<sup>°</sup>, pada perbandingan 9:1 yaitu pada sudut 18,13° dan 20,21°, pada perbandingan 8:2 yaitu pada sudut 18,37° dan 20,08°, sedangkan pada perbandingan 7:3 hanya terdapat 1 puncak yaitu pada sudut 20,56°. Sudut-sudut yang tersebut pada perbandingan 10:0, 9:1, 8:2, dan 7:3 cenderung mendekati fasa α-PVDF sesuai dengan Tabel 4.4 dan Gambar 4.7. Sehingga pada variasi penambahan PDMS ini tidak mempengaruhi fasa dari PVDF.

Peningkatan konsentrasi PDMS mempengaruhi tingginya intensitas separator, komposisi PDMS yang semakin bertambah

menurunkan intensitas separator komposit PVDF/PDMS, seperti yang terlihat pada sudut sekitar 18<sup>0</sup> dan 20<sup>0</sup>. Menurunnya intensitas pada penambahan PDMS mengindikasikan terjadinya ketidak teraturan sistem kristal dari separator komposit PVDF/PDMS sehingga pola difraksi yang dihasilkan menjadi lebar, seperti pada Gambar 4.7.

Adanya penambahan PDMS, menurunkan deraiat kristalinitas dari komposit PVDF/PDMS separator vang menghubungkan kesesuaian antara rantai PVDF dan PDMS. Seperti yang telah dibahas sebelumnya, adanya penambahan berkurangnya PVDF, menurunkan PDMS dan intensitas separator. Hal ini disebabkan karena fasa liquid dari PDMS bertambah banvak. PVDF sendiri merupakan polimer semikristalin, 50% kristalin dan 50% amorf. Sehingga dengan penambahan PDMS ini menyebabkan derajat kristalinitas separator komposit PVDF/PDMS semakin rendah. Derajat kristalinitas dari separator komposit PVDF/PDMS dapat dilihat pada Tabel 4.5. Konsisten dengan hasil pola difraksi dari XRD, derajat kristalinitas PVDF semakin turun dengan peningkatan konsentrasi PDMS. Separator PVDF tanpa penambahan PDMS mempunyai derajat kristalinitas tinggi yaitu 63,84% dan derajat kristalinitas semakin berkurang sebesar 29,26% untuk separator dengan perbandingan PVDF/PDMS sebesar 7:3.

Perbandingan PVDF/PDMS	Derajat kristalinitas
10:0	63,84 %
9:1	59,75 %
8:2	61,46 %
7:3	29,26 %

Tabel 4.5 Derajat kristalinitas separator komposit PVDF/PDMS



Gambar 4.11 Grafik hubungan perbandingan PVDF/PDMS terhadap derajat kristalinitas

#### 4.4 Analisa Ikatan Gugus Fungsi dan Fasa dengan FTIR

Ikatan gugus fungsi dalam suatu senyawa pada material organik ataupun anorganik dapat diidentifikasi menggunakan salah satu alat spektroskopi yaitu *Fourier Transform Infrared* (FTIR). FTIR digunakan untuk mengidentifikasi jenis ikatan kimia dan struktur polimer terbentuknya separator komposit PVDF/PDMS, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.12. Spektrum infra merah pada material ini sangat bergantung pada komposisinya dan interaksi antar unsur–unsur utamanya. Interaksi secara bersamaan menghasilkan perubahan vibrasi dari atom atau molekul dalam material yang menyebabkan terjadinya perubahan sifat kimia dan fisika pada unsur-unsur utamanya (M. Usha Rani et al, 2013).

Pengujian FTIR ini dilakukan pada ke-5 sampel, satu sampel berupa serbuk PVDF murni dan empat sampel berupa membran yaitu separator komposit PVDF/PDMS dengan perbandingan komposisi 10:0, 9:1, 8:2, dan 7:3. Bilangan gelombang yang muncul pada pengujian spektroskopi FTIR separator PVDF/ PDMS ini dibandingkan dengan hasil FTIR serbuk PVDF murni.



at al, 2009)

	Tabel 4.6 Referensi Ikatan IR PDMS			
Ikatan Vibrasi		Bilangan		
		Gelombang		
Si-O	Stretching vibration	$1100 - 1000 \text{ cm}^{-1}$		
$Si - CH_3$	Stretching vibration Si – CH <sub>3</sub>	$800, 1250 \text{ cm}^{-1}$		
Si – O – Si	Bending motion	$475 \text{ cm}^{-1}$		
Si – O	Stretching vibration Si – OH	$875 \text{ cm}^{-1}$		
С – Н	Stretching vibration	2950 cm <sup>-1</sup>		

Sumber : Whidad S at al, 2009

Spektrum FTIR PVDF murni ditunjukkan pada Gambar 4.12 pada daerah 500-4000 cm<sup>-1</sup>. Pada bilangan gelombang 3024.80 cm<sup>-1</sup> merupakan grup CH<sub>2</sub> asimetrik vibrasi. Ikatan yang paling kuat terjadi pada bilangan gelombang 1401,15 cm<sup>-1</sup> yang merupakan grup CH<sub>2</sub> wagging. Dari dua frekuensi bilangan gelombang 1401,15 dan 974,99cm<sup>-1</sup>, panjang gelombang tertinggi merupakan wagging dan panjang gelombang terendah merupakan twisting dari grup CH<sub>2</sub>. Grup CH<sub>2</sub> rocking merupakan ikatan infrared kuat pada panjang gelombang 840,08 cm<sup>-1</sup>. Spektrum FTIR PVDF lebih lengkap diTabelkan pada Tabel dibawah ini.

