TESIS-TK185401

SINTESIS NANOFIBER PVA/SiO_2 DENGAN METODE *ELECTROSPINNING* UNTUK SEPARATOR DALAM SUPERKAPASITOR

MUHAMAD NIRWAN
02211850010014

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.
Dr. Widiyastuti, S.T, M.T

Departemen Teknik Kimia
Fakultas Teknologi Industri Dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
2020

TESIS-TK185401

SINTESIS NANOFIBER PVA/SiO_2 DENGAN METODE *ELECTROSPINNING* UNTUK SEPARATOR DALAM SUPERKAPASITOR

MUHAMAD NIRWAN
02211850010014

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.
Dr. Widiyastuti, S.T, M.T

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI DAN REKAYASA SISTEM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Teknik (M.T.)
Di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Oleh:
MUHAMAD NIRWAN
NRP: 02211850010014

Tanggal Ujian: 4 Agustus 2020
Periode Wisuda: September 2020

Disetujui Oleh:
Pembimbing:

1. Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng. .....
   NIP: 1967 02 03 1991 02 1001
2. Dr. Widiyastuti, S.T., M.T. .....
   NIP: 1975 03 06 2002 12 2002

Penguji

1. Dr. Kusdianto, S.T., MSc.Eng. .....
   NIP: 1976 12 29 2009 12 1001
2. Firman Kurniawansyah, S.T., M.EngSc. Ph.D .....
   NIP: 1977 05 29 2003 12 1002
3. Siti Nurkhamidah, S.T., M.S., Ph.D .....
   NIP: 1984 05 08 2009 12 2004

Kepala Departemen Teknik Kimia
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem

KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI DAN REKAYASA SISTEM
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA

Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
NIP: 1975 03 06 2002 12 2002

Halaman ini sengaja dikosongkan

Untuk Orangtua dan

Eyang Papi Tercinta

Halaman ini sengaja dikosongkan

SINTESIS NANOFIBER PVA/SiO_2 DENGAN METODE *ELECTROSPINNING* UNTUK SEPARATOR DALAM SUPERKAPASITOR

Nama mahasiswa : Muhamad Nirwan

NRP : 02211850010014

Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.

Co-Pembimbing : Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.

ABSTRAK

Superkapasitor adalah perangkat penyimpanan energi dengan waktu pengisian dan pemakaian yang singkat dan efisiensi listrik yang tinggi, densitas daya tinggi dan kemampuan siklus yang sangat baik. Salah satu komponen penting dalam superkapasitor adalah separator yang dalam pengembangannya selama ini memiliki kecenderungan untuk mengering atau hancur seiring waktu, atau menunjukkan konduktivitas ionik yang buruk. Pada penelitian ini dilakukan sintesis nanofiber PVA/silika dengan metode *electrospinning* untuk diaplikasikan sebagai alternatif bahan komponen separator dalam superkapasitor. Natrium silikat (Na_2SiO_3) yang berfungsi sebagai sumber silika digunakan dalam bentuk sol silika dan asam silikat ($Si(OH_4)$) dan dicampurkan dengan larutan polimer PVA untuk membentuk larutan dop yang selanjutnya akan membentuk struktur nanofiber menggunakan metode *electrospinning*. Nanofiber yang dihasilkan memiliki rentang diameter rata-rata antara 207-335 nm, rentang persentase *electrolyte uptake* 43-151%, dan rentang persentase *electrolyte retention* 30-60%. Sifat nanofiber yang terbentuk dipengaruhi oleh konsentrasi silika/asam silikat yang digunakan.

Kata kunci: *Silika, Nanofiber, Polimer, Superkapasitor, Electrospinning*

Halaman ini sengaja dikosongkan

SYNTHESIS OF PVA/SiO_2 NANOFIBERS BY ELECTROSPINNING METHOD FOR SUPERCAPACITOR SEPARATORS

Student Name	: Muhamad Nirwan
Student Identification Number	: 02211850010014
First Supervisor	: Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.
Second Supervisor	: Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.

ABSTRACT

Supercapacitors are energy storage devices with short charge and discharge times and high electrical efficiency, high power density and excellent cycling capability. One of the important components in the supercapacitor is the separator which in its development has a tendency to dry out or disintegrate over time, or exhibit poor ionic conductivity. In this research, a PVA/silica nanofiber was synthesized using the electrospinning method to be applied as an alternative to the separator component in the supercapacitor. Sodium silicate (Na_2SiO_3) which functions as a source of silica is used in the form of sol silica and silicic acid ($Si(OH_4)$) and mixed with a solution of PVA polymer to form a dop solution which will then form a nanofiber structure using the electrospinning method. The nanofibers produced had an average diameter range between 207-335 nm, a range of 43-151% electrolyte absorption proportion, and 30-60% electrolyte retention proportion. The formed nanofiber properties are affected by the concentration of silica/silicic acid used.

Keywords: Silica, Nanofiber, Polymer, Supercapacitor, Electrospinning

Halaman ini sengaja dikosongkan

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah Subhanallahu Wa Ta'ala yang telah memberikan rahmat, ilmu, dan kekuatan-Nya sehingga penulis dapat melaksanakan penelitian tesis yang berjudul **"Sintesis Nanofiber PVA/SiO_2 dengan Metode *Electrospinning* untuk Separator dalam Superkapasitor"** dan menyelesaikan laporan tesis sebagai syarat kelulusan bagi mahasiswa tahap pascasarjana di Departemen Teknik Kimia FTIRS-ITS Surabaya. Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Keluarga besar penulis atas dukungan moral dan material, serta kesabarannya dalam mandukung segala aktivitas penulis.
2. Bapak Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng. dan Ibu Dr. Widiyastuti, ST., M.T. selaku dosen pembimbing yang telah banyak memberikan arahan, masukan, dan dukungan selama proses pengerjaan tesis.
3. Bapak Dr. Kusdianto, S.T., M.Sc.Eng., Bapak Firman Kurniawansyah, S.T., M.EngSc. Ph.D, dan Ibu Siti Nurkhamidah, S.T., M.S., Ph.D selaku dosen penguji yang telah memberikan banyak masukan dan saran selama proses pengerjaan tesis.
4. Bapak dan Ibu dosen pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia ITS atas ilmu dan fasilitas yang diberikan selama penulis belajar di Departemen Teknik Kimia ITS.
5. Rekan-rekan mahasiswa Laboratorium Elektrokimia dan Korosi atas segala diskusi, dukungan, dan kerjasamanya selama ini.

Pada akhirnya, penulis memohon maaf atas segala kekurangan dalam proses penyusunan laporan ini. Semoga tesis ini dapat memberikan manfaat bagi pengembangan material nanofiber dengan metode *electrospinning* untuk komponen separator dalam industri superkapasitor. Saran dan kritik yang membangun dari para pembaca tentu sangat penulis harapkan.

Surabaya, Agustus 2020

Penulis

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR ISI

ABSTRAK i

ABSTRACT iii

KATA PENGANTAR v

DAFTAR ISI vii

DAFTAR GAMBAR ix

DAFTAR TABEL x

BAB I 1

PENDAHULUAN 1

1.1 Latar Belakang 1

1.2 Rumusan Masalah 3

1.3 Tujuan Penelitian 3

1.4 Manfaat Penelitian 4

BAB II 5

TINJAUAN PUSTAKA 5

2.1 Superkapasitor dan Elemen Separator 5

2.2 *Polyvinyl Alcohol* (PVA) 7

2.3 Silika 7

2.4 Metode Sol-Gel 7

2.5 Metode *Electrospinning* 8

BAB III 13

METODOLOGI PENELITIAN 13

3.1 Gambaran Umum Penelitian 13

3.2 Bahan Penelitian 13

3.3 Prosedur Penelitian 13
3.3.1 Tahap Preparasi Larutan Nanopartikel Silika 13
3.3.2 Proses *Electrospinning* 15
3.4 Karakterisasi Produk 17
3.4.1 Karakterisasi Morfologi dan Komposisi Material dengan Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) 17
3.4.2 Uji *Electrolyte Uptake* dan *Electrolyte Retention* Nanofiber PVA/SiO_2 17
BAB IV 19
HASIL DAN PEMBAHASAN 19
4.1 Nanofiber Komposit PVA/Silika 19
4.1.1 Proses Sintesis Larutan PVA/Silika dan Proses *Electrospinning* Pembuatan Nanofiber PVA/Silika 19
4.1.2 Pengaruh Konsentrasi Silika terhadap Nanofiber yang Dihasilkan 21
4.2 Uji *Electrolyte Uptake* dan *Electrolyte Retention* Nanofiber PVA/Silika ... 27
BAB V 33
KESIMPULAN DAN SARAN 33
5.1 Kesimpulan 33
5.2 Saran 33
DAFTAR PUSTAKA 35
RIWAYAT PENULIS 39

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Skema komponen superkapasitor. 6
Gambar 2. 2 Skematik komponen electrospinning. 9
Gambar 2. 3 Skematik perubahan formasi larutan menjadi taylor cone [20]. 11
Gambar 2. 4 Skematik proses terjadinya thinning fiber (a) taylor cone, (b) bending instability [16] 11

Gambar 3. 1 Diagram alir pembuatan larutan natrium silikat (waterglass). 14
Gambar 3. 2 Diagram alir pembuatan larutan nanopartikel silika. 15
Gambar 3. 3 Skema alat electrospinning..... 16
Gambar 3. 4 Diagram alir proses electrospinning..... 16

Gambar 4. 1 Lembaran nanofiber PVA/silika dengan konsentrasi 15%:1% (a) dan 15%:2% (b). 21
Gambar 4. 2 Lembaran nanofiber PVA/asam silikat dengan konsentrasi 15%:0,5% (a) dan 15%:1% (b). 23
Gambar 4. 3 Hasil analisa SEM nanofiber PVA/silika dengan konsentrasi 15%:1% (a) dan 15%:2% (b). Perbesaran 10.000x dan skala 5 μm. 25
Gambar 4. 4 Hasil analisa SEM nanofiber PVA/asam silikat dengan konsentrasi 15%:0,5% (a) dan 15%:1% (b). Perbesaran 10.000x dan skala 5 μm. 25
Gambar 4. 5 Histogram distribusi ukuran fiber untuk nanofiber variabel PVA:Silika 15:1% (a), PVA:Silika 15:2% (b), PVA:asam silikat 15:0,5% (c), dan PVA:asam silikat 15:1% (d). 26

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Parameter untuk performa superkapasitor. 6

Tabel 4. 1 Lembaran nanofiber hasil proses electrospinning variabel PVA:silika. 24
Tabel 4. 2 Lembaran nanofiber hasil proses electrospinning variabel PVA:asam silikat. 24
Tabel 4. 3 Ukuran diameter rata-rata dan standar deviasi nanofiber. 27
Tabel 4. 4 Persentase electrolyte uptake separator nanofiber berbasis PVA/silika. 27
Tabel 4. 5 Persentase *electrolyte uptake* separator nanofiber berbasis PVA/asam silikat. 27
Tabel 4. 6 Persentase electrolyte retention separator nanofiber berbasis PVA/silika. 29
Tabel 4. 7 Persentase electrolyte retention separator nanofiber berbasis PVA/asam silikat. 29
Tabel 4. 8 Ketebalan dan porositas nanofiber berbasis PVA/silika. 30
Tabel 4. 9 Ketebalan dan porositas nanofiber berbasis PVA/asam silikat. 30

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Peningkatan biaya bahan bakar, polusi, pemanasan global dan kekhawatiran geopolitik adalah beberapa masalah yang berkaitan dengan ketergantungan masyarakat modern pada bahan bakar fosil. Mengatasi masalah ini adalah tujuan yang semakin penting yang dapat dicapai melalui pengembangan sumber dan teknologi penyimpanan energi lainnya. Sehingga, dewasa ini terdapat pertumbuhan minat dalam sistem penyimpanan energi dengan daya dan densitas energi yang tinggi. Penggunaan sumber terbarukan yang lebih luas dan efisiensi sistem transportasi yang lebih baik adalah dua tujuan penting yang harus dikejar untuk mengatasi masalah ini[1].

