

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 yaitu 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 α -PVDF. Semakin tinggi konsentrasi PDMS mengakibatkan penurunan dimensi porositas dan meningkatkan kerapatan porositasnya, dengan dimensi pori terkecil sebesar 1,71 μm dan kerapatan pori sebesar $4,07 \times 10^{11}$ count/m² pada perbandingan 7:3. Pada perbandingan komposisi 7:3 mempunyai nilai konduktivitas listrik sebesar $3,45 \times 10^{-4}$ 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 Arifin
Student Identity : 1110 100 029
Advisor : 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 α -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 μm and pore density was 4.07×10^{11} count/ m^2 in the ratio 7:3. In the ratio of composition 7:3, the value of the electrical conductivity was 3.45×10^{-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.

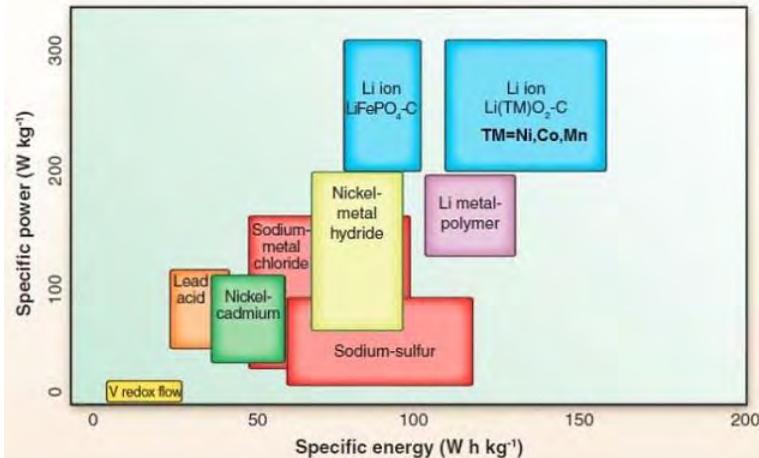
Keywords: PVDF/PDMS, separator, composites, pore, resistance and conductivity.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

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 penyimpan energi dan sistem transportasi berbasis energi listrik (I. Kokal, 2012).

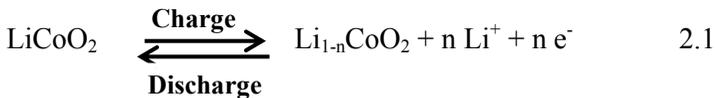


Gambar 2.1 Plot grafik antara daya dan energi spesifik untuk perbedaan baterai yang dapat diisi ulang (Min Yang, 2012)

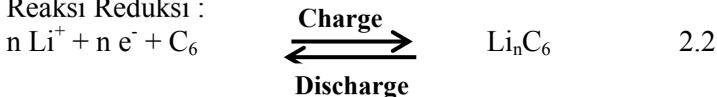
Baterai ion lithium konvensional terdiri dari elektroda negative berbahan dasar karbon, elektroda positif berbasis logam transisi dan separator yang dapat berfungsi sebagai elektrolit mengandung garam Lithium dalam larutan organik. Elektrolit tersebut berfungsi untuk transport ion antara dua elektroda 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_2 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 :

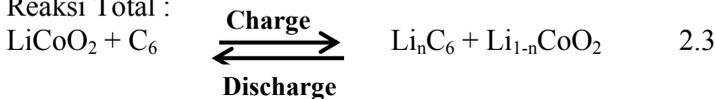


Reaksi Reduksi :



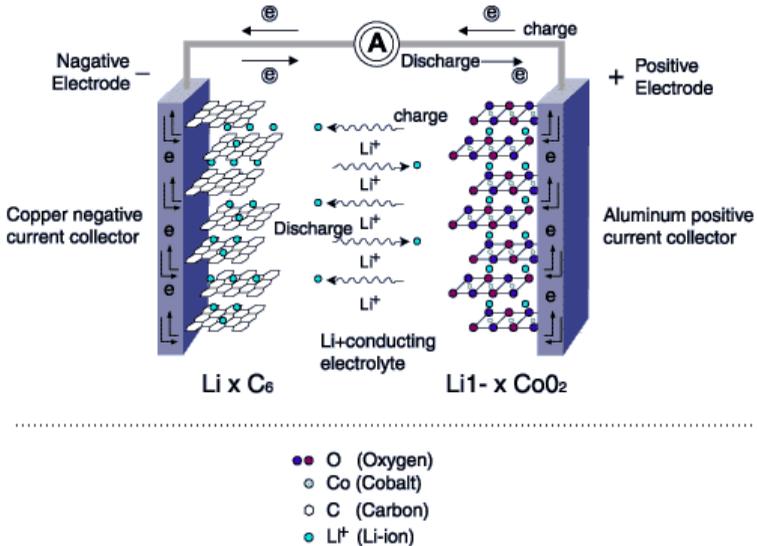
hasil dari reaksi diatas adalah

Reaksi Total :



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 LiCoO_2 atau $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$. 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.gaston-lithium.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).

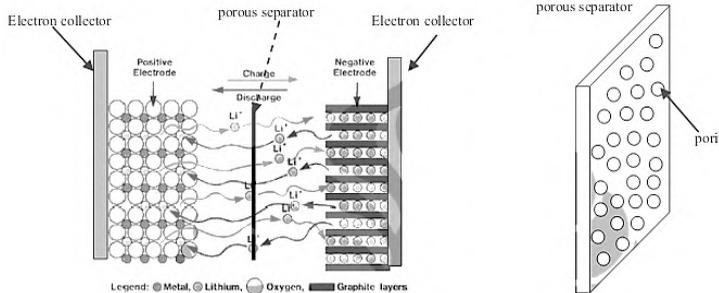
Secara spesifik, separator harus mempunyai nilai resistansi ion sebesar nol, nyatanya resistansi ion yang rendah dapat diperoleh dengan porositas yang tinggi (Xiaosong Huang, 2012). Separator umumnya terdiri dari membrane polimer dan membentuk lapisan mikropori. Dimensi dari pori-pori sangat penting 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 menyebabkan 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).

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

| 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 (%) | ~ 40 | - |
| Kekuatan bocor (g/mil) | >300 | - |
| Integritas leleh ($^{\circ}\text{C}$) | >150 | - |
| Stabilitas Kimia | Waktu cukup lama | - |
| Stabilitas Panas | < 5% penyusutan | - |
| Kekuatan regang | < 2% | - |
| Kemiringan | < 2 | - |

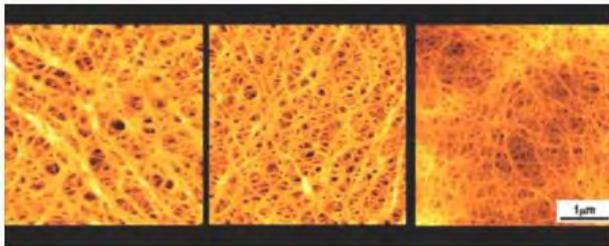
Sumber : Min Yang, 2012

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 bahan poliolefin semikristalin, seperti 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).