Hasil FTIR dari spektrum PVDF memberikan beberapa informasi mengenai struktur untuk membedakan antara bentuk kristalin dan amorf. Ikatan vibrasi pada 1066.08, 974.99, 762.14,  $613.58 \text{ cm}^{-1}$  dan ikatan pada 871.94 dan  $840.08 \text{ cm}^{-1}$  merupakan karakteristik dari fasa kristalin dan fasa amorf dari PVDF. Frekuensi vibrasi pada 1066.08 dan 871.94cm<sup>-1</sup> hilang, hal ini menunjukkan terjadinya reduksi pada kristalinitas dan meningkatnya fasa amorf (M. Usha Rani, 2013). Hal ini sesuai dengan hasil pengujian XRD, dimana terjadi penurunan derajat kristalinitas. Menurut P. Martins, Fasa-α dari PVDF sebagian besar dapat dideteksi dengan mudah oleh FTIR dengan besar ikatan absorpsi pada puncak 489, 614, 766, 795, 855, 976 cm<sup>-1</sup>, seperti yang terlihat pada Tabel 4.8. Sedangkan, fasa  $\gamma$  dan fasa  $\beta$ mempunyai rantai polimer yang mirip dan sebagian besar menunjukkan bilangan gelombang yang sama. Seperti yang terlihat pada Tabel 4.8, bilangan gelombang pada puncak 512 cm<sup>-1</sup> pada fasa  $\gamma$  mendekati nilai bilangan gelombang pada fasa  $\beta$  yaitu 510 cm<sup>-1</sup>. Selain itu, puncak yang paling kuat terdapat pada bilangan gelombang 840 cm<sup>-1</sup> pada kedua fasa  $\beta$  dan  $\gamma$  (P. Martins, 2013).

Grup	PVDF	DF Eksperimen komposit PVDF/PDMS			
	Murni	(cm <sup>-1</sup> )			
	(cm <sup>-1</sup> )	10:0	9:1	8:2	7:3
$CF_2(bending)$	507,93	509,33	508,31	509,97	506,24
-	531,90	531,64	566,47	531,82	515,40
CF <sub>2</sub> , CCC	613,58	613,89	613,34	613,74	613,49
(bending,					
skeletal					
vibration)					
In plane	762,14	761,95	762,01	761,86	762,05
bending					
In plane	795,60	796,06	796,78	795,88	796,45
bending					
$CH_2, CF_2$	840,08	839,40	839,93	839,26	839,98
(rocking,					
asymmetric					
stretching)					
CH <sub>2</sub> (out-of-	871,94	875,99	876,33	874,18	875,10
plane bending)					
CH <sub>2</sub> (wagging)	974,99	974,92	973,09	974,95	975,44
In plane	1066,08	1070,30	1070,36	1068,63	1069,74
CH bending					
CF (stretching)	1180,10	1179,94	1181,53	1179,96	1180,97
CH <sub>2</sub> (wagging)	1401,15	1402,34	1402,38	1402,02	1402,23
CH <sub>2</sub>	2983,64	2974,14	2961,48	2980,47	2964,28
(asymmetric					
stretching)					
CH <sub>2</sub> (asymetric	3024,80	3024,80	3021,64	3018,47	3021,64
stretching)					

 Tabel 4.7 Data Spektroskopi FTIR PVDF

Bilangar	ı Gelombar	ng (cm <sup>-1</sup> )
α	β	γ
408	510	431
532	840	512
614	1279	776
766		812
795		833
855		840
976		1234
		C 1