Superkapasitor, juga dikenal sebagai kapasitor elektrik lapis ganda dan ultrakapasitor, adalah perangkat penyimpanan energi dengan waktu pengisian dan pemakaian yang singkat dan efisiensi listrik yang tinggi (hingga 98%), densitas daya tinggi dan kemampuan siklus yang sangat baik (dapat diisi ulang hingga lebih dari 10^6 kali)[2]. Komponen utama superkapasitor adalah elektroda, pemisah, arus kolektor dan elektrolit dan superkapasitor dapat menyimpan energi dalam bentuk akumulasi muatan elektrostatik di antarmuka elektroda/elektrolit. Kinerja superkapasitor tergantung pada sifat-sifat komponen utamanya[3].

Salah satu kunci dalam desain superkapasitor performa tinggi adalah pilihan separator. Pemanfaatan elektroda dengan luas permukaan tinggi dan elektrolit dengan efisiensi tinggi dalam superkapasitor telah memunculkan penelitian intens pada separator. Separator yang digunakan di antara elektroda dalam superkapasitor telah dibuat dari karet, plastik, aquagel, polimer resorsinol formaldehida, film poliolefin, dll. untuk mencegah konduksi elektron antar elektroda, tetapi separator yang telah digunakan selama ini memiliki kecenderungan untuk mengering atau hancur seiring waktu, atau menunjukkan konduktivitas ionik yang buruk. Akibatnya, terdapat suatu kebutuhan untuk separator superkapasitor, yang terbuat

dari bahan dengan porositas tinggi yang memberikan resistensi minimal untuk pergerakan ion elektrolit dan pada saat yang sama, memiliki sifat isolator elektronik antara elektroda yang berlawanan[4].

Material hibrida organik-anorganik penting dalam berbagai bidang karena mereka menggabungkan sifat yang diinginkan dari fase anorganik (stabilitas termal, kekakuan) dengan fase organik (fleksibilitas, kemampuan proses, elastisitas)[5]. Dalam beberapa tahun terakhir, hibrida polimer-silika dengan sifat termal dan mekanis yang ditingkatkan (karena komponen silika), fleksibilitas yang lebih baik (karena kandungan polimer), dan berbagai sifat khusus telah menarik banyak perhatian untuk berbagai aplikasi termasuk katalisis, adsorpsi, pervaporasi, sensor, dan enkapsulasi enzim. Cakupan dan kegunaan hibrida polimer-silika ini dapat lebih diperluas dengan mentransformasikannya menjadi struktur nanofiber yang memiliki rasio luas permukaan dengan volume yang tinggi[6].

Dari berbagai pendekatan yang telah dikembangkan untuk mensintesis polimer nanofiber hibrida silika, proses electrospinning satu langkah telah menerima banyak perhatian karena kesederhanaan proses, efektivitas biaya, dan kecepatan proses tersebut[7]. *Electrospinning* adalah teknik pembentukan serat yang sangat halus dari cairan kental (biasanya larutan atau lelehan polimer) menggunakan medan elektrostatik[8]. Serat yang dihasilkan memiliki rasio luas permukaan dengan volume tinggi dan bisa menjadi kandidat potensial untuk berbagai bidang seperti teknologi membran, sistem pengiriman obat, imobilisasi enzim, elektronik, dan sensor. Menggabungkan electrospinning dengan proses sol-gel menyediakan cara untuk membuat struktur nano satu dimensi dengan morfologi, ukuran, dan komposisi yang dapat disesuaikan[6].

Polyvinyl alcohol (PVA) adalah polimer yang larut dalam air dengan kemampuan *wettability*, biokompatibilitas, stabilitas kimia dan termal yang sangat baik. Serat PVA memiliki kekuatan mekanik yang tinggi dan ketahanan abrasi yang tinggi[9]. Sifat fisik dan kimia serat PVA yang sangat baik memungkinkan untuk digunakan dalam berbagai aplikasi seperti serat tekstil dan industri, perekat dan *binder*, film, membran, dan material untuk sistem pengiriman obat[10]. Kombinasi

dari sifat-sifat ini telah membuat PVA menjadi salah satu polimer potensial untuk *electrospinning* di mana polimer lain dapat ditambahkan untuk meningkatkan *wettability* dan porositas. Kelompok hidroksil dalam molekul PVA dapat meningkatkan ikatan antarmuka dalam komposit dan dengan demikian dapat meningkatkan kemampuan *electrospinnibility* dari serat PVA[11].

Silika adalah salah satu dari banyak bahan yang telah disiapkan sebagai nanofiber dengan teknik electrospinning. Kebanyakan sintesis nanofiber silika *electrospinning* dimulai dengan persiapan sol-gel silika dari tetraetil ortho silikat (TEOS). Proses sol-gel adalah teknik sintesis kimia basah untuk membuat gel, seringkali dimulai dengan logam alkoksida yang mengalami hidrolisis dan reaksi polimerisasi kondensasi untuk menghasilkan gel oksida. Komposisi sol khas yang digunakan untuk membuat gel polimer terdiri dari TEOS, etanol, air dan katalis asam atau basa[12].

Dalam penelitian ini digunakan alternatif sumber silika berupa natrium silikat (*waterglass*) yang lebih ramah lingkungan, yang kemudian dicampurkan dengan polimer karbon PVA. Larutan ini kemudian diproses dengan metode *electrospinning* yang menghasilkan nanofiber PVA/silika (SiO_2) dan PVA/asam silikat ($Si(OH_4)$) yang diharapkan dapat menjadi alternatif untuk aplikasi separator dalam superkapasitor.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan pada latar belakang penelitian, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah : Bahan polimer PVA/silika dan PVA/asam silikat dapat dibuat dalam bentuk nanofiber sebagai alternatif dalam aplikasinya untuk separator dalam superkapasitor.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah memperoleh material *nanofiber* PVA/SiO_2 dan PVA/asam silikat dengan sifat morfologi baik, porositas tinggi, dan nilai *electrolyte uptake* dan *retention* yang tinggi sehingga berpotensi digunakan dalam superkapasitor sebagai elemen separator.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang dapat diperoleh dari penelitian ini adalah :

1. Memberikan alternatif aplikasi PVA/SiO_2 dalam bentuk *nanofiber*.
2. Memberikan kontribusi dalam pengembangan *nanofiber*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

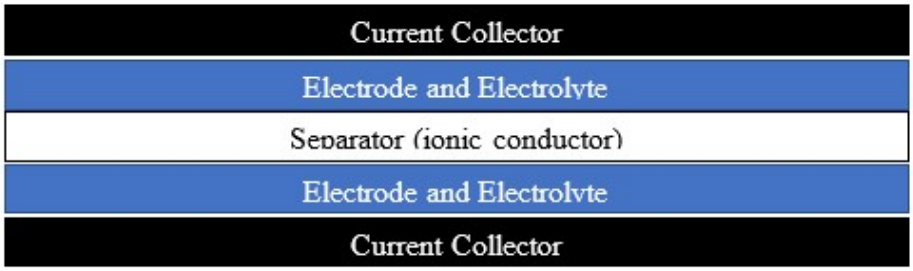
2.1 Superkapasitor dan Elemen Separator

Superkapasitor adalah perangkat yang mampu mengatur daya lebih besar dibandingkan dengan baterai. Meskipun superkapasitor dapat menyediakan daya ratusan hingga ribuan kali lebih besar dalam volume yang sama, superkapasitor tidak dapat menyimpan jumlah daya yang sama dengan baterai, yang biasanya 3 hingga 30 kali lebih rendah. Ini membuat superkapasitor cocok untuk aplikasi-aplikasi di mana dibutuhkan rentetan daya besar, tetapi tidak memerlukan kapasitas penyimpanan energi yang besar. Superkapasitor juga dapat dimasukkan dalam sistem penyimpanan energi berbasis baterai untuk memisahkan karakteristik daya dan energi, sehingga meningkatkan efisiensi dimensi sambil memenuhi kebutuhan daya dan energi, dan mungkin memperpanjang masa pakainya[1].

Output daya superkapasitor lebih rendah dari kapasitor elektrolitik, tetapi dapat mencapai sekitar 10 kW kg^{-1}. Di sisi lain, besaran *specific energy* superkapasitor adalah beberapa kali lebih tinggi dari kapasitor. Perangkat ini menarik karena superkapasitor dapat mengisi celah antara kapasitor elektrolitik aluminium dan baterai, yang mampu menyimpan energi dalam jumlah besar, tetapi tidak memiliki densitas daya yang tinggi (<1 kW kg^{-1}) dikarenakan mekanisme penyimpanannya[1].

Masing-masing elemen dalam superkapasitor berkontribusi pada karakteristik akhirnya, yang menentukan kemampuan untuk menyimpan dan melepaskan muatan listrik. Selain sistem elektroda-elektrolit, separator adalah komponen penting lainnya. Separator memenuhi beberapa peran, pertama adalah mengisolasi elektron dari elektroda yang berlawanan muatan, dengan secara bersamaan memiliki konduktivitas listrik tinggi dari elektrolit yang terkandung dalam pori-porinya. Oleh karena itu, sifat praktis yang menjadi ciri bahan separator memiliki persyaratan banyak dan cukup sering tidak konsisten satu sama lain. Ketebalan, porositas, sifat listrik dan mekanik separator harus menyediakan isolasi

antar elektroda yang efisien dalam kondisi ditekan dengan kuat satu sama lain dan, pada saat yang sama, memberikan aliran ion elektrolit yang bebas di dalam separator. Terlebih, bahan separator harus tahan secara kimiawi terhadap pengaruh bahan lain, khususnya elektrolit, dan tidak boleh menambahkan sifat yang tidak diinginkan ke dalam sistem, seperti kelembaban, gas, dan terutama udara yang berada di pori-porinya[13] Skema superkapasitor ditunjukkan oleh Gambar 2.1.



Gambar 2. 1 Skema komponen superkapasitor.

Prinsip dasar untuk memperoleh superkapasitor yang kompetitif adalah memiliki sifat-sifat berikut: konduktivitas ionik elektrolit dan separator yang tinggi, ketahanan elektronik separator yang tinggi, konduktivitas elektronik elektroda tinggi, luas permukaan elektroda yang besar, dan ketebalan separator dan elektroda yang rendah[14].

Tabel berikut memaparkan spesifikasi material untuk performa superkapasitor yang baik dengan menggunakan elektrolit organik[14]:

Tabel 2. 1 Parameter untuk performa superkapasitor.