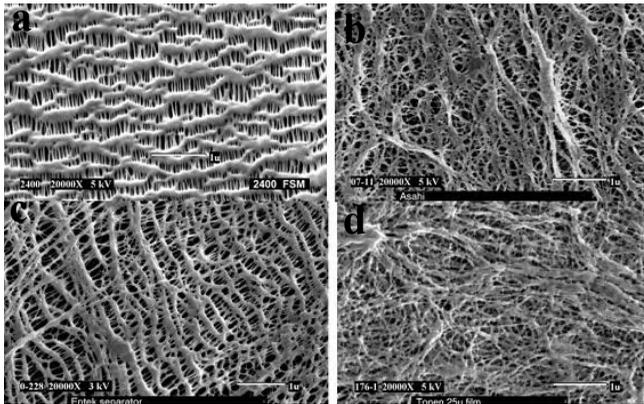
Tabel 2.2 menunjukkan beberapa separator komersial dari membrane polyolefin mikropori dari 5 produsen utama. Gambar 2.5 menunjukkan hasil SEM dari beberapa separator komersial. Hal yang paling menarik dari separator ini yaitu fungsinya sebagai sekering, yang mana sangat penting untuk perlindungan dari 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 resistansi ion rendah, dan menghasilkan proses pengisian/pengosongan yang baik pada baterai. Berbeda dengan material woven, serat dalam material non-woven terdistribusi secara acak dan tidak terjadi orientasi strukturmikro. Dibandingkan dengan membrane mikropori, lapisan non-woven mempunyai porositas tinggi dan berat rendah. Struktur serat menjadi keuntungan utama dari 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. Kecenderungan penetrasi partikel melalui separator dan pembentukan dendrit selama pengisian yang berlebihan sangat tinggi pada sistem ion Lithium. Oleh sebab itu, 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).

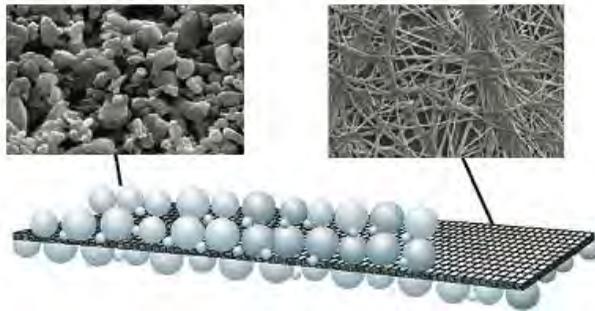
Tabel 2.3 Fabrikasi lapisan nonwoven

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

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 tereftalate) (PET). Partikel oksida diperoleh dengan hidrolisis precursor dan suspensi binder anorganik, dan kemudian suspensi dilapisi non-woven pori PET. Setelah itu PET dikeringkan pada temperature 200^oC. Dengan menggunakan metode ini, sebuah separator mempunyai ukuran pori kecil, permeabilitas udara dan stabilitas dimensi tinggi (Min Yang, 2012).

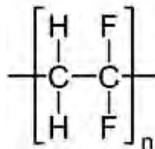


Gambar 2.6 Skema dan hasil SEM separator komposit Degussa (Min Yang, 2012).

2.3 Polivinil difluoride (PVDF)

2.3.1 Karakteristik PVDF

Polivinil difluoride (PVDF) memiliki komposisi kimia $(\text{CH}_2\text{-CF}_2)_n$ 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 difluoride (Kevin Lhoste, 2012). Saat ini, PVDF sedang dikembangkan sebagai separator pada baterai ion Lithium (Hao Li, 2011).



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

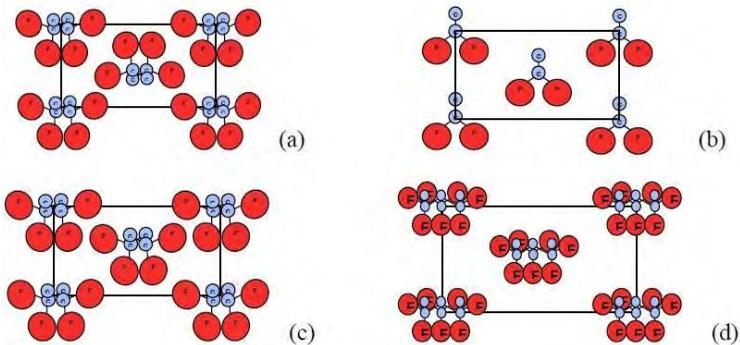
Polivinil difluorida (PVDF) mempunyai temperature transisi glass (T_g) sebesar -35°C dan biasanya 50-60% kristalin. Berat molekul PVDF berkisar antara 60 dan 70 kg/mol. Berdasarkan pada penyesuaian rantai, PVDF menunjukkan sifat yang berbeda. Ketika terjadi peregangan mekanik, rantai molekul PVDF dapat terorientasi dan terkutub dibawah tegangan. Pengkutuban PVDF adalah polimer feroelektrik, menunjukkan sifat pizelektrik 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 yang 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° dan 170°C)
- Temperature proses lama (185° - 250°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°C)

2.3.2 Fasa PVDF

Polivinil difluorida (PVDF) mempunyai fase kristalin utama yaitu α , β , γ , dan δ yang bergantung pada penyesuaian

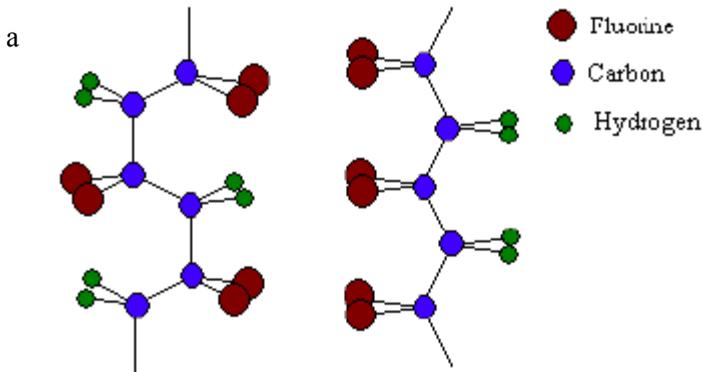
molekul. Menurut Lau Hing Man, rotasi ikatan ideal pada fasa α adalah $T = 180^\circ$ dan $G = 60^\circ$. Struktur TGTG dari fasa α ditunjukkan pada Gambar 2.8 dengan ikatan rotasi $T = 179^\circ$ dan $G = 45^\circ$. Fasa α terbentuk ketika terjadi proses pelelehan kristalisasi pada temperatur dibawah 160° . Fasa β dengan grup $-CF_2$ berputar ke samping sebanyak 7° dengan arah yang jauh berbeda dari planar zigzag untuk menampung atom flourine. Fasa δ dibentuk oleh medan listrik lanjutan dalam fasa alpha. Fasa γ mempunyai sudut rotasi sebesar $T = 170^\circ$ dan $G = 52^\circ$ (Lau Hing Man et al, 2012).



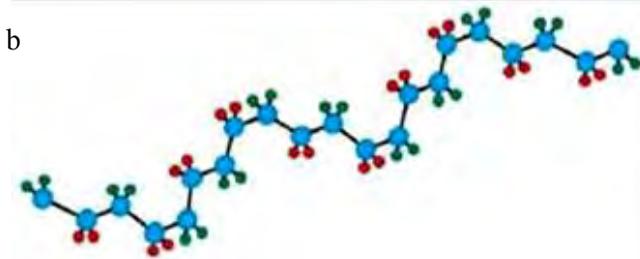
Gambar 2.8 Empat fasa kristal PVDF a) Fasa alpha b) Fasa beta c) Fasa delta d) Fasa gamma (Lau Hing Man et al, 2012).