**Tabel 4.8** Karakteristik FTIR pada fasa PVDF  $\alpha$ ,  $\beta$ , dan  $\gamma$ .

Sumber : P. Martins et al, 2013

Hasil FTIR separator komposit PVDF/PDMS dengan perbandingan komposisi 10:0, 9:1, 8:2, dan 7:3 serta PVDF murni dapat dilihat pada Gambar 4.15. Jika dicocokkan dengan Tabel 4.8, maka puncak transmitansi pada bilangan gelombang 531.90, 613.58, 762.14, 795.60, dan 974.99 cm<sup>-1</sup> merupakan fasa α dan bilangan gelombang pada puncak 507.93 dan 840.08 cm<sup>-1</sup> merupakan fasa  $\beta$  dan  $\gamma$  dengan grup dan vibrasi yang telah disebutkan pada Tabel 4.7. Walaupun demikian, separator komposit PVDF/PDMS cenderung mempunyai fasa α-PVDF karena hasil FTIR menunjukkan bilangan gelombang terbanyak terdapat pada fasa α. Sedangkan untuk bilangan gelombang PDMS, sesuai dengan Tabel 4.6 terdapat pada puncak 871.94 cm<sup>-</sup> <sup>1</sup> yang merupakan ikatan Si – O dengan stretching vibration Si – OH, pada puncak 1066.08 cm<sup>-1</sup> merupakan ikatan Si – O dengan *stretching vibration*, pada puncak 2983.64 cm<sup>-1</sup> merupakan ikatan C – H dengan stretching vibration. Hal ini sesuai dengan data spektrum FTIR separator komposit PVDF/PDMS pada Gambar 4.15 bahwa spektrum PVDF dan PDMS berdiri sendiri sesuai dengan puncak-puncak yang telah disebutkan, sehingga dapat diTabelkan pada Tabel dibawah ini. Dapat disimpulkan bahwa separator komposit PVDF/PDMS ini merupakan material komposit.
Grup	Vibrasi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Keterangan
CF <sub>2</sub>	Bending	507,93	PVDF
-	-	531,90	PVDF
CF <sub>2</sub> ,	Bending, skeletal	613,58	PVDF
CCC	vibration		
-	In plane bending	762,14	PVDF
-	In plane bending	795,60	PVDF
CH <sub>2</sub> ,	Rocking,	840,08	PVDF
CF <sub>2</sub>	asymmetric stretching		
Si – O	Stretching	871,94	PDMS
CH <sub>2</sub>	Wagging	974,99	PVDF
Si-O	Stretching	1066,08	PDMS
С – Н	Stretching	2983,64	PDMS

 Tabel 4.9 Data Spektroskopi FTIR separator komposit

 PVDF/PDMS



(P. Martins et al, 2013)



#### 4.5 Analisa Konduktivitas Listrik Pada Separator komposit PVDF/PDMS

Secara umum material komposit dapat digunakan untuk mekanis, mendesain sifat fisis maupun variabel vang mempengaruhi sifat komposit diantaranya jenis bahan pembentuk komposit dan konsentrasi bahan konstituennya. Pada sintesis separator komposit PVDF/PDMS pada penelitian ini karakteristik sifat fisis dari komposit ditentukan oleh salah satu jenis pembentuk komposit, yaitu PDMS. Pengaruh penambahan PDMS pada penelitian ini salah satunya berpengaruh pada konduktivitas komposit PVDF/PDMS. listrik separator Pengukuran konduktivitas listrik separator komposit PVDF/PDMS dilakukan dengan menggunakan LCR meter dengan prinsip two probe pada frekuensi 0,1 sampai 100.000 Hz yang memiliki nilai konduktivitas listrik berbeda tergantung penambahan PDMS. Nilai konduktivitas listrik separator komposit PVDF/PDMS

dengan beberapa perbandingan komposisi ditunjukkan pada Gambar 4.16 dan diTabelkan pada Tabel 4.10.



Gambar 4.16 Konduktivitas listrik separator komposit PVDF/PDMS

 Tabel 4.10 Konduktivitas listrik separator komposit

 PVDF/PDMS

Perbandingan PVDF/PDMS	Konduktivitas Listrik (S/cm)
10.0	$3.20 \times 10^{-3}$
9:1	$5.67 \times 10^{-4}$
8:2	3,97 x 10 <sup>-4</sup>
7:3	3,45 x 10 <sup>-4</sup>

Pada Tabel 4.10 menunjukkan konduktivitas listrik menurun dengan meningkatnya jumlah dari PDMS dan konduktivitas terendah terjadi pada perbandingan 7:3 yaitu 3,45 x  $10^{-4}$  S/cm. Konduktivitas listrik separator untuk baterai litium harus mempunyai nilai yang rendah. Hal ini dilakukan untuk mencegah terjadinya arus pendek. Arus pendek terjadi ketika

sumber tegangan mempunyai resistansi yang rendah. Sehingga untuk mencegah terjadinya hubungan arus pendek resistasinya harus tinggi dan konduktivitasnya rendah. Hubungan antara konduktivitas dan resistansi dapat dilihat pada Gambar berikut.



Gambar 4.17 Grafik hubungan resistansi dan konduktivitas pada PVDF/PDMS 10:0



Gambar 4.18 Grafik hubungan resistansi dan konduktivitas pada PVDF/PDMS 9:1



Gambar 4.19 Grafik hubungan resistansi dan konduktivitas pada PVDF/PDMS 8:2



**Gambar 4.20** Grafik hubungan resistansi dan konduktivitas pada PVDF/PDMS 7:3

Pada Gambar 4.17- 4.20 merupakan grafik hubungan antara konduktivitas listrik dan resistansi. Dengan nilai konduktivitas listrik berbanding terbalik dengan nilai resistansinya. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.17, untuk perbandingan 10:0 (tanpa  $3.20 \times 10^{-3} dan$ PDMS) mempunyai konduktivitas listrik resistansinya sebesar 0,293 dan pada Gambar 4.20 untuk perbandingan 7:3 (dengan penambahan PDMS) mempunyai konduktivitas listrik  $3,45 \ge 10^{-4}$  dan resistansinya sebesar 0,957. Hal ini menunjukkan semakin kecil resistansinya maka semakin besar konduktivitasnya. Pada penelitian ini, konduktivitas semakin kecil dengan penambahan PDMS sehingga resistansinya semakin besar dengan penambahan PDMS. Ketika resistansinya semakin besar maka elektron lebih susah bergerak sehingga kemampuannya menghantarkan arus listrik berkurang. Resistansi yang tinggi ini untuk mencegah terjadinya kontak antara katoda dan anoda. Resistansi separator komposit PVDF/PDMS dapat dilihat pada Tabel 4.11.