Ketebalan lapisan aktif	100 µm
Kapasitansi volumetrik	100 F/cm^3
Elektrolit	0,05 S/cm
Tegangan sel	2,5 V
Ketebalan kolektor arus	25 µm
Porositas separator	50%
Ketebalan separator	25 µm
Distribusi ketahanan dalam pori	10 x elektrolit

2.2 *Polyvinyl Alcohol* (PVA)

PVA adalah suatu resin yang dibuat dari penggabungan molekul-molekul (polimerisasi) vinyl asetat, dengan cara hidrolisis sebagian dari ester yang bersifat sebagai katalisator. Sifat fisik dari hasil polimerisasi tergantung pada derajat polimerisasi dan derajat hidrolisis. PVA pertama kali dibuat oleh Hermann dan Haehnel pada tahun 1924 dengan cara hidrolisis polyvinyl acetat dalam etanol dan potassium hidroksida. Proses hidrolisis tersebut diklasifikasikan dalam dua kelompok yaitu hidrolisis penuh dan hidrolisis sebagian[15].

Sifat fisik dari polyvinyl alkohol tergantung pada metode pembuatannya. Sifat akhir dipengaruhi oleh kondisi polimerisasi dari induk polyvinyl asetat serta kondisi hidrolisis, pengeringan, dan penggilingan. Sulit untuk menentukan sifat fisis khusus dari polyvinyl alkohol padat, hal ini mengacu pada berbagai produk, termasuk kopolimer dari vinyl asetat-vinyl alkohol. Tingkat kristalisasi memiliki efek pada kelarutan, sensitivitas air, kekuatan tarik, sifat penghalang oksigen (*oxygen-barrier properties*), dan sifat termoplastik. PVA akan larut dalam larutan yang polar tinggi dan hidrofilik, seperti air, DMSO, asetamid, glikol dan DMF. Biasanya pelarut yang dipilih adalah air. Viskositas larutan dari PVA terutama tergantung pada berat molekul, konsentrasi, derajat hidrolisis, dan suhu[16].

2.3 Silika

Silika merupakan senyawa umum dari silikon dioksida, SiO_2. Sumber silika mineral biasanya berasal dari tambang/galian seperti pasir kuarsa, dari limbah industri seperti abu *bagasse* dan abu sekam[17]. Sumber silika dari larutan cair diantaranya natrium silikat dalam *waterglass*, *tetraethyl orthosilicate* (TEOS), *trimethylchlorosilane* (TMCS) dan sebagainya. Dalam industri, berbagai tingkatan natrium silikat dicirikan oleh rasio berat SiO_2:Na_2O yang bervariasi.

2.4 Metode Sol-Gel

Proses sol-gel biasa digunakan untuk membuat jaringan amorf dengan reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. Pada umumnya, metode sol-gel ini melibatkan transisi sistem cair (sol) ke dalam fase padatan (gel). Adapun tahapan

proses ini adalah pembuatan larutan, pembentukan gel, *aging*, pengeringan, dan densifikasi[18].

Reaksi-reaksi dalam metode sol-gel pada silika dengan bahan natrium silikat (Na_2SiO_3) antara lain sebagai berikut[18]:

1. Reaksi hidrolisis pembuatan *silicic acid*

$$Na_2SiO_3 + H_2O + 2HCl \rightarrow Si(OH)_4 + 2NaCl$$

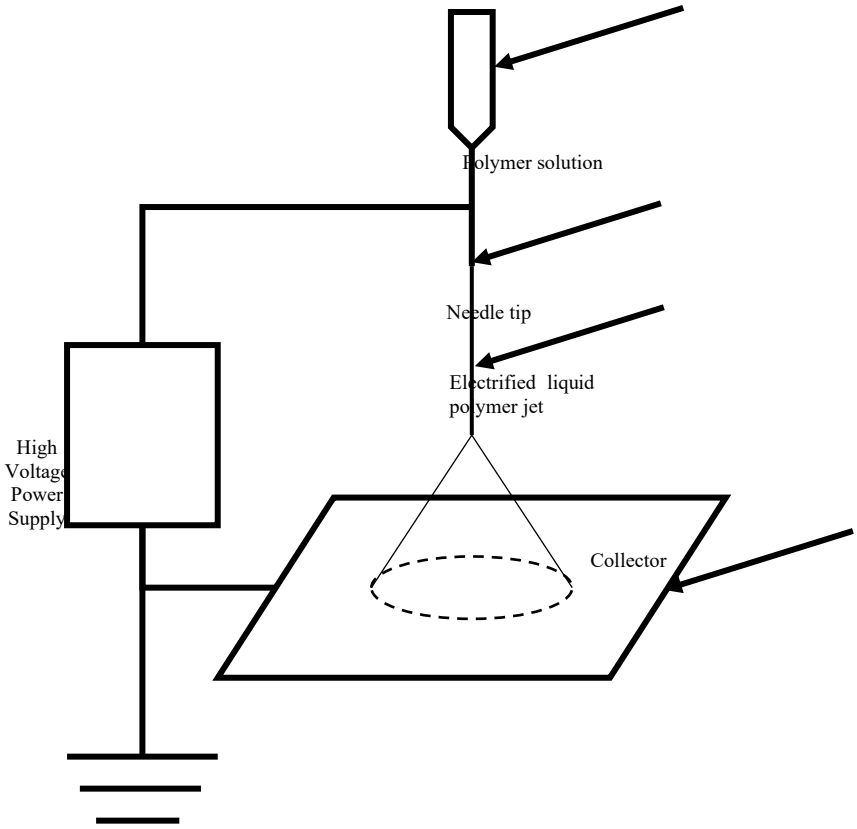
2. Kondensasi *silicic acid*

$$Si(OH)_4 \rightleftharpoons SiO_2 + 2H_2O$$

2.5 Metode *Electrospinning*

Electrospinning adalah proses pembuatan nanofiber menggunakan jet lelehan polimer/larutan polimer yang telah diberi muatan listrik. Pada umumnya, medan listrik eksternal digunakan untuk mengontrol jet *electrospinning*. Faktor-faktor yang mempengaruhi kemampuan larutan untuk membawa muatan, medan listrik yang mengelilingi jet *electrospinning* dan disipasi muatan pada serat polimer yang disimpan pada kolektor akan berdampak pada proses *electrospinning*[19]. *Electrospinning*, yang lebih dikenal dengan elektrostatik berputar, sangat kuat, tekniknya simpel dan serbaguna yang memungkinkan terjadinya fabrikasi fiber berukuran mikro-nano dari proses larutan atau pelelehan dengan cairanelektrik. Selama proses *electrospinning*, membutuhkan *power supply* bertegangan tinggi yang dialirkan pada cairan polimer (larutan atau lelehan), tolakan antar muatan pada permukaan drop diujung kapiler bersaing dengan tegangan permukaan, yang menstabilkan drop. Saat kondisi kritis tercapai maka tolakan permukaan muatan akan mendominasi, permukaan setengah bola cairan diujung memanjang untuk membentuk bentuk kerucut dikenal sebagai *Taylor cone*. Untuk lebih meningkatkan intensitas medan listrik, jet diambil dari pemintal yang di bawah laju alir konstan.

Sebelum mencapai kolektor koagulan, larutan akan menguap dan terkumpul sebagai jaring-jaring fiber dalam kolektor.[8]



Gambar 2. 2 Skematik komponen *electrospinning*.

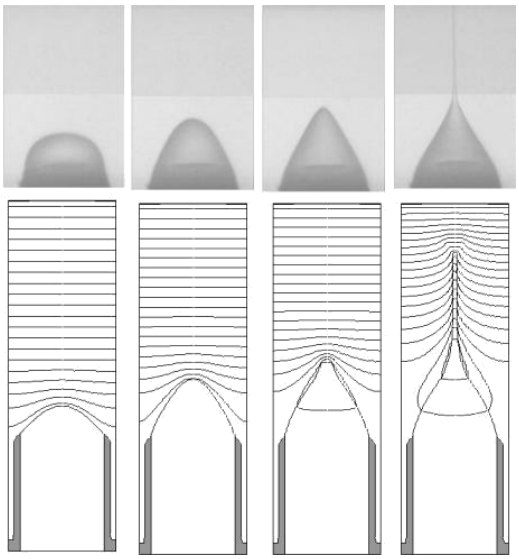
Electrospinning mempunyai 3 komponen utama, dimana susunannya terdiri atas *syringe* yang berisi larutan polimer yang meliputi *spinneret* (jarum), pembangkit listrik tegangan tinggi *direct current* (DC) dan plat kolektor *fiber*. Pada metode *electrospinning*, tegangan tinggi pada rentang tertentu diterapkan di antara dua buah elektroda untuk memperoleh jenis dan kualitas *nanofiber* yang diinginkan. Elektroda positif dibuat bersentuhan dengan cairan polimer melalui *spinneret* untuk menghasilkan cairan bermuatan ketika dikenai medan listrik luar, dan elektroda negatif dipasangkan pada kolektor yang bertindak sebagai pengumpul *fiber*. Karena adanya gaya *electrostatic* larutan akan tertarik ke dalam kolektor yang akan menghasilkan serat berskala nm.

Untuk mendapatkan *nanofiber*, proses elektrospinning harus diawali dengan terbentuknya formasi *taylor cone* (cairan berbentuk seperti kerucut diujung *spinneret*) pada proses inisiasi. Medan listrik yang mengenai *taylor cone* harus mampu mengimbangi tegangan permukaan larutan. Ketika medan listrik dinaikan, formasi jet akan keluar dari ujung *taylor cone*. Polimer jet akan mengalami gangguan sehinggga terjadi *bending* dan dilanjutkan dengan terbentuknya lintasan spiral hingga akhirnya *nanofiber* terkumpul di kolektor dalam bentuk solid. Proses tahapan-tahapan tersebut akan dijelaskan lebih rinci pada tahapan proses *electrospinning* di bawah ini.

a.) Tahap inisiasi

Telah diketahui bahwa pada proses elektrospinning, pembentukan formasi *taylor cone* memiliki peran yang penting dalam menginisiasi terbentuknya *nanofiber*. Tanpa adanya medan listrik, larutan polimer yang keluar dari ujung *spinneret* hanya akan menetes dan tidak bisa melanjutkan proses berikutnya untuk membentuk *nanofiber*. Akan tetapi, ketika medan listrik diberikan, larutan di ujung *spinneret* yang awalnya berbentuk bola akan berubah menjadi kerucut.

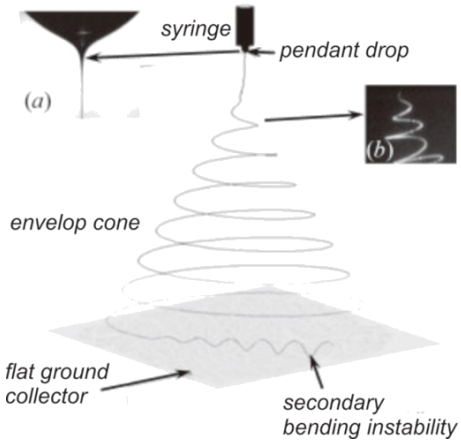
Pemberian medan listrik akan menginduksi munculnya arus. Komponen normal pada arus ini berperan atas pembentukan muatan di permukaan larutan. Akumulasi densitas muatan permukaan (antar muka larutan polimer dan udara) akan memicu munculnya medan listrik pada arah normal permukaan dan menghasilkan adanya tekanan pada arah normal dan tangensial dari permukaan larutan. Tekanan listrik pada arah tangensial selanjutnya akan menggerakkan muatan-muatan ke ujung meniskus dan mengubah bentuk formasi larutan menjadi *taylor cone*. Sebagian besar muatan akan terkumpul di ujung *taylor cone* dan sebagian lagi kembali sehingga membentuk *vortex*. Perubahan bentuk formasi larutan menjadi *taylor cone* diperlihatkan secara skematik pada Gambar 2.3.