Fasa α -PVDF mempunyai struktur fasa trans-gauche-trans-gauche (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° atau -60° 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 β -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 β -PVDF menggerakkan atom fluorin di sepanjang carbon black bone. Struktur ini mengikuti densitas dan mengurangi tegangan antar molekul mengikuti perpindahan rantai terbesar (Daniel et al, 2002).



Sumber : Daniel et al, 2002



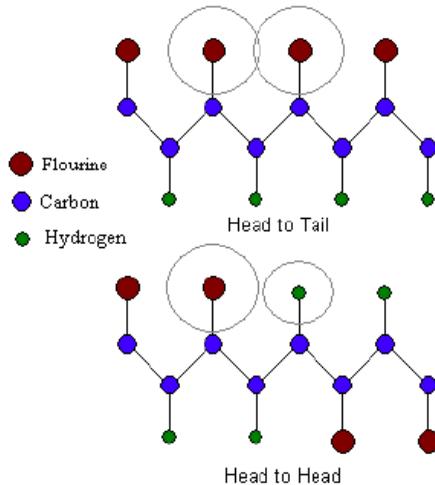
Sumber : P. Martins et al, 2013

Gambar 2.9 Struktur fasa PVDF a) α -PVDF TGTG (kiri) dan struktur β -PVDF planar zigzag (kanan) b) γ -PVDF

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

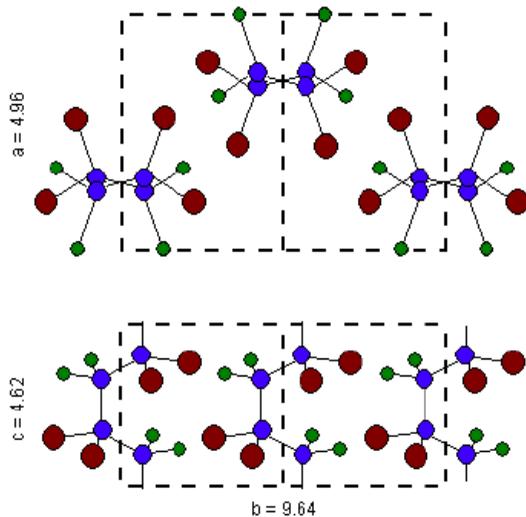
Karena gaya van der Waals antar atom disepanjang *carbon backbone* dan antara molekul polimer, fasa β merupakan intermolekular dan fasa α merupakan intramolekular. Gaya van der Waals berpengaruh pada struktur PVDF dan membuat *trans-gauche-trans-gauche* pada fasa α lebih stabil karena jumlah jarak antar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

Jumlah monomer *head-to-head* atau *tail-to-tail* disepanjang backbone menentukan bagaimana fasa β terbentuk secara mudah. Cacat pada rantai karbon memberikan jarak berlebih antar atom flourine dan membuat fasa β 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 α ortorombik dengan dimensi $a = 4.96$, $b = 9.64$, dan 4.62 \AA dan mempunyai densitas 1.92 g/cm^3 . Fasa β juga mempunyai unit sel ortorombik dengan konstanta kisi $a = 8.45$, $b = 4.88$, $c = 2.55 \text{ \AA}$ dan mempunyai densitas 1.8 g/cm^3 . Dimensi unit sel dari fasa γ dan δ mirip dengan fasa α , dan struktur dari fasa γ dan δ adalah semi-helikal. Gambar 2.11 merupakan ilustrasi konfigurasi unit sel untuk fasa α dan β dan Tabel 2.1 merupakan dimensi unit sel dan space groups untuk empat fasa PVDF (Daniel et al, 2002).

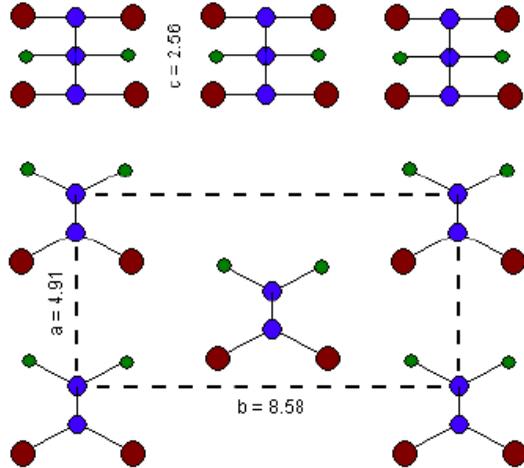


Gambar 2.11 Struktur unit sel dari fasa α -PVDF (Daniel, 2002)

Tabel 2.4 Dimensi unit sel untuk struktur kristal PVDF

| Jenis Fasa | Space Group | a (Å) | b (Å) | c (Å) |
|------------|------------------------|-------|-------|-------|
| α | $P2_1/C$ | 5,02 | 9,63 | 4,62 |
| β | C_m2_m | 8,58 | 4,91 | 2,56 |
| γ | $C_2C_m, \beta = 90^0$ | 4,97 | 9,66 | 9,18 |
| | $C_cC_m, \beta = 90^0$ | 4,96 | 9,58 | 9,23 |
| δ | P_{2cn} | 4,96 | 9,64 | 4,62 |

Sumber : (Daniel et al, 2002)



Gambar 2.12 Struktur unit sel dari fasa β -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 β sedangkan penguapan pelarut yang cepat akan menghasilkan fasa α . 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

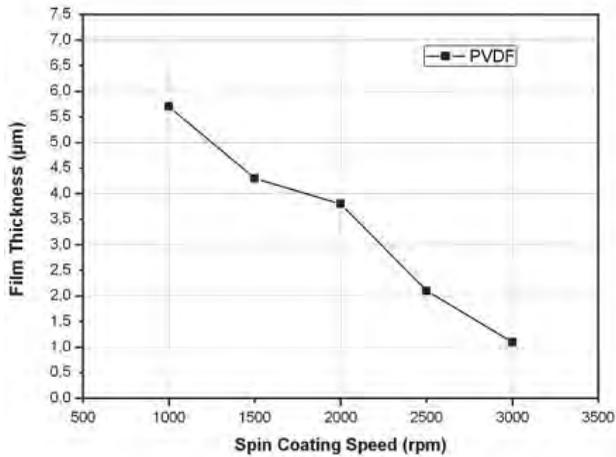
menguap selama proses spin coating. Missal, 10% PVDF dilarutkan dalam campuran DMF dan aseton (4:5 wgt). Dalam proses spin coating terdiri dari 2 tahap yaitu kecepatan rendah (500 rpm) diputar selama 10 detik dan kecepatan tinggi (1000-4000 rpm) diputar selama 30 detik. Gambar 2.9 menunjukkan ketebalan lapisan sebagai fungsi dari kecepatan (Kevin Lhoste, 2012).