PVDF/PDMS				
Perbandingan Resistansi				
<b>PVDF/PDMS</b>	$(\Omega)$			
10:0	0,293			
9:1	1,08			
8:2	1			
7:3	0,957			

 Tabel 4.11 Nilai resistansi listrik separator komposit

 PVDF/PDMS

Pada tabel diatas menunjukkan, resistansi separator tanpa penambahan PDMS sangat kecil, sedangkan ketika peningkatan konsentrasi PDMS resistansi pada setiap perbandingan bernilai  $\approx$ 1. Dengan peningkatan resistansi sebesar 80%.

#### BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

Bab 5 ini berisi tentang kesimpulan data dan analisisnya serta saran sebagai tindak lanjut dari hasil yang telah diperoleh.

#### 5.1 Kesimpulan

Dari penilitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan :

- a. Metode blending dapat membentuk separator komposit PVDF/PDMS dalam orde mikro dengan ukuran pori terkecil yaitu 1,71 μm pada perbandingan 7:3.
- b. Peningkatan konsentrasi PDMS dapat mereduksi ukuran pori separator yang diindikasikan dengan kerapatan pori tinggi yang dicapai pada perbandingan 7:3 yaitu sebesar 4,07x10<sup>11</sup>/m<sup>2</sup> dengan derajat kristalinitas mencapai 29,26% pada perbandingan 7:3.
- c. Peningkatan konsentrasi PDMS dapat meningkatkan resistansi separator yaitu sebesar 80% dari separator tanpa PDMS (10/0) dengan nilai resistansi  $\approx$ 1 dan konduktivitas listrik separator semakin menurun dengan peningkatan konsentrasi PDMS yaitu sebesar 3,45 x 10<sup>-4</sup> S/cm pada perbandingan 7:3.

#### 5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya:

- a. Dilakukan pengujian konduktivitas ion untuk mengetahui besarnya aliran ion konduktif dengan menggunakan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS).
- b. Dilakukan pengujian *Brauner Emmet Teller* (BET) untuk mengetahui surface area spesifik dari separator PVDF/PDMS.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- Arora, P., Zhang, Z., 2004. "Battery separators". Chem. Rev. 104, 4419–4462.
- Braun, A, dkk. 2002. Technical Reports Series no 408 : Application of Ion Exchange Processes For The Treatment of Radioactive Waste and Management of Spent Ion Exchangers. International Atomic Energy Agency. Vienna : Austria
- Cui, Z.Y., Xu, Y.Y., Zhu, L.P., et al, 2008. "Preparation of PVDF/PEO–PPO–PEO blend microporous membranes for lithium ion batteries via thermally induced phase separation process". J. Membr. Sci. 325, 957–963.
- Ehrlich, G.M. 2002. Lithium-ion batteries, in: D. Linden, T.B. Reddy (Eds.), Handbook of Batteries, third edition. New York : McGraw Hill Books
- Esterly, D.M. 2002. **Manufacturing of poly(vinylidene fluoride) and evaluation of its mechanical properties**. Virginia :Virginia Polytechnic Institute and State University.
- Fu, D., Luan, B., Argue, A., et al, November. 2011. "Nano SiO2 particle formation and deposition on polypropylene separators for lithium-ion batteries". J. Power Sour. 206, 325-333.
- Hanoosh, W.S., Abdelrazaq, E.M., 2009. "Polydimethyl siloxane toughened epoxy resins : tensile strength and dynamic mechanical analysis". Malaysian Polymer Journal. Vol 4, No 2, p 52-61.
- Huang, Xiaosong., Hitt, Jonathan., 2013. "Lithium ion battery separators : Development and performance characterization of composite membrane". J. Membr. Sci. 425-426, 163-168.
- Ji, G.L., Zhu, B.K., Cui, Z.Y., et al, 2007. "PVDF porous matrix with controlled microstructure prepared by TIPS

process as polymer electrolyte for lithium ion battery". **Polymer** 48, 6415–6425.

- Kim, K.J., Kim, J.H, Park, M.S., et al, 2012. "Enhancement of electrochemical and thermal properties of polyethylene separators coated with polyvinylidenefluoride-hexafluoropropylene co-polymer for Li-ion batteries".
   J. Power Sour. 198, 298–302.
- Kokal, I., Ramanujachary, K.V., Notten, P.H.L., Hintzen, H.T. 2012. "Sol-Gel synthesis and lithium ion conduction properties of garnet-type Li<sub>6</sub>BaLa<sub>2</sub>Ta<sub>2</sub>O<sub>12</sub>". Materials Research Bulletin. 47, 1932-1935.
- Lanceros-Mendez S, et al, 2001. "FTIR and DSC studies of mechanically deformed  $\beta$ -PVDF films". J. Macromol. Sci. 517-527.
- Lau, H.M. 2012. The effect of multiwall carbon nanotubes aand mechanical stretch on beta phase content of polyvinylidene. Hongkong : The Hong Kong Polytechnic University
- Lhoste, Kevin. 2012. **Devolopment of PVDF micro and nanostructures for cell culture studies**. Paris : Universite Paris Descartes
- Li, H., Chen, Y.M., Ma, X.T, et al, 2011. "Gel polymer electrolytes based on active PVDF separator for lithium ion battery. I: Preparation and property of PVDF/poly(dimethyl siloxane) blending membrane". J. Membr. Sci. 379, 397–402.
- Ma, T., Cui, Z., Wu, Y., et al, 2013. "Preparation of PVDF based blend microporous membranes for lithium ion batteries by thermally induced phase separation: I. Effect of PMMA on the membrane formation process and the properties". J. Membr. Sci. 444, 213-222.
- Martins, P., Lopes A.C., dan Lanceros-Mendez S., Juli. 2013. "Electroactive phases of poly(vinylidene fluoride) : Determination, processing and applications". **Polym. Sci.**