Gambar 2. 3 Skematik perubahan formasi larutan menjadi *taylor* cone [20].

b.) Tahap *thinning fiber*

Tahap pengecilan (*thining*) fiber terjadi saat diameter fiber mengecil akibat terjadinya peristiwa *bending instability* pada aliran jet. Aliran jet awalnya bergerak dalam lintasan lurus, setelah itu akan terjadi gerakan seperti *bending, looping* dan semakin jauh jarak yang ditempuh semakin kompleks gerakan yang terjadi. *Bending instability* diilustrasikan dalam bentuk spiral loop pada Gambar 2.4. Semakin jauh jarak ujung tip dengan *collector*, spiral loopnya semakin kompleks dan akan mengakibatkan penurunan ukuran diameter serat[21].



Gambar 2. 4 Skematik proses terjadinya thinning fiber (a*) taylor cone*, (b) *bending instability* [16]

c.) Tahap jet solidfication

Jet *solidification* adalah tahap akhir dari *jet modeling*. Tahap ini berkaitan dengan titik penguapan pelarut. Setiap pelarut membutuhkan waktu penguapan yang berbeda. Lamanya waktu penguapan dikorelasikan dengan pengaturan jarak ujung tip ke kolektor. Semakin singkat waktu penguapan pelarut maka diperlukan jarak antara ujung jarum dengan kolektor yang semakin pendek, begitu pula sebaliknya. Akibatnya lamanya waktu penguapan memberikan berpengaruh yang signifikan pada ukuran diameter nanofiber.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Gambaran Umum Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk memperoleh material komposit nanofiber silika yang selanjutnya dapat digunakan sebagai separator. Pada penelitian ini dipelajari pengaruh jenis polimer karbon dan silika terhadap nanofiber PVA/silika yang dihasilkan. Komposit nanofiber PVA/silika dibuat dengan teknik *electrospinning*.

3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *polyvinyl alcohol* (PVA) dengan berat molekul 60.000 (Merck), *demineralized water*, natrium silikat (*waterglass*) 28% dengan komposisi SiO_2:Na_2O = 3,3 (PT. Ineos Silicas Indonesia), resin *ion exchange* kation (Flotrol-007), asam klorida (HCl) 37% (Mallinckrodt), natrium tiosulfat *pentahydrate* ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) (Merck), kalium hidroksida (KOH) *pro analysis* (Merck). Semua bahan digunakan tanpa purifikasi lanjut.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Tahap Preparasi Larutan Nanopartikel Silika

Natrium silikat dilarutkan dalam air demineralisasi dengan volume total 50 ml dan diaduk dengan suhu 60°C hingga terbentuk larutan homogen. Larutan natrium silikat kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruang. 50 ml resin kation dicuci dan diaduk dalam air demineralisasi hingga air cucian menjadi bening. Resin kation kemudian diaktivasi dengan cara perendaman dalam 50 ml larutan HCl 1 M dan diaduk dalam suhu ruang selama 30 menit. Setelah aktivasi, resin dipisahkan dari larutan HCl dan ditambahkan ke larutan natrium silikat. Penambahan resin dilakukan dengan pengadukan kuat dalam suhu ruang selama 1 jam. Larutan asam silikat yang terbentuk kemudian dipisahkan dari resin dan dititrasi dengan larutan KOH 0,1 M hingga membentuk larutan nanopartikel silika

dengan konsentrasi yang diinginkan (0,5, 1, dan 2%) dan nilai pH 4. Diagram alir pembuatan larutan natrium silikat/*waterglass* dan larutan nanopartikel silika dapat dilihat pada Gambar 3.1 dan 3.2. Berikut ditampilkan contoh perhitungan untuk pembuatan 100 ml sol silika dengan konsentrasi 2%.

$$2\% = \frac{2\ gr}{100\ ml} = \frac{20\ gr}{1000\ ml}$$

$$Molarity = \frac{20gr}{60{,}085} \times 1l = 0{,}333\ M\ (MW\ SiO_2 = 60{,}085)$$

$$mass\ SiO_2 = molarity\ \times volume \times MW$$

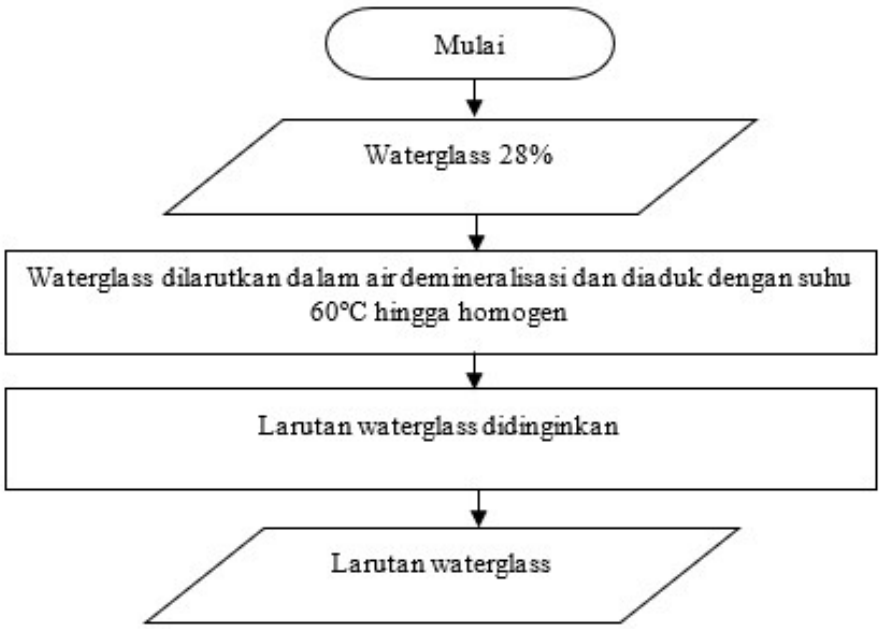
$$m = 0{,}333 \times 0{,}1l \times 60{,}085$$

$$mass\ SiO_2 = 2\ gr$$

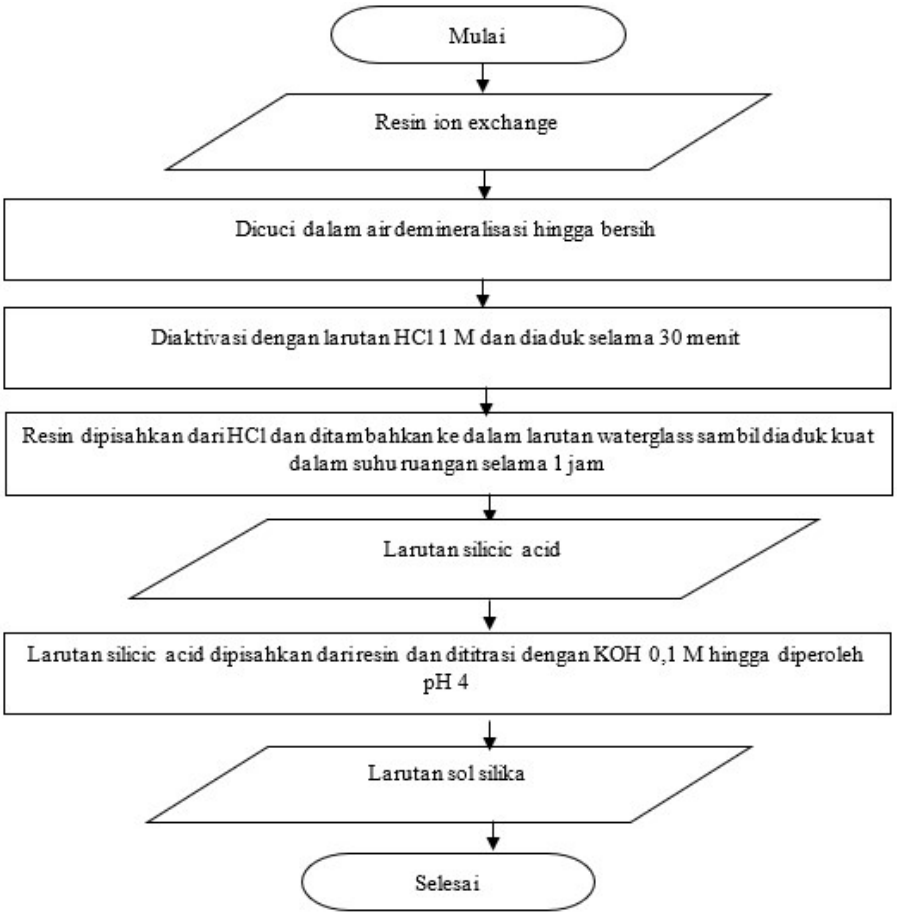
$$mass\ waterglass = \frac{100}{28} \times 2 = 7{,}143\ gr$$

$$vol\ waterglass = \frac{7{,}143}{1{,}346} = 5{,}3\ ml\ \ \left(\rho\ waterglass = 1{,}346\frac{gr}{ml}\right)$$

$$vol\ demineralized\ water = 100 - 5{,}3 = 94{,}7\ ml$$



Gambar 3. 1 Diagram alir pembuatan larutan natrium silikat (*waterglass*).

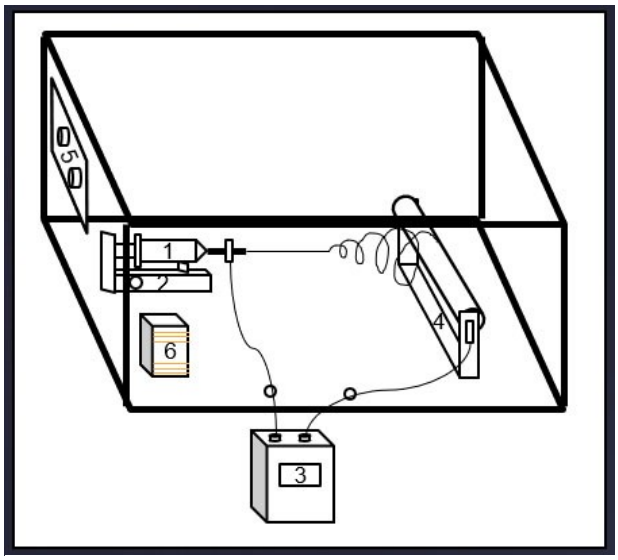


Gambar 3. 2 Diagram alir pembuatan larutan nanopartikel silika.