Tabel 2.5 Macam – macam pelarut PVDF

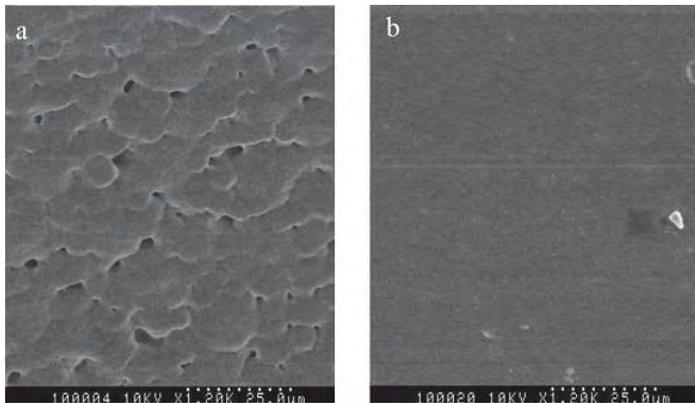
| Pelarut | Titik Didih (⁰C) | Titik Nyala (⁰C) |
|---------------------------------|--|--|
| Dimetil Formamide (DMF) | 153 | 67 |
| Dimetil Acetamide (DMAc) | 166 | 70 |
| Tetrametil Urea | 177 | 65 |
| Dimetil Sulfoxide (DMSO) | 189 | 35 |
| Trietil Phosphate | 215 | 116 |
| N-Metil-2-Pirrolidon | 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 (< 60⁰C), kristal PVDF dapat terbentuk, menunjukkan ketebalan lapisan tidak homogen (Gambar 2.14 a). Jika penguapan pelarut tinggi (110⁰C), pembentukan kristal PVDF tidak terbentuk dan ketebalan lapisan lebih homogen (Gambar 2.14 b) (Kevin Lhoste, 2012).



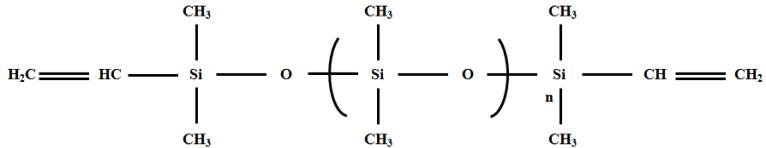
Gambar 2.13 Ketebalan lapisan PVDF sebagai fungsi kecepatan putar spin coating (Kevin Lhoste, 2012)



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)

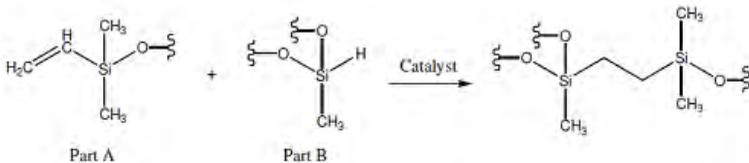
2.4 Poli (dimetilsiloksan) (PDMS)

Poli (dimetilsiloksan) (PDMS) adalah polimer dengan ikatan silicon oksigen (siloksan) yang memiliki dua gugus metil (CH_3). Struktur dari PDMS seperti pada Gambar dibawah ini.

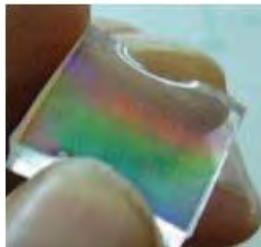


Gambar 2.15 Struktur PDMS

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 pematatan 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 2.16 Crosslinking dari PDMS (Kevin Lhoste, 2012)



Gambar 2.17 Balok PDMS (Kevin Lhoste, 2012)

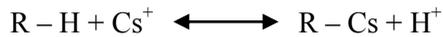
Poli (dimetilsiloksan) adalah material yang sangat menarik sejak diketahui bahwa PDMS memiliki sifat kombinasi unik yang tidak ditemukan pada material lain. Sifat – sifat tersebut seperti temperature transisi glass yang rendah (-120°C), fleksibilitas rantai yang sangat tinggi, oksidatif yang baik, stabilitas 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 ($M_n = 500.000$). Karena volume PDMS yang sangat besar, kerapatan energi kohesi menjadi rendah sehingga 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 organik 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:



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 strukturnya, 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 ionik 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 difluorida (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 litium dilarutkan dalam N,N – dimethyl acetamide (DMAc) dan ditambahkan gliserol serta PDMS diputar selama 6 jam pada suhu 70⁰C 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 porous. Tujuan dari proses ini yaitu untuk menghilangkan gliserol, pelarut, dan zat aditif. Lapisan tipis yang telah direndam, di keringkan dalam keadaan vakum pada suhu 40⁰C selama 24 jam.

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

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

dengan :

$P\%$ = Porositas membran (%)

M_b = Massa membran setelah direndam dalam butanol (gr)

M_m = Massa membran (gr)

ρ_b = Densitas n-butanol (0,809 – 0,812 gr/mL)

ρ_m = Densitas membran (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

ρ_{PVDF} = Densitas PVDF (1,74 gr/mL)

ρ_{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 ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$).



Gambar 3.1 Seperangkat peralatan Uji XRD

Pengukuran XRD dimulai dari sudut 15° – 60° . Proses identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data dengan referensi 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.

$$Wa = \frac{I_{am}}{I_{tot}} \times 100\% \dots \dots \dots 3.2$$

dengan :

$$I_{am} = I_{tertinggi\ PVDF} - I_{PVDF/PDMS}$$

$$I_{total} = I_{total\ PVDF}$$

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 terdeteksi 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

$$n_p = \frac{V_b}{V_p} \dots\dots\dots 3.3$$

dengan :

$$V_b = \frac{m_b - m_k}{\rho_b}$$

$$V_p = \pi \frac{d^2}{4} \times t$$

dengan :

- V_b = Volume butanol (mL)
- V_p = Volume pori (mL)
- n_p = Jumlah pori
- ρ_b = Densitas butanol (0,809 gr/mL)
- m_b = massa membran yang telah diserap butanol
- m_k = massa membran sebelum diserap butanol

b. Kerapatan pori

$$\text{Luas membran} = \frac{V_m}{t} \dots\dots\dots 3.4$$

dengan :

$$V_m = \frac{m_m}{\rho_m}$$

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

$$\text{Kerapatan pori} = \frac{\rho_{PVDF} n_p}{\text{Luas membran}} \dots\dots\dots 3.5$$

dengan :

- V_m = Volume membran (mL)
- m_m = Massa membran (gr)
- n_p = Jumlah pori
- t = Tebal membran (μm)
- ρ_m = Densitas membran (gr/mL)
- V_{PVDF} =Fraksi perbandingan PVDF yaitu 7/10, 8/10, 9/10, 10/10
- ρ_{PVDF} = Densitas PVDF (1,74 gr/mL)
- ρ_{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 absorpsi 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 diabsorpsi 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^{-1} . Daerah ini merupakan daerah inframerah tengah. Pengujian Spektroskopi FTIR dilakukan di Laboratorium Teknik Material ITS Surabaya pada range bilangan gelombang 500 – 4000 cm^{-1} .



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

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

menghubungkan antara kerapatan arus, J dan medan listrik, ε , dimana σ adalah konduktivitas, kebalikan dari resistivitas ρ . Misalnya arus I pada sebuah sampel bahan ionik dengan penampang tetap A (m^2) 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^2), dan medan listrik ε adalah V/L (V/m) persamaan 3.3, direduksi menjadi:

$$\frac{I}{A} = \frac{1}{\rho} \times \frac{V}{L} \dots \dots \dots 3.7$$

Tahanan R dari bahan diberikan sebagai $R = V/I$ maka :

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

atau

$$\rho = R \frac{A}{L} \dots \dots \dots 3.8$$

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

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

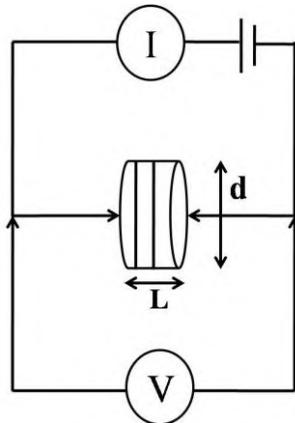
dengan :

σ = Konduktivitas sampel (S/cm atau $1/\Omega\text{m}$)

G = Konduktansi (S)