- Pramulista, T.N. 2013. "Pengaruh penambahan serbuk Aluminium terhadap sifat mekanik dan konduktifitas listrik komposit polidimetil siloksan/Aluminium sebagai pelat bipolar polimer elektrolit membrane fuel cell (Polymer Exchange Membrane (PEMFC)), Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi". Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember
- Prihandoko, Bambang. 2008. "Pemanfaatan Soda Lime Silica Dalam Pembuatan Komposit Elektrolit Baterai Lithium, Disertasi Teknik Material dan Metalurgi". Jakarta : Universitas Indonesia
- Purwanto, P dkk, Agustur. 2007. "Pengaruh Cui Terhadap Sifat Konduktor Ionik Padat (CUI)<sub>X</sub>(AGI )<sub>1-X</sub> (X=0,6-0,9)". Jurnal Sains dan Teknologi EMAS, Vol.17, No. 3
- Rani, M.U., Babu, R., dan Rajendran, S., April-Juni. 2013. "Conductivity study on PVDF-HFP/PMMA electrolytes for lithium battery applications". International Journal of ChemTech Research. Vol , 1724-1732
- Stark, Michael Andreas. 2011. "Synthesis of Nanosized, Electrochemically Active Lithium Transition Metal Phospates". Disertasi Doktor Ulm. Universitas Ulm
- Xi, J., Qiu, X., Li, J., et al, 2006. "PVDF–PEO blends based microporous polymer electrolyte: effect of PEO on pore configurations and ionic conduc-tivity". J. Power Sour. 157, 501–506.
- Yang, Min, dan Hou, Junbo, July. 2012. "Membrane". **ISSN** 2077-0375, 2, 367-383.
- Zhang, L.C., Sun, X., Hu, Z., et al, December. 2011. "Rice paper as a separator membrane in lithium-ion batteries". J. Power Sour. 204, 149-154.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

#### **BIOGRAFI PENULIS**



Penulis berasal dari kota Kamal. Madura dan dilahirkan di kota Bangkalan pada tanggal 28 September 1992 dari pasangan Bapak Zaenal Arifin dan Ibu Rukjani. Sejak tahun 2006 penulis pindah ke kota Surabaya karena orang tua bekerja di Surabaya. Penulis merupakan anak pertama dari empat bersaudara dan telah menempuh pendidikan formal di TK YWKA, SDN Banvuaiuh 1 Kamal. SMPN 1 Kamal

kemudian pindah ke SMPN 19 Surabaya pada tahun 2006 dan SMAN 7 Surabaya. Penulis mengikuti jalur SNMPTN dan diterima di jurusan Fisika ITS pada tahun 2010 dan terdaftar dengan NRP 1110 100 029. Dijurusan Fisika ini, penulis mengambil bidang minat Fisika Material. Selama menjadi mahasiswa Fisika ITS penulis aktif dalam organisasi jurusan, diantaranya sebagai staff Keputiran FOSIF di Lembaga Dakwah Jurusan pada periode 2010-2012, staff Departemen Sosial Masyarakat HIMASIKA ITS periode 2012/2013 dan sekretaris Departemen Sosial Masyarakat HIMASIKA ITS pada periode 2013/2014. Penulis juga aktif berpartisipasi dalam beberapa kompetisi penulisan karya tulis ilmiah salah satunya Program Kreativitas Mahasiswa (PKM) dan pernah didanai pada PKM-P 2013 (lolos PIMNAS Mataram) dan PKM-P 2014. Penulis juga pernah menjadi Asisten TPB Fisika Dasar 1 pada tahun 2011, Asisten Laboratorium Fisika Modern 2012-2014 dan Asisten Laboratorium Fisika Laboratorium 2013/2014, serta mengikuti penelitian dan kegiatan yang diselenggarakan oleh jurusan. Kritik dan saran dapat dikirim ke email: devi.eka.28@gmail.com

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

# DAFTAR LAMPIRAN

Data No Pdf Polivinil Diflouride (PVDF)	67
Hasil Pengukuran Menggunakan HSP	71
Perhitungan Jumlah Pori	77
Perhitungan Kerapatan Pori	79
Perhitungan Prosentase Porositas	81
Perhitungan Derajat Kristalinitas	83
Hasil Pengujian Konduktivitas	85
	Data No Pdf Polivinil Diflouride (PVDF) Hasil Pengukuran Menggunakan HSP Perhitungan Jumlah Pori Perhitungan Kerapatan Pori Perhitungan Prosentase Porositas Perhitungan Derajat Kristalinitas Hasil Pengujian Konduktivitas