3.3.2 Proses *Electrospinning*

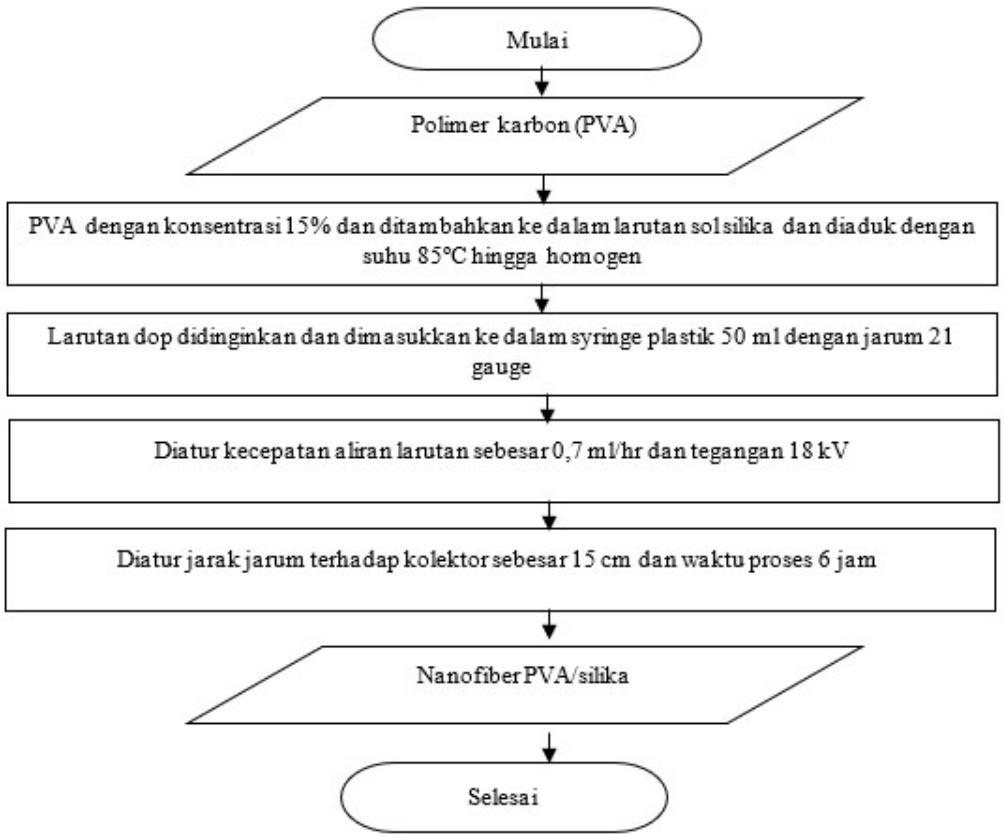
PVA dengan konsentrasi 15% w/v ditambahkan ke dalam larutan nanopartikel silika sambil diaduk kuat dengan suhu 85°C hingga diperoleh larutan homogen. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam *syringe* plastik 50 ml dengan jarum ukuran 21 gauge. Laju alir larutan diatur sebesar 0,8 ml/jam dan tegangan yang digunakan sebesar 18 kV. Jarak antara ujung jarum dengan kolektor aluminium foil sebesar 15 cm. Sistem tegangan tinggi yang digunakan adalah arus searah (DC), dengan arus positif (+) dihubungkan pada ujung jarum dan arus negatif (-) dihubungkan pada kolektor menggunakan kabel penjepit buaya. Kondisi kelembaban relatif (*relative humidity*) diatur dalam rentang 58-65% dengan alat *dehumidifier*. Proses *electrospinning* berlangsung selama 6 jam. Nanofiber yang terbentuk kemudian dikelupas dari drum kolektor dan disimpan dalam kantong

plastik dan diletakkan di dalam *dry cabinet*. Skema alat *electrospinning* dan diagram alir proses *electrospinning* dapat dilihat pada Gambar 3.3 dan 3.4.



1. Syringe
2. Pompa syringe
3. High voltage power supply
4. Kolektor
5. Panel display RPM kolektor dan tegangan HV
6. Dehumidifier

Gambar 3. 3 Skema alat *electrospinning*.



Gambar 3. 4 Diagram alir proses *electrospinning*.

3.4 Karakterisasi Produk

Karakterisasi hasil penelitian dilakukan untuk mengetahui apakah tujuan penelitian dapat dikatakan berhasil atau tidak. Dalam hal ini, untuk menjawab rumusan masalah, dilakukan berbagai macam uji untuk mendapatkan karakter dari nanofiber hasil penelitian diantaranya dengan uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan untuk mengetahui performa elektrokimia dari nanofiber PVA/SiO_2 dilakukan uji *electrolyte uptake* dan *electrolyte retention*. Porositas nanofiber juga dihitung sebagai pendukung data dari *electrolyte uptake* dan *electrolyte retention.*

3.4.1 Karakterisasi Morfologi dan Komposisi Material dengan Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Untuk pengujian morfologi komposit yang dihasilkan dilakukan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Alat ini bekerja dengan memfokuskan sinar elektron berenergi tinggi untuk menghasilkan difraksi sinar pada permukaan sampel. Difraksi ini menghasilkan sinyal yang berasal dari interaksi elektron dengan sampel sehingga dapat terlihat morfologi eksternalnya (tekstur), komposisi kimia, struktur kristal serta orientasi bahan penyusunnya. Sebelum dianalisa, pertama-tama sampel diletakkan pada pin SEM yang telah ditempeli *tape*. *Tape* yang digunakan dapat berupa *copper tape* ataupun *carbon tape*. *Carbon tape* digunakan untuk analisa SEM.

3.4.2 Uji *Electrolyte Uptake* dan *Electrolyte Retention* Nanofiber PVA/SiO_2

Performa elektrokimia dari nanofiber PVA/SiO_2 yang berkaitan dengan aplikasi sebagai superkapasitor diuji dengan uji *electrolyte uptake* dan *electrolyte retention*. Uji *electrolyte uptake* dan *electrolyte retention* bertujuan untuk mengetahui kapasitas nanofiber yang akan mempengaruhi sifat konduktivitas ionik dan performa elektrokimianya. dilakukan dengan perendaman nanofiber dalam larutan elektrolit $Na_2S_2O_3$ 1 M selama 7 jam. Nanofiber untuk masing-masing variabel dipotong dengan ukuran 1,5 x 1,5 cm dan berat nanofiber sebelum dan sesudah perendaman dicatat dan diperoleh persentase *electrolyte uptake* dengan menggunakan persamaan (1), persentase *electrolyte retention* diperoleh dari persamaan (2) dan porositas nanofiber terhadap larutan elektrolit diperoleh dari persamaan (3):

$$electrolyte\ uptake\ (\%) = \frac{w_w - w_d}{w_d} \times 100 \quad (1)$$

$$electrolyte\ retention\ (\%) = \frac{w_w - w_d}{w_w} \times 100 \quad (2)$$

$$porositas\ (\%) = \frac{w_w - w_d}{\rho_n \times V} \times 100 \quad (3)$$

w_w = berat nanofiber basah (gr)

w_d = berat nanofiber kering (gr)

ρ_n = densitas larutan $Na_2S_2O_3$ = 1,252 gr/cm^3

V = volume membran (cm^3)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Nanofiber Komposit PVA/Silika

4.1.1 Proses Sintesis Larutan PVA/Silika dan Proses *Electrospinning* Pembuatan Nanofiber PVA/Silika

PVA (berat molekul: 60.000) dengan konsentrasi 15% w/v ditambahkan ke dalam larutan nanopartikel silika/asam silikat sambil diaduk kuat dengan suhu 85°C hingga diperoleh larutan homogen. Konsentrasi PVA dipilih sebesar 15% karena konsentrasi yang terlalu kecil akan menyebabkan larutan yang terbentuk memiliki viskositas yang rendah sehingga tidak dapat membentuk fiber dalam proses *electrospinning*. Konsentrasi sol silika yang digunakan divariasikan antara 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5 dan 3%. Sementara variabel konsentrasi asam silikat yang digunakan antara lain 0,5, 1, dan 2%.

Dalam proses pembuatan nanopartikel sol silika/asam silikat terjadi 2 reaksi yang penting yaitu reaksi pertukaran ion antara resin *exchange* kation dengan molekul natrium silikat (*waterglass*) dan reaksi kondensasi asam silikat (asam metasilikat) dalam larutan yang terbentuk menjadi nanopartikel SiO_2. Kedua reaksi ini dijelaskan dalam dua persamaan dibawah:

$$Na_2SiO_3 + 2H^+ \rightarrow H_2SiO_3 + 2Na^+ \qquad (1)$$

$$H_2SiO_3 \rightarrow SiO_2 + H_2O \qquad (2)$$

Reaksi kedua berlangsung lambat dalam kondisi asam dan dapat dipercepat dengan menambahkan basa seperti KOH. Sol silika yang terbentuk memiliki nilai pH sebesar 4 dan ke dalam sol ini ditambahkan PVA dan diaduk kuat dengan suhu 85°C hingga diperoleh larutan homogen. Pemilihan nilai pH 4 untuk sol silika dipengaruhi oleh kestabilan sol yang terbentuk, dimana pada rentang pH 4-10 kecenderungan sol silika untuk mengalami agregasi dan membentuk gel semakin besar dan proses gelasi yang terjadi semakin cepat. Pada nilai pH sol diatas 10 sol yang terbentuk mengalami proses gelasi sangat cepat dan membentuk padatan sehingga tidak dapat diproses lebih lanjut.

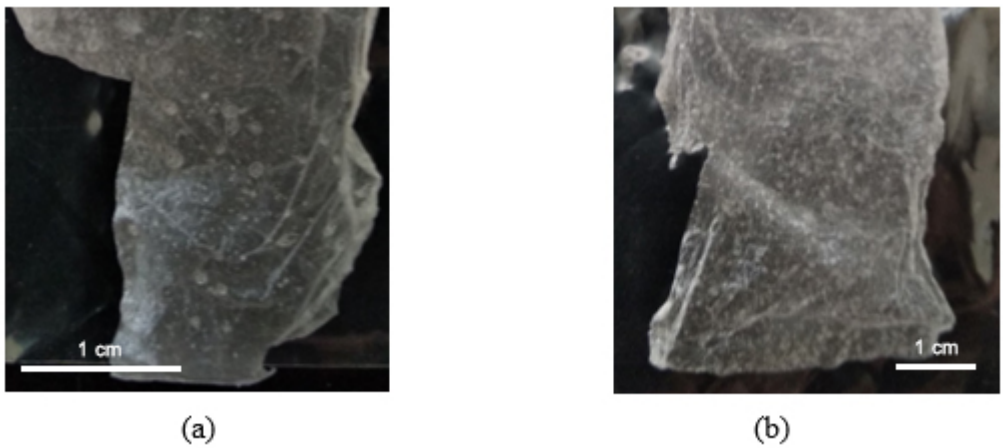
Larutan hasil proses ini memiliki sifat keruh dan kental, dengan kekeruhan dan viskositas meningkat seiring penambahan konsentrasi sol silika/asam silikat yang digunakan. Ikatan yang terbentuk antara molekul PVA dan silika/asam silikat akan meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi silika/asam silikat yang digunakan, yang menyebabkan peningkatan viskositas. Untuk konsentrasi yang sama, larutan PVA/asam silikat yang terbentuk lebih keruh dan memiliki viskositas yang lebih tinggi dibanding larutan PVA/sol silika. Hal ini dapat disebabkan karena adanya reaksi kondensasi reversibel asam silikat dalam kedua jenis larutan, yang akan melepas molekul air dan membentuk partikel silika. Proses ini berlangsung lambat dalam larutan asam silikat sehingga partikel silika yang terbentuk lebih mudah berikatan dengan molekul PVA. Akibatnya larutan PVA/asam silikat memiliki viskositas yang lebih tinggi dibanding larutan PVA/silika dengan konsentrasi yang sama. Larutan PVA/asam silikat rasio 15:2% memiliki viskositas yang sangat tinggi sehingga tegangan yang digunakan dalam proses *electrospinning* tidak cukup kuat untuk mengimbangi tegangan permukaan larutan, sehingga tidak terbentuk jet.