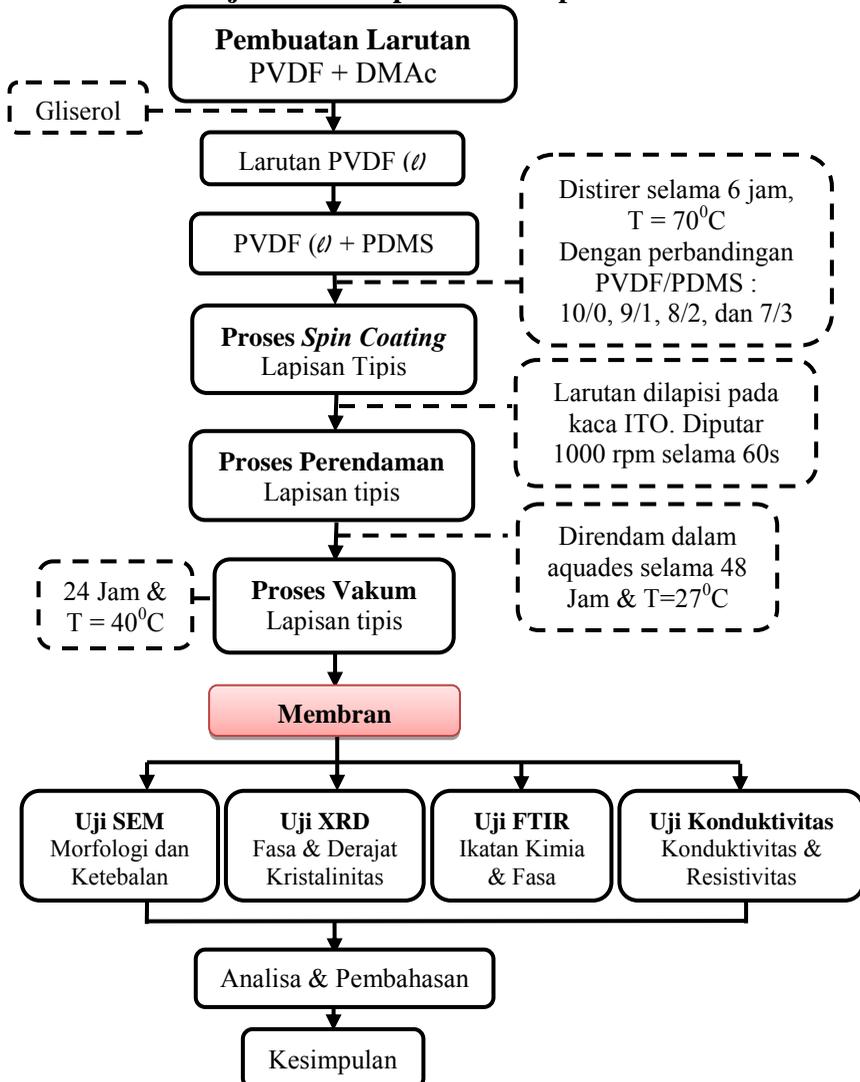
A = luas permukaan sampel (cm^2)

L = tebal sampel (cm)



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

3.3 Skema Kerja Sintesis Separator Komposit PVDF/PDMS



Gambar 3.6 Skema kerja pembuatan separator komposit PVDF/PDMS

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Separator komposit PVDF/PDMS

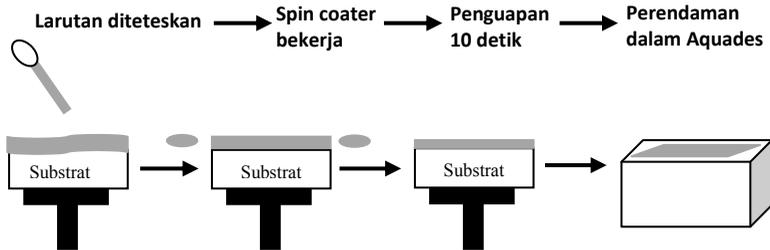
Pembuatan polimer PVDF/PDMS sebagai separator pada baterai ion lithium dilakukan dengan menggunakan metode pencampuran (*blending*). Metode *blending* merupakan metode sederhana untuk memodifikasi matriks polimer. Beberapa polimer seperti polietilen oksida (PEO), poliakrilonitril (PAN), poli (dimetilsiloksan) (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 meningkatkan porositas. 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 10:0. Variasi penambahan PDMS ini bertujuan untuk menurunkan derajat kristalinitas dari PVDF karena PVDF mempunyai derajat kristalinitas yang sangat tinggi.

Proses pencampuran dilakukan pada suhu 70^oC selama 8 jam untuk membentuk larutan homogen dengan kecepatan putar pengaduk 250 rpm. Lama proses *blending* mempengaruhi produk hasil pemrosesan. 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 selama 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°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 $3000\times$ untuk morfologi pori dan $2000\times$ untuk ketebalan membran.

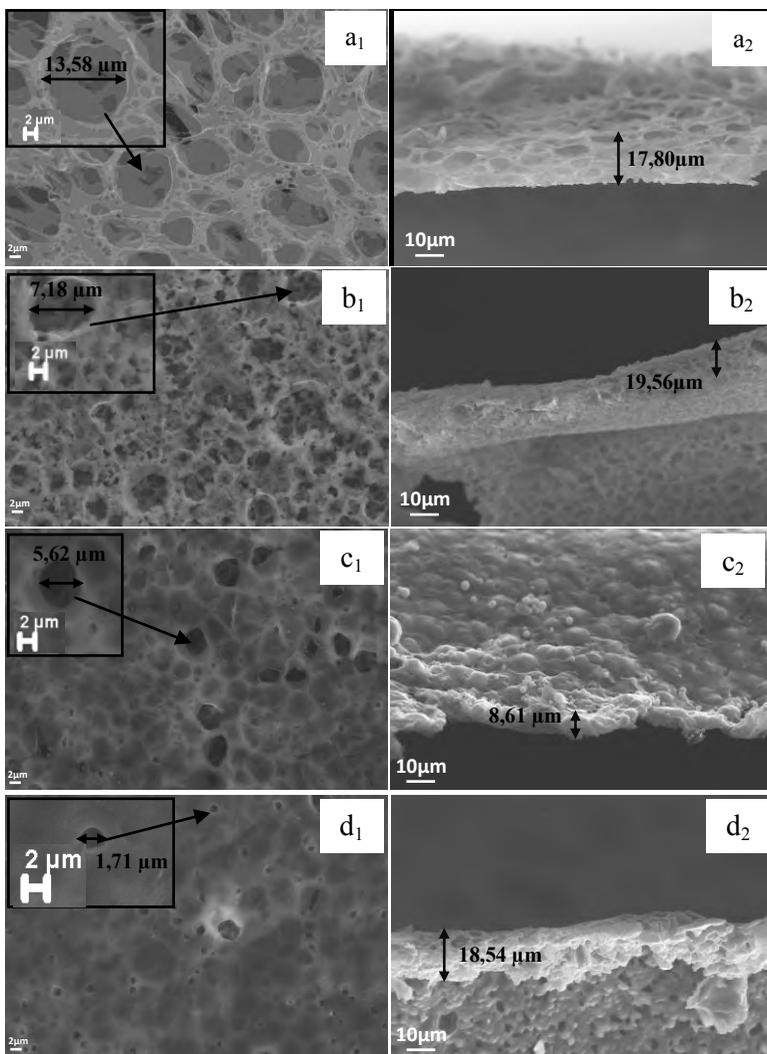
4.2.1. Pengaruh Penambahan PDMS Terhadap Ukuran Pori dan Jumlah Pori