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

## LAMPIRAN A Data No Pdf Polivinil Diflouride (PVDF)

## Name and formula

Reference code:	00-042-1650
PDF index name:	Polyvinylidene fluoride
Empirical formula:	$C_2H_2F_2$
Chemical formula:	$(C_2H_2F_2)n$
Second chemical formula:	$(CF_2CH_2)n$

# **Crystallographic parameters**

Crystal system:	Monoclinic
Space group:	P21/c
Space group number:	14
a (Å):	4,9600
b (Å):	9,6400
c (Å):	4,6200
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	220,90
RIR:	-
Subfiles and Quality	

Subfiles:	Organic
	Polymer
Quality:	Star (S)

### **Comments**

General comments:	Form II.
	D-values calculated using cell
	parameters reported in
	reference.

## **References**

Primary reference:

Hasegawa, R., Takahashi, Y., Chatani, Y., Tadokoro, H., *Polym. J.*, **3**, 600, (1972)

## <u>Peak list</u>

h	k	1	d [A]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	4,96000	17,869	34,0
0	2	0	4,82000	18,392	41,0
1	1	0	4,41000	20,119	100,0
1	2	0	3,45670	25 <b>,</b> 752	22,0
0	2	1	3 <b>,</b> 33530	26 <b>,</b> 706	5,0
1	1	1	3,19020	27,945	17,0
1	2	1	2,76770	32,320	18,0
1	3	0	2,69680	33,194	23,0
0	3	1	2,63800	33 <b>,</b> 956	3,0
2	0	0	2,48000	36,191	30,0
0	4	0	2,41000	37,281	23,0
2	1	0	2,40180	37,413	23,0
1	3	1	2,32910	38,626	27,0
2	2	0	2,20520	40,890	1,0
1	4	0	2,16770	41,630	1,0
0	4	1	2,13680	42,261	12,0
2	1	1	2,13100	42,381	12,0
1	0	2	2,09400	43,167	7,0
0	2	2	2,08310	43,405	7,0
1	1	2	2,04630	44,226	11,0
2	2	1	1,99010	45,544	26,0

2	З	0	1 96330	46 202	4 0
1	2	2	1 92060	40,202	3,0 8 0
2	2	1	1 80690	50 167	4 0
1	5	1 0	1 79700	50,765	14 0
⊥ 1	2	2	1,79700	52 090	14,0
1 2	3	2	1,73440	52,009	10,0
2	4	0	1,72030	52,930 E4 222	14 0
4	0	1	1,69030	54,222	14,0
Ţ	5	1 Q	1,6/480	54,766	13,0
3	0	0	1,65330	55,539	30,0
3	Ţ	0	1,62950	56,422	30,0
2	4	1	1,61880	56,829	25,0
2	2	2	1,59510	57,752	7,0
1	4	2	1,58070	58,329	7,0
3	2	0	1,56390	59 <b>,</b> 017	4,0
3	1	1	1,53680	60 <b>,</b> 164	12,0
1	6	0	1,52850	60 <b>,</b> 524	8,0
2	5	0	1,52210	60,806	8,0
0	6	1	1,51750	61,010	8,0
2	3	2	1,49600	61,982	1,0
3	2	1	1,48130	62 <b>,</b> 667	2,0
1	6	1	1,45110	64,124	2,0
1	5	2	1,41840	65 <b>,</b> 787	13,0
3	3	1	1,40090	66,715	4,0
3	4	0	1,36340	68,802	1,0
2	6	0	1,34840	69,678	1,0
3	0	2	1,34450	69,909	10,0
3	1	2	1,33160	70,687	10,0
1	7	0	1,32690	70,975	5,0
0	7	1	1,31980	71,415	9,0
3	4	1	1,30760	72,186	9,0
3	2	2	1,29500	73,000	3.0
2	6	1	1,29440	73,040	9,0
1	7	1	1,27540	74,309	9,0
4	0	0	1,24000	76,809	5,0
4	1	0	1,22990	77,557	5,0
л Т	5	1	1 21120	78 986	5,0
0	2 Q		1 20500	79 /72	16 0
2	0 7	0	1 20400	79,472 79 551	16 O
∠ ∧	י ר	0	1 20000	70,JJI	16 0
4	∠ 1	1	1,20090	13,130	10,0
4	T	Ť	1,18850	80,801	3,0

0	8	1	1,16600	82 <b>,</b> 697	3,0
2	7	1	1,16510	82 <b>,</b> 775	3,0
1	8	1	1,13510	85 <b>,</b> 472	10,0
4	3	1	1,12220	86 <b>,</b> 695	10,0
3	6	1	1,11800	87 <b>,</b> 102	10,0
4	0	2	1,09250	89 <b>,</b> 672	7,0
4	1	2	1,08560	90 <b>,</b> 399	7,0
2	8	0	1,08380	90 <b>,</b> 590	8,0
4	4	1	1,07250	91 <b>,</b> 817	5,0
0	8	2	1,06840	92 <b>,</b> 272	7,0
2	7	2	1,06770	92 <b>,</b> 350	7,0
3	7	0	1,05820	93 <b>,</b> 427	5,0
1	9	0	1,04700	94 <b>,</b> 736	5,0
4	5	0	1,04290	95 <b>,</b> 227	5,0