Dalam proses *electrospinning*, laju alir larutan dop PVA/silika diatur sebesar 0,8 ml/jam dan tegangan yang digunakan sebesar 18 kV. Nilai laju alir larutan dan tegangan dipilih sebagai kombinasi yang optimal untuk proses electrospinning. Apabila nilai tegangan yang dipilih terlalu kecil, maka tegangan yang digunakan tidak dapat mengatasi tegangan permukaan larutan, sehingga larutan tidak mengalami proses *stretching* ketika keluar dari ujung jarum dan akan terkumpul pada kolektor dalam bentuk droplet kering. Nilai laju alir juga berpengaruh terhadap produk hasil proses electrospinning, dimana nilai yang terlalu kecil akan menyebabkan sedikitnya larutan yang tertarik keluar dari ujung jarum, yang dapat menyebabkan penyumbatan jarum. Sedangkan nilai yang terlalu besar akan menyebabkan larutan yang tertarik keluar belum mengalami proses *stretching* dengan sempurna, sehingga larutan akan terkumpul di kolektor dalam bentuk droplet. Kondisi kelembaban relatif (*relative humidity*) diatur dalam rentang 58-65% dengan alat *dehumidifier*. Kelembaban relatif memiliki pengaruh yang signifikan terhadap proses *electrospinning*, terutama dalam proses solidifikasi jet

yang keluar dari ujung jarum. Nilai kelembaban relatif yang besar akan memperlambat proses penguapan solvent air dari larutan PVA/silika yang tertarik keluar. Hal ini dapat menyebabkan variasi ukuran diameter fiber yang besar dalam 1 produk proses *electrospinning*. Sedangkan nilai kelembaban relatif yang rendah akan membantu mempercepat proses solidifikasi jet larutan yang keluar dari ujung jarum sehingga diperoleh produk dengan ukuran diameter fiber yang lebih konsisten. Nilai kelembaban relatif dijaga konstan selama proses *electrospinning* berlangsung.

4.1.2 Pengaruh Konsentrasi Silika terhadap Nanofiber yang Dihasilkan

Dalam pembuatan larutan dop untuk proses electrospinning, konsentrasi PVA dibuat tetap (15% w/v), sementara konsentrasi larutan nanopartikel silika yang



Gambar 4. 1 Lembaran nanofiber PVA/silika dengan konsentrasi 15%:1% (a) dan 15%:2% (b).

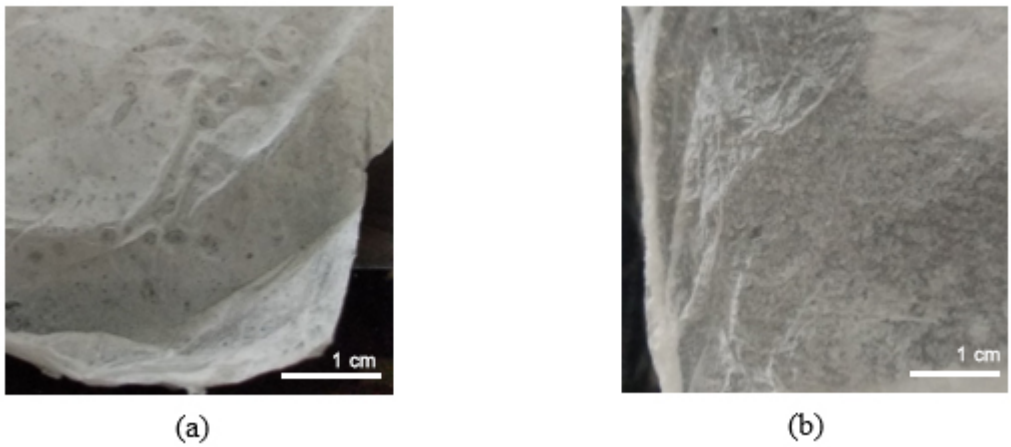
digunakan divariasikan dengan konsentrasi 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5 dan 3% w/v. Selain larutan nanopartikel silika hasil titrasi KOH, juga digunakan larutan silika dalam bentuk asam silikat tanpa titrasi dengan variasi konsentrasi yang sama. Larutan yang dihasilkan kemudian dimasukkan ke dalam syringe 50 ml dan selanjutnya diinjeksikan ke kolektor dengan pompa syringe dengan laju alir larutan 0,8 ml/jam. Voltase yang digunakan sebesar 18 kV dan jarak ujung jarum dengan kolektor adalah 15 cm. Proses electrospinning berlangsung selama 6 jam dan lembaran nanofiber yang terbentuk dikelupas dari kolektor. Hasil percobaan proses electrospinning larutan PVA/silika dapat dilihat pada Tabel 4.1 dan Tabel 4.2.

Bentuk fisik lembaran nanofiber yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan 4.2. Dapat dilihat bahwa konsentrasi larutan nanopartikel silika/asam silikat yang digunakan mempengaruhi lembaran nanofiber yang dihasilkan, dimana pada konsentrasi silika/asam silikat yang lebih kecil akan menghasilkan lembaran nanofiber yang lebih tebal dan droplet kering yang lebih sedikit. Hal ini berkaitan dengan sifat nanopartikel silika dalam air, dimana partikel silika memiliki kecenderungan untuk mengalami agregasi yang berujung pada pembentukan gel silika. Pada konsentrasi lebih tinggi akan lebih banyak partikel silika yang teragregasi sehingga lebih sedikit ikatan yang terbentuk antara partikel silika dengan polimer PVA.

Dari Gambar 4.1 dan 4.2 dapat juga dilihat bahwa pada waktu proses yang sama larutan PVA/asam silikat menghasilkan lembaran nanofiber yang lebih tebal dan lebih sedikit droplet kering yang terbentuk dibanding PVA/silika. Hal ini berkaitan dengan komposisi asam silikat sebagai partikel silika (SiO_2) yang memiliki ikatan dengan hidrogen dalam air. Asam silikat dalam air secara perlahan akan terpisah dari hidrogen dan membentuk partikel silika dan melepaskan H_2O. Reaksi ini dipercepat dengan penambahan KOH ke dalam larutan, akan tetapi kecepatan pembentukan partikel silika dengan cara ini sulit untuk dikendalikan sehingga partikel silika yang terbentuk akan cenderung mudah mengalami agregasi yang berujung pada pembentukan gel. Sementara dalam bentuk asam silikat reaksi pelepasan ini akan berlansung lambat sehingga ketika ditambahkan polimer PVA,

partikel silika yang terbentuk akan lebih mudah berikatan dengan PVA, sehingga lembaran nanofiber yang terbentuk akan lebih merata.

Konsentrasi silika/asam silikat yang digunakan juga mempengaruhi viskositas larutan yang dihasilkan, dimana semakin tinggi konsentrasi silika/asam silikat yang digunakan maka larutan yang dihasilkan akan semakin kental. Hal ini



Gambar 4. 2 Lembaran nanofiber PVA/asam silikat dengan konsentrasi 15%:0,5% (a) dan 15%:1% (b).

mempengaruhi kemampuan larutan untuk membentuk fiber dalam proses electrospinning. Dari Tabel 4.1 dan Tabel 4.2 dapat dilihat bahwa pada konsentrasi silika/asam silikat tertentu larutan yang dihasilkan tidak dapat membentuk lembaran nanofiber dalam proses electrospinning. Pada konsentrasi silika 0,5% larutan yang dihasilkan lebih encer dibanding larutan dengan konsentrasi lebih tinggi. Hal ini dapat mengakibatkan larutan tidak dapat membentuk fiber yang stabil pada tegangan yang diberikan selama proses electrospinning, dimana pada permukaan foil kolektor terbentuk tetesan droplet kering. Hal sebaliknya terjadi pada larutan dengan konsentrasi asam silikat 2%, dimana larutan yang dihasilkan sangat kental. Hal ini menyebabkan larutan tidak membentuk fiber sama sekali ketika diberi tegangan selama proses *electrospinning*.

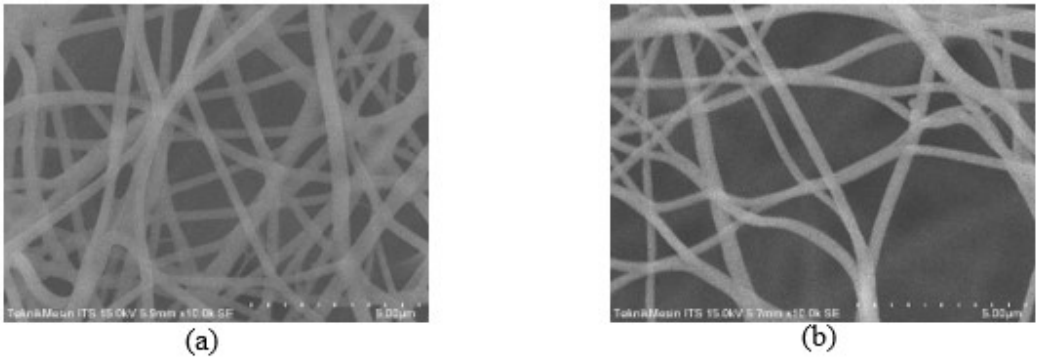
Tabel 4. 1 Lembaran nanofiber hasil proses electrospinning variabel PVA:silika.

Komposisi larutan dop (w/v)	**Hasil**	**Keterangan**
PVA 15% : silika 0,5%	Tidak terbentuk mat nanofiber, hasil berupa droplet kering.	Jarum 21 gauge, flow rate 0,7 ml/hr, 18 kV
PVA 15% : silika 1%	Terbentuk mat nanofiber dengan sedikit droplet.	Jarum 18 gauge, 0,8 ml/hr, 18 kV
PVA 15% : silika 1,5%	Terbentuk mat nanofiber sedikit droplet. Lebih sedikit mat yang terbentuk.	Jarum 18 gauge, 0,8 ml/hr, 18 kV
PVA 15% : silika 2%	Terbentuk mat nanofiber dengan droplet lebih banyak.	Jarum 18 gauge, 0,8 ml/hr, 18 kV
PVA 15% : silika 2,5%	Terbentuk mat nanofiber dengan droplet lebih banyak.	Jarum 18 gauge, 0,8 ml/hr, 18 kV
PVA 15% : silika 3%	Terbentuk campuran mat nanofiber dan banyak droplet.	Jarum 18 gauge, 0,8 ml/hr, 18 kV

Tabel 4. 2 Lembaran nanofiber hasil proses electrospinning variabel PVA:asam silikat.

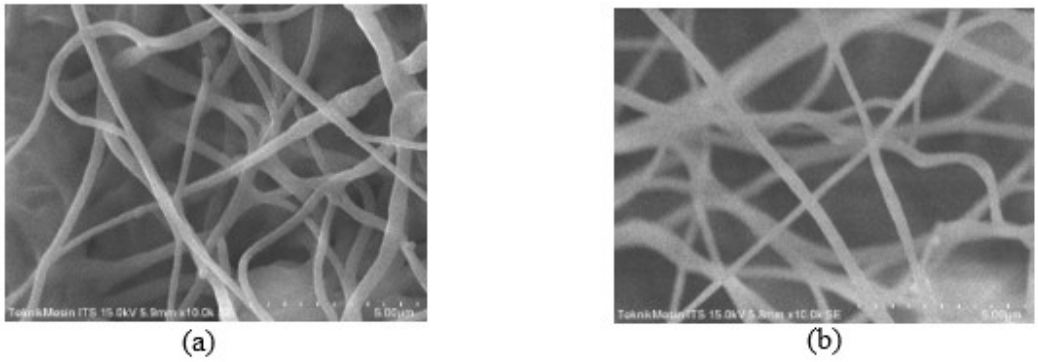
Komposisi larutan dop (w/v)	**Hasil**	**Keterangan**
PVA 15% : asam silikat 0,5%	Terbentuk mat nanofiber dengan sedikit droplet.	Jarum 21 gauge, flow rate 0,7 ml/hr, 18 kV
PVA 15% : asam silikat 1%	Terbentuk mat nanofiber dengan sedikit droplet.	Jarum 18 gauge, 0,8 ml/hr, 18 kV
PVA 15% : asam silikat 2%	Tidak terbentuk mat nanofiber, larutan yang dihasilkan sangat kental.	Jarum 18 gauge, 0,7 ml/hr, 18 kV

Hasil analisa SEM untuk lembaran nanofiber yang terbentuk ditunjukkan pada Gambar 4.3 dan 4.4.