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 $1,46\mu\text{m}$ – $15,56\mu\text{m}$. Pada perbandingan PVDF/PDMS 9:1 pori-pori tidak begitu terlihat, banyak bagian yang terlihat

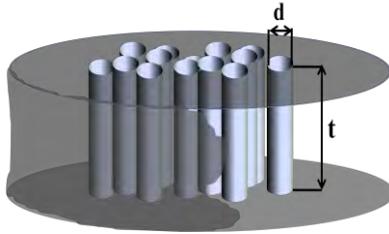
menggumpal dan ukuran pori-pori yang terbentuk jauh lebih kecil. Ukuran pori-pori pada perbandingan ini mempunyai rentang ukuran $1,46\mu\text{m}$ – $9,56\mu\text{m}$. Pada perbandingan ini, dengan penambahan konsentrasi PDMS, terlihat ukuran pori-pori mulai mengecil. Reduksi ukuran pori akibat penambahan 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 pepadatan terjadi pengecilan ukuran pori. Perbandingan PVDF/PDMS 7:3 dan 8:2 menunjukkan struktur yang 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 $1,27\mu\text{m}$ – $7,10\mu\text{m}$. Pada perbandingan PVDF/PDMS 7:3, ukuran pori yang terbentuk jauh lebih kecil dibandingkan perbandingan lainnya. Ukuran pori-pori pada perbandingan ini mempunyai rentang $1,13\mu\text{m}$ – $2,33\mu\text{m}$. Dapat disimpulkan bahwa penambahan PDMS dan pengurangan PVDF dapat mengurangi ukuran pori.

Ukuran pori setiap perbandingan PVDF/PDMS yaitu mempunyai diameter rata-rata sebesar $13,58\mu\text{m}$, $7,18\mu\text{m}$, $5,62\mu\text{m}$, $1,71\mu\text{m}$ 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.



d = diameter pori (μm)

t = tebal lapisan (μm)

Gambar 4.4 Ilustrasi bentuk pori terbuka

Tabel 4.1 Jumlah pori separator komposit PVDF/PDMS

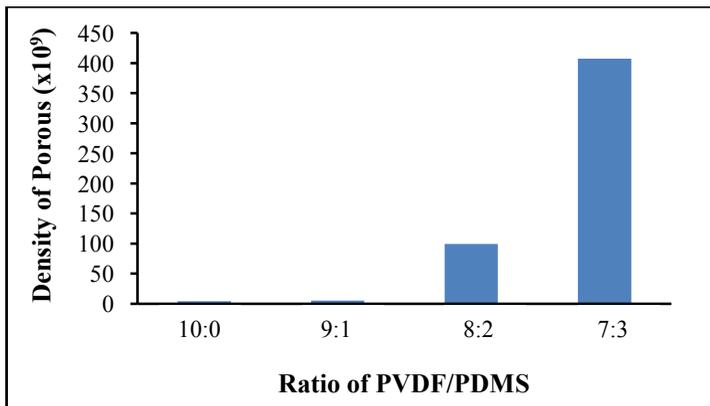
| Perbandingan PVDF/PDMS | Tebal Lapisan (μm) | Volume Pori (m^3) | Volume Butanol (m^3) | Jumlah pori (count) |
|------------------------|---------------------------------|------------------------------|---------------------------------|---------------------|
| 10:0 | 17,80 | $2,57 \times 10^{-15}$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

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.

Kerapatan pori pada perbandingan PVDF/PDMS 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^2) | Kerapatan Pori (m^{-2}) |
|------------------------|--------------------|-------------------------------|------------------------------------|
| 10:0 | $1,44 \times 10^5$ | $3,23 \times 10^{-5}$ | $4,47 \times 10^9$ |
| 9:1 | $3,13 \times 10^5$ | $6,16 \times 10^{-5}$ | $5,08 \times 10^9$ |
| 8:2 | $2,90 \times 10^6$ | $2,92 \times 10^{-5}$ | $9,90 \times 10^{10}$ |
| 7:3 | $5,82 \times 10^6$ | $1,43 \times 10^{-5}$ | $4,07 \times 10^{11}$ |



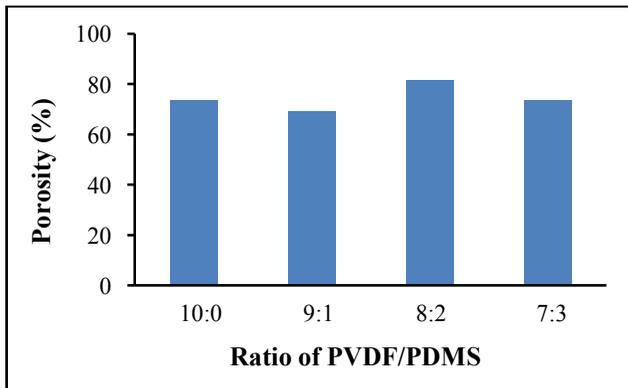
Gambar 4.5 Grafik hubungan perbandingan PVDF/PDMS terhadap Kerapatan Pori

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 4.3 Prosentase porositas separator komposit PVDF/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 |



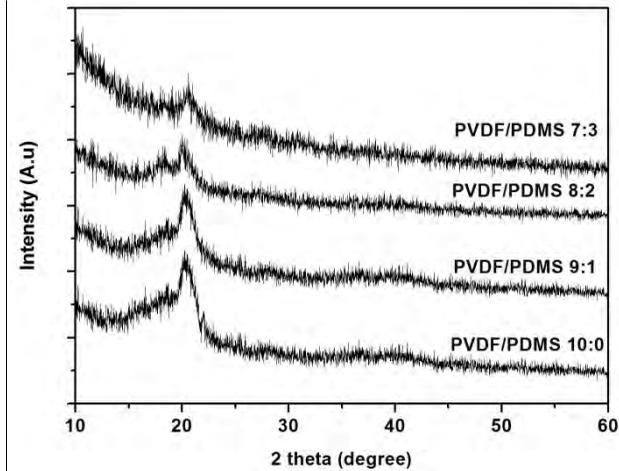
Gambar 4.6 Grafik hubungan perbandingan PVDF/PDMS terhadap prosentase porositas

4.3 Analisa Fasa dan Derajat Kristalinitas dengan Difraksi Sinar-X

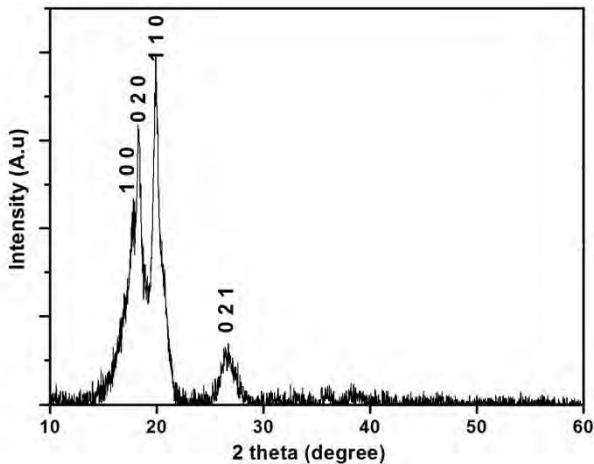
Untuk mengidentifikasi fasa yang terdapat pada sampel dengan perbandingan komposisi maka dilakukan karakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Pengujian dilakukan dengan difraksi sinar-X pada rentang sudut pendek yaitu 15° - 60° dan menggunakan panjang gelombang sebesar 1.54056 \AA . 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- α dengan TGTG (Trans-Gauche-Trans-Gauche, kristal tipe- β dengan planar zigzag, dan kristal tipe- γ dengan TTTGTTTG (Trans-Trans-Trans-Gauche-Trans-Trans-Gauche) (Hao-Li, 2011).