# Stick Pattern



### LAMPIRAN B Hasil Pengukuran Menggunakan HSP (High Score Plus)

## A. Polyvinylidene Fluoride Murni



### Peak List: (Bookmark 3)

Pos.	Height	FWHM	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
17,6971	284,66	0,2676	5,01184	43,02
18,3147	511,54	0,2676	4,84420	77,31
19,9407	661,68	0,2676	4,45272	100,00
26,5364	96,94	0,9368	3,35906	14,65

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displace ment	Scale Factor	Chemical Formula
				[°2Th.]		
*	00-	14	Polyvinyli	0,000	0,626	$(C_2H_2F_2)n$
	042-		dene			
	1650		fluoride			



# B. Separator Komposit PVDF/PDMS 10:0

Peak List: (Bookmark 3)

72

Pos.	Height	FWHM	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
18,3333	13,05	0,5353	4,83933	93,93
20,1268	13,89	0,4015	4,41196	100,00

Patte	Pattern List: (Bookmark 4)							
Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displace ment	Scale Factor	Chemical Formula		
				[°2Th.]				
*	00-	7	Polyvinyli	0,000	0,126	$(C_2H_2F_2)n$		
	042-		dene					
	1650		fluoride					



# C. Separator Komposit PVDF/PDMS 9:1

Pos.	Height	FWHM	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
18,1342	16,72	1,0706	4,89201	22,49
20,2153	74,33	0,4015	4,39285	100,00

Visible	Ref.	Score	Compound	Displace	Scale	Chemical
	Code		Name	ment	Factor	Formula
				[°2Th.]		
*	00-	12	Polyvinyli	0,000	0,253	$(C_2H_2F_2)n$
	042-		dene			
	1650		fluoride			



# D. Separator Komposit PVDF/PDMS 8:2

Peak List:	(Bookmark 3)	)
------------	--------------	---

Pos.	Height	FWHM	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
18,3700	90,21	0,8029	4,82974	100,00
20,0789	39,18	0,5353	4,42239	43,43

Visible	Ref.	Score	Compound	Displace	Scale	Chemical
	Code		Name	ment	Factor	Formula
				[°2Th.]		
*	00-	9	Polyvinyli	0,000	0,269	$(C_2H_2F_2)n$
	042-		dene			
	1650		fluoride			



# E. Separator Komposit PVDF/PDMS 7:3

Pos.	Height	FWHM	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
20.5567	34.19	0.4015	4.32170	20.06

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displace ment [°2Th ]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00- 042- 1650	4	Polyvinyli dene fluoride	0,000	0,096	$(C_2H_2F_2)n$

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

## LAMPIRAN C Perhitungan Jumlah Pori

Secara umum rumus untuk menghitung jumlah pori yaitu sebagai berikut.

dengan :

 $V_b$  = Volume butanol (mL)  $V_p$  = Volume pori (mL) = Jumlah pori n<sub>p</sub> = Densitas butanol (0,809 gr/mL) $\rho_{\rm b}$ = massa membran yang telah diserap butanol m<sub>b</sub> = massa membran sebelum diserap butanol  $m_k$ 

Misal untuk perbandingan 7:3

·

:

Diketahui

$m_b$	= 0,0006
$m_k$	= 0,0004
t	= 18,54 μm
d	= 1,71 µm

Ditanya : Jumlah pori?

Jawab

$$V_b = \frac{m_b - m_k}{\rho_b} = \frac{0,0002}{0,809} = 2,472 \times 10^{-10} m^3$$

$$V_p = \pi \frac{d^2}{4} \times t = \pi \frac{(1,71 \times 10^{-6})^2}{4} \times (18,54 \times 10^{-6})$$
$$= 4,246 \times 10^{-17} m^3$$

$$n_p = \frac{V_b}{V_p} = \frac{2,472 \times 10^{-10} m^3}{4,246 \times 10^{-17} m^3} = 5,82 \times 10^6$$

Seperti pada contoh diatas, maka untuk perbandingan lainnya dapat dilihat pada tabel berikut.

Perbandingan PVDF/PDMS	Tebal Lapisan (µm)	Volume Pori (m <sup>3</sup> )	Volume Butanol (m <sup>3</sup> )	Jumlah pori
10:0	17,80	$2,57 \times 10^{-15}$	$3,71 \times 10^{-10}$	$1,44 \times 10^{5}$
9:1	19,56	7,89x10 <sup>-16</sup>	$2,47 \times 10^{-10}$	$3,13 \times 10^{5}$
8:2	8,61	$2,13 \times 10^{-16}$	$6,18 \times 10^{-10}$	$2,90 \times 10^{6}$
7:3	18,54	$4,25 \times 10^{-17}$	$2,47 \times 10^{-10}$	$5,82 \times 10^{6}$

 Tabel 1 Jumlah pori separator komposit PVDF/PDMS

## LAMPIRAN D Perhitungan Kerapatan Pori

Secara umum rumus untuk menghitung kerapatan pori yaitu sebagai berikut.

$$V_m = \frac{m_m}{\rho_m} = \frac{0,0004 \ gr}{1,51 \ gr/mL} = 5,75 \times 10^{-10} m^3$$
  