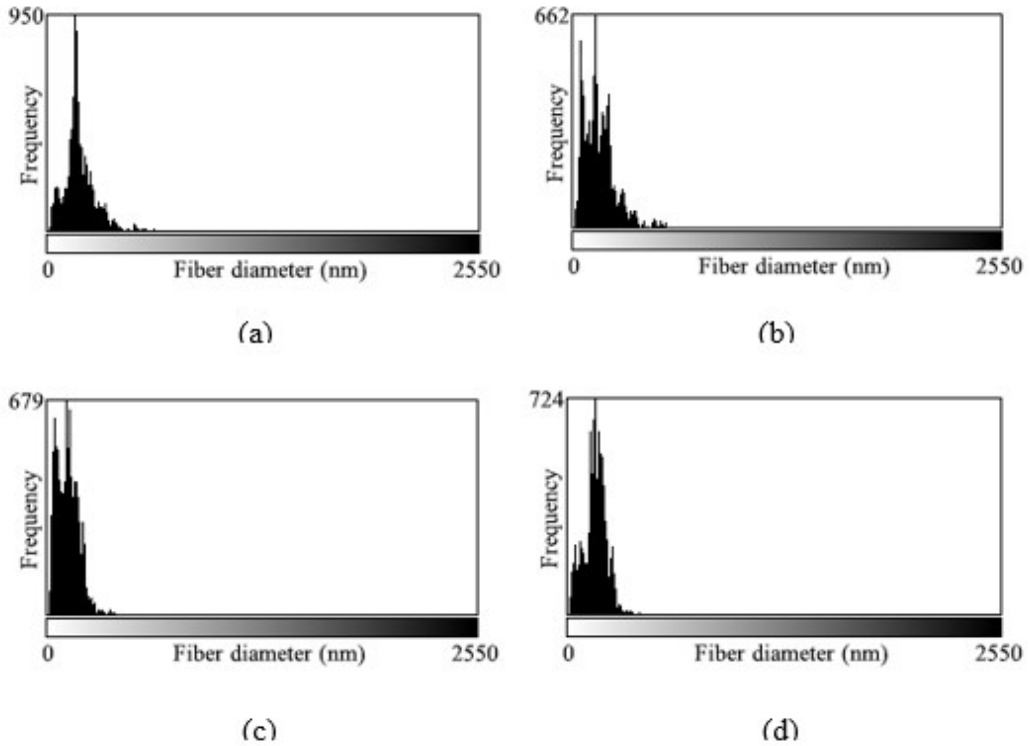
Gambar 4. 3 Hasil analisa SEM nanofiber PVA/silika dengan konsentrasi 15%:1% (a) dan 15%:2% (b). Perbesaran 10.000x dan skala 5 μm.

Hasil analisa SEM pada Gambar 4.3 menunjukkan morfologi nanofiber PVA/silika pada konsentrasi larutan 15%:1% dan 15%:2%. Dari gambar terlihat bahwa fiber yang dihasilkan lebih halus dan tidak terlihat adanya butiran (*bead*) pada fiber. Diameter rata-rata nanofiber yang dihasilkan adalah ~334 nm untuk konsentrasi 1% dan ~250 nm untuk konsentrasi 2%. Terlihat bahwa peningkatan konsentrasi SiO_2 menurunkan diameter rata-rata nanofiber yang dihasilkan. Hal ini dapat disebabkan adanya gaya tolak dari SiO_2 dalam proses *electrospinning* yang membatasi penggabungan rantai polimer PVA, yang menghasilkan fiber dengan diameter lebih kecil[22].



Gambar 4. 4 Hasil analisa SEM nanofiber PVA/asam silikat dengan konsentrasi 15%:0,5% (a) dan 15%:1% (b). Perbesaran 10.000x dan skala 5 μm.

Gambar 4.4 menunjukkan hasil analisa SEM untuk nanofiber PVA/asam silikat. Dapat dilihat bahwa fiber yang dihasilkan memiliki banyak lengkungan dan untuk konsentrasi 0,5% terdapat butiran (*bead*) di titik tertentu dari fiber. Hal ini dapat disebabkan dari komposisi larutan asam silikat yang memiliki lebih banyak ion dibanding larutan silika. Hal ini dapat mempengaruhi stabilitas jet yang terbentuk ketika larutan diberi tegangan tinggi, yang menyebabkan fiber yang dihasilkan memiliki susunan yang tidak beraturan. Penambahan konsentrasi asam silikat akan meningkatkan kandungan silika dalam larutan yang dapat memberi kestabilan ketika larutan diberi tegangan tinggi, yang menyebabkan fiber yang terbentuk lebih lurus dan memiliki diameter rata-rata lebih besar, sebesar ~328 nm dibanding ~207 nm untuk konsentrasi asam silikat 0,5%.



Gambar 4. 5 Histogram distribusi ukuran fiber untuk nanofiber variabel PVA:Silika 15:1% (a), PVA:Silika 15:2% (b), PVA:asam silikat 15:0,5% (c), dan PVA:asam silikat 15:1% (d).

Distribusi diameter fiber untuk variabel yang telah dianalisa disajikan dalam bentuk histogram pada Gambar 4.5, dan data analisa ukuran diameter fiber rata-rata dan standar deviasi masing-masing variabel ditampilkan pada Tabel 4.3.

Perhitungan diameter fiber dan standar deviasi dilakukan secara otomatis dengan bantuan aplikasi DiameterJ.

Tabel 4. 3 Ukuran diameter rata-rata dan standar deviasi nanofiber.

Variabel	**Diameter rata-rata (nm)**	**Standar deviasi (nm)**
PVA:silika 15:1%	334,8	99,1
PVA:silika 15:2%	250,8	176,5
PVA:asam silikat 15:0,5%	207,5	150,5
PVA:asam silikat 15:1%	328,8	114,9

4.2 Uji *Electrolyte Uptake* dan *Electrolyte Retention* Nanofiber PVA/Silika

Untuk mengetahui performa elektrokimia dari nanofiber PVA/silika yang dihasilkan, dilakukan uji performa elektrokimia berupa uji *electrolyte uptake, electrolyte retention*. Kapasitas *electrolyte uptake* dan *electrolyte retention* suatu separator akan mempengaruhi konduktivitas ionik separator yang selanjutnya berkaitan dengan performa elektrokimianya[22]. Hasil perhitungan *electrolyte uptake* untuk masing-masing variabel nanofiber ditampilkan dalam Tabel 4.4 dan Tabel 4.5.

Tabel 4. 4 Persentase *electrolyte uptake* separator nanofiber berbasis PVA/silika.

Rasio PVA:silika dalam nanofiber (%)	***Electrolyte uptake* (%)**
PVA:silika 15:1	151
PVA:silika 15:1,5	43
PVA:silika 15:2	107
PVA:silika 15:2,5	62
PVA:silika 15:3	57

Tabel 4. 5 Persentase *electrolyte uptake* separator nanofiber berbasis PVA/asam silikat.

Rasio PVA:asam silikat dalam nanofiber (%)	***Electrolyte uptake* (%)**
PVA:asam silikat 15:0,5	132
PVA:asam silikat 15:1	146

Dari Tabel 4.4 dapat dilihat bahwa persentase *electrolyte uptake* cenderung memiliki tren menurun seiring bertambahnya konsentrasi SiO_2 dalam nanofiber. Seperti dijelaskan sebelumnya, pada konsentrasi partikel silika lebih tinggi, kemungkinan terbentuk agregasi akan lebih besar. Hal ini dapat menyebabkan porositas nanofiber yang terbentuk berkurang, sehingga berpengaruh terhadap kemampuannya sebagai separator, seperti ditunjukkan pada tabel 4.4, dimana pada rasio konsentrasi PVA/silika 15:2 hingga 15:3 nanofiber yang terbentuk memiliki persentase *electrolyte uptake* lebih rendah dibanding rasio konsentrasi 15:1.

Bentuk komponen silika yang terdapat dalam nanofiber dapat mempengaruhi kemampuan nanofiber sebagai separator. Tabel 4.5 menunjukkan persentase *electrolyte uptake* untuk nanofiber PVA/asam silikat. Dapat dilihat bahwa meskipun larutan asam silikat memiliki lebih banyak ion dibanding larutan silika, hal ini juga menyebabkan kecenderungan agregasi molekul SiO_2 lebih kecil, sehingga porositas nanofiber yang terbentuk cenderung meningkat seiring penambahan konsentrasi asam silikat, dan memiliki persentase *electrolyte uptake* lebih besar. Pengaruh konsentrasi ion juga terdapat dalam variabel nanofiber PVA/silika, tetapi pengaruhnya terhadap porositas tidak sebesar pengaruh agregasi SiO_2 dalam nanofiber. Meski demikian, pada konsentrasi tertentu pengaruh konsentrasi ion dapat berpengaruh lebih besar terhadap nanofiber yang diperoleh dibanding faktor agregasi SiO_2. Hal ini dapat menjelaskan nilai *electrolyte uptake* pada nanofiber dengan variabel PVA:silika 15:2% yang relatif lebih besar dibandingkan dengan variabel setelahnya.

Sebagai perbandingan, disajikan data untuk nilai *electrolyte uptake* nanofiber PVA/silika hasil proses *electrospinning* yang telah dilakukan oleh Yanilmaz[22]. Untuk *electrolyte uptake* nanofiber PVA/silika diperoleh nilai sebesar 560% untuk variabel rasio PVA:silika 4:1, 610% untuk variabel rasio PVA:silika 2:1, dan 497% untuk variabel PVA tanpa kandungan silika. Dapat dilihat bahwa SiO_2 dapat meningkatkan porositas nanofiber yang dihasilkan yang dapat mempengaruhi nilai *electrolyte uptake* nanofiber yang dihasilkan. Terdapat beberapa perbedaan dalam penelitian yang dilakukan oleh Yanilmaz dibandingkan dengan penelitian ini, seperti berat molekul PVA yang digunakan (85.000-124.000),

konsentrasi PVA dalam larutan yang digunakan (16%), jenis sumber silika yang digunakan (*tetra ortho ethyl silicate*/TEOS, 20% dalam air), dan elektrolit yang digunakan dalam uji *electrolyte uptake*. Hasil perhitungan *electrolyte retention* untuk masing-masing variabel nanofiber dapat dilihat pada Tabel 4.6 dan Tabel 4.7.

Tabel 4. 6 Persentase *electrolyte retention* separator nanofiber berbasis PVA/silika.

Rasio PVA:silika dalam nanofiber (%)	***Electrolyte retention* (%)**
PVA:silika 15:1	60
PVA:silika 15:1,5	30
PVA:silika 15:2	52
PVA:silika 15:2,5	38
PVA:silika 15:3	36

Tabel 4. 7 Persentase *electrolyte retention* separator nanofiber berbasis PVA/asam silikat.