Pada perbandingan rasio komposisi PVDF/PDMS dengan adanya penambahan PDMS dari 10:0 sampai 7:3, tidak terlihat 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 $26,53^{\circ}(021)$. Sudut-sudut tersebut menunjukkan fasa α -PVDF sesuai dengan referensi pada Tabel 4.4. Sedangkan pada pola difraksi PDMS murni hanya terdapat satu puncak yaitu pada sudut $11,3^{\circ}$. PDMS sendiri mempunyai fasa *liquid*. Jika dibandingkan dengan pola difraksi PVDF/PDMS dengan perbandingan komposisi yang 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

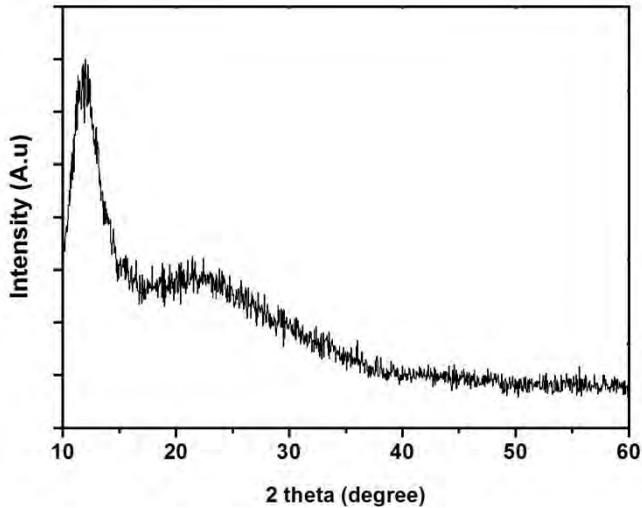
dengan kata lain menurunkan derajat kristalinitas separator komposit PVDF/PDMS.



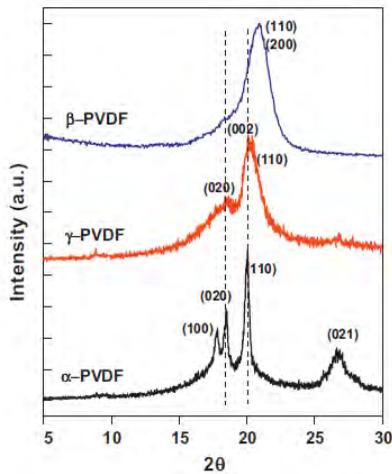
Gambar 4.7 Pola difraksi separator pori dengan perbandingan rasio komposisi PVDF/PDMS : (a)10:0 (b) 9:1 (c) 8:2 (d) 7:3.



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



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



Gambar 4.10 Pola difraksi dari fasa α , γ , dan β -PVDF dengan identifikasi berdasarkan difraksi bidang kristal pada setiap fasa (P.Martins dkk, 2013).

Tabel 4.4 Referensi bidang kristal dan sudut dari fasa PVDF

| Fasa PVDF | 2 θ | Bidang Kristal |
|----------------|--------------------|----------------|
| α -PVDF | 17,66 ⁰ | (100) |
| | 18,30 ⁰ | (020) |
| | 19,90 ⁰ | (110) |
| | 26,56 ⁰ | (021) |
| β -PVDF | 20,26 ⁰ | (110)(200) |
| γ -PVDF | 18,50 ⁰ | (020) |
| | 19,20 ⁰ | (002) |
| | 20,04 ⁰ | (110) |

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 α , β , dan γ mempunyai puncak sekitar sudut 20⁰, tetapi hanya α dan γ yang menunjukkan puncak sekitar sudut 18⁰ 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 18,33⁰ dan 20,13⁰, pada perbandingan 9:1 yaitu pada sudut 18,13⁰ dan 20,21⁰, pada perbandingan 8:2 yaitu pada sudut 18,37⁰ dan 20,08⁰, sedangkan pada perbandingan 7:3 hanya terdapat 1 puncak yaitu pada sudut 20,56⁰. 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.

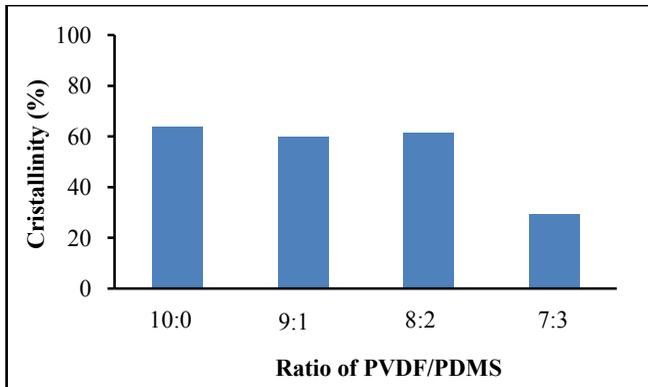
Peningkatan konsentrasi PDMS mempengaruhi tingginya intensitas separator, komposisi PDMS yang semakin bertambah

menurunkan intensitas separator komposit PVDF/PDMS, seperti yang terlihat pada sudut sekitar 18° dan 20° . 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 derajat kristalinitas dari separator komposit PVDF/PDMS yang menghubungkan kesesuaian antara rantai PVDF dan PDMS. Seperti yang telah dibahas sebelumnya, adanya penambahan PDMS dan berkurangnya PVDF, menurunkan intensitas separator. Hal ini disebabkan karena fasa liquid dari PDMS bertambah banyak. 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.

Tabel 4.5 Derajat kristalinitas separator komposit PVDF/PDMS

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

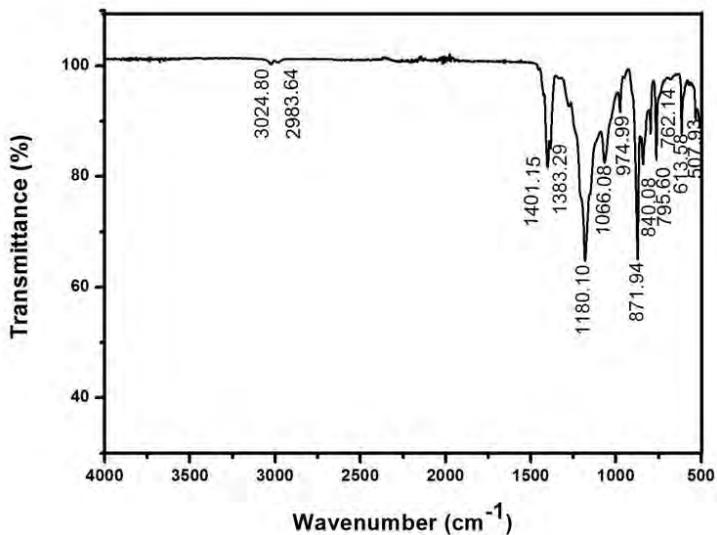


Gambar 4.11 Grafik hubungan perbandingan PVDF/PDMS terhadap derajat kristalinitas