Luas membran =  $\frac{V_m}{t} = \frac{5,75 \times 10^{-10} m^3}{18,54 \times 10^{-6} m} = 1,43 \times 10^{-5} m^2$ 

$$Kerapatan pori = \frac{n_p}{Luas \ membran} = \frac{5,82 \times 10^6}{1,43 \times 10^{-5} m^2}$$
$$= 4,07 \times 10^{11} m^{-2}$$

Seperti pada contoh diatas, maka untuk perbandingan lainnya dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 2 Kerapatan port separator P VDF/PDMS			
Perbandingan	Jumlah	Luas	Kerapatan
<b>PVDF/PDMS</b>	pori	membran (m <sup>2</sup> )	<b>Pori</b> (m <sup>-2</sup> )
10:0	$1,44 \times 10^5$	3,23x10 <sup>-5</sup>	$4,47  ext{x} 10^9$
9:1	$3,13 \times 10^{5}$	6,16x10 <sup>-5</sup>	$5,08 \times 10^9$
8:2	$2,90 \times 10^{6}$	2,92x10 <sup>-5</sup>	$9,90 \times 10^{10}$
7:3	$5,82 \times 10^{6}$	1,43x10 <sup>-5</sup>	$4,07 \times 10^{11}$

 Tabel 2 Kerapatan pori separator PVDF/PDMS

## LAMPIRAN E Perhitungan Prosentase Porositas

Secara umum rumus untuk menghitung prosentase porositas dapat menggunakan prinsip Archimedes yaitu sebagai berikut.

dengan :

P% = Porositas membran (%)

- $M_b$  = Massa membran setalah direndam dalam butanol atau massa basah (gr)
- $M_m$  = Massa membran atau massa kering (gr)

 $\rho_b$  = Densitas n-butanol (0,809 – 0,812 gr/mL)

 $\rho_m$  = Densitas membran (gr/mL)

dengan :

$$\rho_m = V_{PVDF} (\rho_{PVDF} - \rho_{PDMS}) + \rho_{PVDF} \dots \dots \dots \dots 2$$

dengan :

 $V_{PVDF}$  =Fraksi perbandingan PVDF yaitu 7/10, 8/10, 9/10, 10/10  $\rho_{PVDF}$  = Densitas PVDF (1,74 gr/mL)  $\rho_{PDMS}$  = Densitas PDMS (0,965 gr/mL)

Misal untuk perbandingan 7:3

Diketahui

$$M_b = 0,0006$$
  
 $M_m = 0,0004$ 

Ditanya : Prosentase porositas?

:

Jawab

$$\rho_m = V_{PVDF} (\rho_{PVDF} - \rho_{PDMS}) + \rho_{PVDF}$$
$$\rho_m = \frac{7}{10} (1,74 - 0,965) + 1,74 = 1,51 \, gr/mL$$

$$P\% = \frac{\frac{M_b}{\rho_b}}{M_m/\rho_m + M_b/\rho_b} \times 100\%$$

$$P\% = \frac{\frac{0,0006}{0,809}}{0,0004/1,5075 + 0,0006/0,809} \times 100\%$$

$$P\% = \frac{7,417 \times 10^{-4}}{10,070 \times 10^{-4}} \times 100\%$$

$$P\% = 73,654\%$$

Seperti pada contoh diatas, maka untuk perbandingan lainnya dapat dilihat pada tabel berikut.

Tuber 5 Trosentuse porositus separator 1 v D1/1 D1015				
Perbandingan PVDF/PDMS	Densitas membran	Massa kering	Massa basah	Porositas (%)
	(gr/mL)	( <b>gr</b> )	(gr)	
10:0	1,74	0,0010	0,0013	73,65
9:1	1,66	0,0020	0,0022	69,33
8:2	1,59	0,0004	0,0009	81,53
7:3	1,51	0,0004	0,0006	73,65

 Tabel 3 Prosentase porositas separator PVDF/PDMS

#### LAMPIRAN F Perhitungan Derajat Kristalinitas

Secara umum rumus untuk menghitung derajat kristalinitas dari masing-masing variasi komposisi PVDF/PDMS menggunakan rumus berikut.

Seperti yang terdapat pada contoh diatas, maka untuk perbandingan lainnya dapat dilihat pada tabel berikut.

Perbandingan	Derajat	
<b>PVDF/PDMS</b>	kristalinitas	
10:0	63,84 %	
9:1	59,75 %	
8:2	61,46 %	
7:3	29,26 %	

Tabel 1 Derajat kristalinitas separator PVDF/PDMS

LAMPIRAN G Hasil Pengujian Konduktivitas Listrik dengan Metode LCR *Two Probe* 



Gambar 1 Grafik hubungan frekuensi dengan konduktivitas pada perbandingan PVDF/PDMS 10:0



Gambar 2 Grafik hubungan frekuensi dengan konduktivitas pada perbandingan PVDF/PDMS 9:1


Gambar 3 Grafik hubungan frekuensi dengan konduktivitas pada perbandingan PVDF/PDMS 8:2



Gambar 4 Grafik hubungan frekuensi dengan konduktivitas pada perbandingan PVDF/PDMS 7:3