Rasio PVA:asam silikat dalam nanofiber (%)	***Electrolyte retention* (%)**
PVA:asam silikat 15:0,5	57
PVA:asam silikat 15:1	59

Persentase electrolyte retention berkaitan dengan electrolyte uptake dan menunjukkan kemampuan nanofiber sebagai separator. Dari Tabel 4.6 dan 4.7 dapat dilihat untuk masing-masing variabel menunjukkan tren hasil yang sama dengan persentase *electrolyte uptake* yang diperoleh. Dimana untuk variabel PVA/silika, nilai *electrolyte retention* yang diperoleh memiliki kecenderungan untuk menurun seiring peningkatan konsentrasi silika yang digunakan. Hal ini disebabkan oleh kecenderungan agregasi yang lebih besar seperti telah dijelaskan sebelumnya.

Porositas separator juga merupakan salah satu parameter yang dapat menunjukkan performa superkapasitor. Nilai porositas yang tinggi memudahkan transportasi ion antar elektroda dan meningkatkan performa superkapasitor[22], dan ketebalan separator yang rendah adalah salah satu kriteria untuk memperoleh

superkapasitor yang kompetitif[14]. Ketebalan nanofiber dan porositas untuk masing-masing variabel ditampilkan dalam Tabel 4.8 dan 4.9.

Tabel 4. 8 Ketebalan dan porositas nanofiber berbasis PVA/silika.

Rasio PVA:silika dalam nanofiber (%)	**Ketebalan nanofiber (µm)**	**Porositas (%)**
PVA:silika 15:1	20	91,05
PVA:silika 15:1,5	20	0,57
PVA:silika 15:2	20	23,25
PVA:silika 15:2,5	20	1,28
PVA:silika 15:3	20	0,46

Tabel 4. 9 Ketebalan dan porositas nanofiber berbasis PVA/asam silikat.

Rasio PVA:asam silikat dalam nanofiber (%)	**Ketebalan nanofiber (µm)**	**Porositas (%)**
PVA:asam silikat 15:0,5	24	15,68
PVA:asam silikat 15:1	24	49,11

Dari Tabel 4.8 dan 4.9 dapat dilihat bahwa porositas suatu separator berbanding lurus terhadap nilai *electrolyte uptake* dan *electrolyte retention* separator tersebut. Untuk variabel PVA/silika, diperoleh tren penurunan porositas nanofiber yang diperoleh seiring peningkatan konsentrasi silika, dimana kecenderungan agregasi silika yang lebih besar pada konsentrasi yang lebih tinggi akan menurunkan pori-pori yang terbentuk pada produk nanofiber, sehingga menyebabkan penurunan porositas nanofiber yang berpengaruh terhadap kinerjanya sebagai separator dalam superkapasitor. Sebagai perbandingan, data untuk porositas nanofiber PVA/silika yang diperoleh oleh Yanilmaz[22] adalah 74% untuk variabel rasio PVA/silika 4:1, dan 80% untuk variabel PVA/silika 2:1.

Ketebalan separator juga adalah salah satu parameter untuk performa superkapasitor. Dimana ketebalan sebesar 25 µm (0,025mm) adalah nilai yang baik untuk superkapasitor[14]. Dari tabel 4.8 dan 4.9 dapat dilihat bahwa kedua jenis variabel silika (sol dan asam silikat) memiliki ketebalan yang lebih kecil, dengan nanofiber PVA/silika yang dihasilkan lebih tipis dibanding nanofiber dengan variabel PVA/asam silikat. Dan dikombinasikan dengan nilai porositas yang tinggi

maka nanofiber PVA/silika memiliki potensi sebagai bahan alternatif untuk separator dalam superkapasitor.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Nanofiber komposit PVA/SiO_2 dapat dibentuk dengan sumber silika dari natrium silikat (*waterglass*). Nanofiber yang terbentuk memiliki diameter rata-rata ~334 nm untuk PVA/silika konsentrasi 15%:1%, ~250 nm untuk PVA/silika konsentrasi 15%;2%, ~207 nm untuk PVA/asam silikat dengan konsentrasi 15%:0,5%, dan ~328 nm untuk PVA/asam silikat konsentrasi 15%:1%. Konsentrasi dan bentuk nanopartikel silika yang digunakan (SiO_2/asam silikat) memiliki pengaruh terhadap larutan yang dihasilkan dan lembaran nanofiber yang terbentuk setelah proses *electrospinning*. Konsentrasi partikel silika juga memiliki pengaruh terhadap nilai porositas, ketebalan nanofiber yang dihasilkan, nilai *electrolyte uptake* dan *electrolyte retention* nanofiber, yang berpengaruh terhadap kemampuannya sebagai separator pada rangkaian superkapasitor.

5.2 Saran

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya adalah dilakukan analisa performa elektrokimia lebih lanjut terhadap nanofiber PVA/silika hasil proses *electrospinning.* Analisa seperti CV, EIS, dan pengukuran konduktivitas ionik nanofiber dapat dilakukan untuk mengetahui performa nanofiber sebagai komponen separator dalam superkapasitor. Analisa terhadap komposisi nanofiber dapat dilakukan dengan metode tambahan seperti FTIR dan XRD. Dapat juga dilakukan sintesis nanofiber dengan variabel PVA/silika tertentu dalam kondisi proses *electrospinning* yang lebih optimal sehingga diperoleh nanofiber dengan performa lebih baik. Dan dapat juga dilakukan sintesis nanofiber dengan bahan komponen polimer karbon lain yang digabungkan dengan silika/asam silikat dari natrium silikat.

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

[1] A. González, E. Goikolea, J. A. Barrena, and R. Mysyk, "Review on supercapacitors: Technologies and materials," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 58, pp. 1189–1206, 2016.

[2] K. Liivand, T. Thomberg, A. Jänes, and E. Lust, "Separator Materials Influence on Supercapacitors Performance in Viscous Electrolytes," *ECS Trans.*, vol. 64, no. 20, pp. 41–49, 2015.

[3] N. S. M. Nor *et al.*, "Nanoporous separators for supercapacitor using activated carbon monolith electrode from oil palm empty fruit bunches," *AIP Conf. Proc.*, vol. 1586, no. February, pp. 68–73, 2014.

[4] H. Yu *et al.*, "Using eggshell membrane as a separator in supercapacitor," *J. Power Sources*, vol. 206, pp. 463–468, 2012.

[5] H. Zou, S. Wu, and J. Shen, "Polymer/Silica Nanocomposites: Preparation, characterization, propertles, and applications," *Chem. Rev.*, vol. 108, no. 9, pp. 3893–3957, 2008.

[6] T. Pirzada, S. A. Arvidson, C. D. Saquing, S. S. Shah, and S. A. Khan, "Hybrid Silica − PVA Nanofibers via Sol − Gel Electrospinning," 2012.

[7] L. Ji and X. Zhang, "Ultrafine polyacrylonitrile/silica composite fibers via electrospinning," *Mater. Lett.*, vol. 62, no. 14, pp. 2161–2164, 2008.

[8] S. Ramakrishna, K. Fujihara, W. Teo, T. Lim, and Z. Ma, *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*. 2005.

[9] M. J. Uddin, P. K. Alaboina, L. Zhang, and S. J. Cho, "A low-cost, environment-friendly lignin-polyvinyl alcohol nanofiber separator using a water-based method for safer and faster lithium-ion batteries," *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.*, vol. 223, pp. 84–90, 2017.

[10] J. S. Lee *et al.*, "Role of molecular weight of atactic poly(vinyl alcohol)

(PVA) in the structure and properties of PVA nanofabric prepared by electrospinning," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 93, no. 4, pp. 1638–1646, 2004.

[11] L. Zhao *et al.*, "Fabrication and wettability of colloidal layered double hydroxide-containing pva electrospun nanofibrous mats," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 49, no. 12, pp. 5610–5615, 2010.

[12] A. Freyer and N. O. Savage, "Electrospun silica nanofiber mats: Effects of sol viscosity and application to thin layer chromatography," *ACS Symp. Ser.*, vol. 1183, pp. 139–150, 2014.

[13] B. Szubzda, A. Szmaja, M. Ozimek, and S. Mazurkiewicz, "Polymer membranes as separators for supercapacitors," *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.*, vol. 117, no. 4, pp. 1801–1809, 2014.

[14] A. Schneuwly and R. Gallay, "Properties and applications of supercapacitors From the state-of-the-art to future trends," *Proceeding PCIM 2000*, pp. 1–10, 2000.

[15] D. H. Reneker, A. L. Yarin, H. Fong, and S. Koombhongse, "Bending instability of electrically charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning," *J. Appl. Phys.*, vol. 87, no. 9 I, pp. 4531–4547, 2000.

[16] S. Saxena, "Chemical and technical assessment (CTA) 61st JECFA - Polyvinyl alcohol (PVA)," *Chem. Tech. Assess.*, vol. 1, no. 3, pp. 1–3, 2004.

[17] R. F. Teguh Budi Prasetyo, Irwan Darfis, "PENGARUH PEMBERIAN ABU SEKAM SEBAGAI SUMBER SILIKA (SI) BAGI PERTUMBUHAN DAN PRODUKSI TANAMAN PADI (Oriza sativa l.)," vol. V, no. 1, pp. 43–49, 2008.

[18] J. L. Gurav, I. K. Jung, H. H. Park, E. S. Kang, and D. Y. Nadargi, "Silica aerogel: Synthesis and applications," *J. Nanomater.*, vol. 2010, 2010.

[19] Z. M. Huang, Y. Z. Zhang, M. Kotaki, and S. Ramakrishna, "A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in

nanocomposites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 15, pp. 2223–2253, 2003.

[20] J. Zeng, "Non-Linear electrohydrodynamics in microfluidic devices," *Int. J. Mol. Sci.*, vol. 12, no. 3, pp. 1633–1649, 2011.

[21] J. J. Feng, "The stretching of an electrified non-Newtonian jet: A model for electrospinning," *Phys. Fluids*, vol. 14, no. 11, pp. 3912–3926, 2002.

[22] M. Yanilmaz, "Evaluation of electrospun PVA / SiO 2 nanofiber separator membranes for lithium-ion batteries," *J. Text. Inst.*, vol. 0, no. 0, pp. 1–6, 2019.

Halaman ini sengaja dikosongkan

RIWAYAT PENULIS

Muhamad Nirwan, dilahirkan di Kota Malang pada 11 Juni 1994 dan merupakan anak pertama dari 2 bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal sejak tahun 2000 di SD Kartika IV-7, SMP Negeri 5 Malang, dan SMA Negeri 1 Malang. Setelah lulus dari SMA, penulis meneruskan pendidikan S-1 di Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Brawijaya, Malang pada tahun 2012 dan lulus pada tahun 2017 dan kemudian melanjutkan pendidikan S-2 di Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Untuk menyelesaikan Tugas Akhir, sebagai syarat kelulusan jenjang S-2 dengan program studi teknologi proses di Laborarium Elektrokimia dan Korosi di bawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng dan Ibu Dr. Widiyastuti, S.T, M.T. Sedangkan bidang yang dipilih oleh penulis adalah sintesa nanofiber komposit PVA/silika dengan metode *electrospinning* sebagai material separator dalam superkapasitor. Penulis dapat dihubungi melalui email di : nirwanmuhamad28@yahoo.com