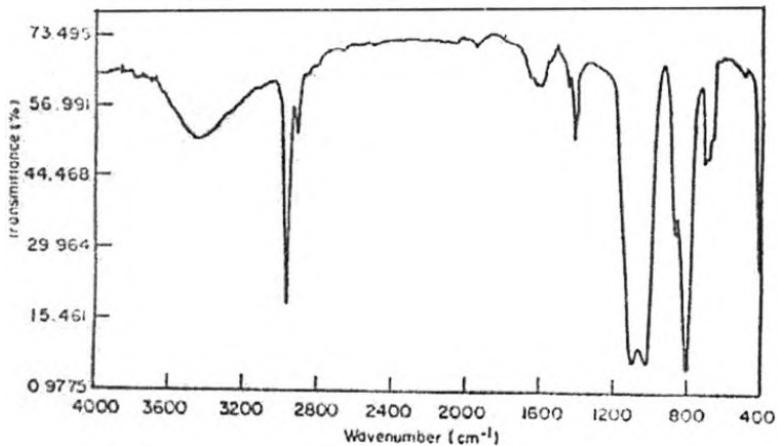
4.4 Analisa Ikatan Gugus Fungsi dan Fasa dengan FTIR

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.



Gambar 4.12 Spektrum FTIR PVDF murni



Gambar 4.13 Spektrum referensi FTIR linier PDMS (Whidad S at al, 2009)

Tabel 4.6 Referensi Ikatan IR PDMS

| Ikatan | Vibrasi | Bilangan Gelombang |
|----------------------|---|------------------------------|
| Si – O | Stretching vibration | 1100 – 1000 cm^{-1} |
| Si – CH ₃ | Stretching vibration Si – CH ₃ | 800, 1250 cm^{-1} |
| Si – O – Si | Bending motion | 475 cm^{-1} |
| Si – O | Stretching vibration Si – OH | 875 cm^{-1} |
| C – H | Stretching vibration | 2950 cm^{-1} |

Sumber : Whidad S at al, 2009

Spektrum FTIR PVDF murni ditunjukkan pada Gambar 4.12 pada daerah 500-4000 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 3024,80 cm^{-1} merupakan grup CH₂ asimetrik vibrasi. Ikatan yang paling kuat terjadi pada bilangan gelombang 1401,15 cm^{-1} yang merupakan grup CH₂ *wagging*. Dari dua frekuensi bilangan gelombang 1401,15 dan 974,99 cm^{-1} , panjang gelombang tertinggi merupakan *wagging* dan panjang gelombang terendah merupakan *twisting* dari grup CH₂. Grup CH₂ *rocking* merupakan ikatan infrared kuat pada panjang gelombang 840,08 cm^{-1} . 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 cm^{-1} dan ikatan pada 871.94 dan 840.08 cm^{-1} merupakan karakteristik dari fasa kristalin dan fasa amorf dari PVDF. Frekuensi vibrasi pada 1066.08 dan 871.94 cm^{-1} 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^{-1} , seperti yang terlihat pada Tabel 4.8. Sedangkan, fasa γ dan fasa β 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^{-1} pada fasa γ mendekati nilai bilangan gelombang pada fasa β yaitu 510 cm^{-1} . Selain itu, puncak yang paling kuat terdapat pada bilangan gelombang 840 cm^{-1} pada kedua fasa β dan γ (P. Martins, 2013).

Tabel 4.7 Data Spektroskopi FTIR PVDF

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

Tabel 4.8 Karakteristik FTIR pada fasa PVDF α , β , dan γ .

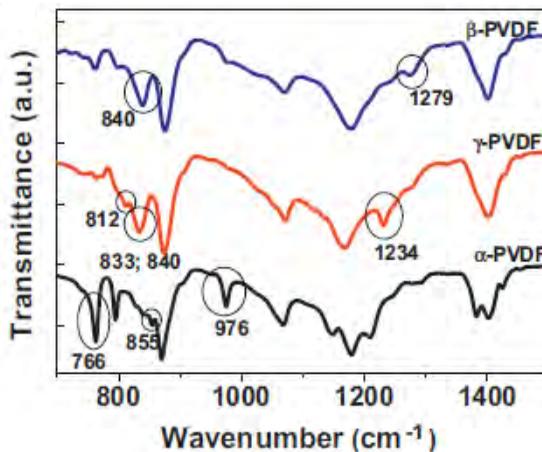
| Bilangan Gelombang (cm⁻¹) | | |
|---|---------|----------|
| α | β | γ |
| 408 | 510 | 431 |
| 532 | 840 | 512 |
| 614 | 1279 | 776 |
| 766 | | 812 |
| 795 | | 833 |
| 855 | | 840 |
| 976 | | 1234 |

Sumber : P. Martins et al, 2013

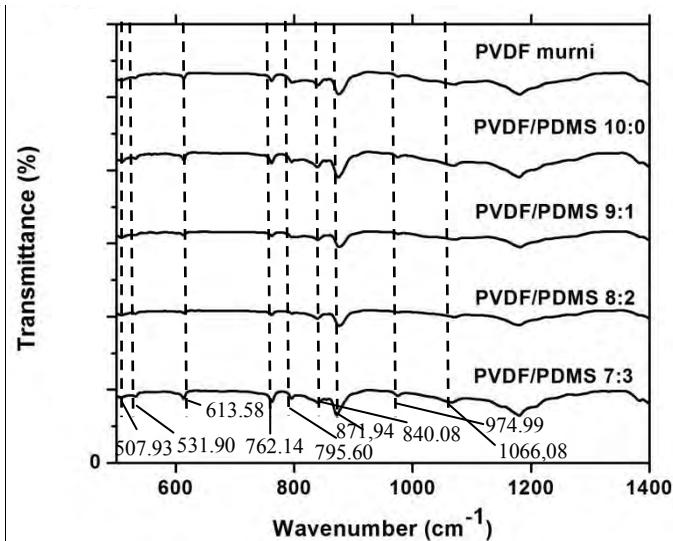
Hasil FTIR separator komposit PVDF/PDMS dengan perbandingan komposisi 10:0, 9:1, 8:2, dan 7:3 serta PVDF murni dapat dilihat pada Gambar 4.15. Jika dicocokkan dengan Tabel 4.8, maka puncak transmitansi pada bilangan gelombang 531.90, 613.58, 762.14, 795.60, dan 974.99 cm⁻¹ merupakan fasa α dan bilangan gelombang pada puncak 507.93 dan 840.08 cm⁻¹ merupakan fasa β dan γ 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⁻¹ yang merupakan ikatan Si – O dengan *stretching vibration* Si – OH, pada puncak 1066.08 cm⁻¹ merupakan ikatan Si – O dengan *stretching vibration*, pada puncak 2983.64 cm⁻¹ 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.

Tabel 4.9 Data Spektroskopi FTIR separator komposit PVDF/PDMS

| Grup | Vibrasi | Bilangan Gelombang (cm^{-1}) | Keterangan |
|----------------------------------|-----------------------------------|---|------------|
| CF_2 | Bending | 507,93 | PVDF |
| - | - | 531,90 | PVDF |
| CF_2 , CCC | Bending, skeletal vibration | 613,58 | PVDF |
| - | In plane bending | 762,14 | PVDF |
| - | In plane bending | 795,60 | PVDF |
| CH_2 , CF_2 | Rocking, asymmetric stretching | 840,08 | PVDF |
| Si – O | Stretching | 871,94 | PDMS |
| CH_2 | Wagging | 974,99 | PVDF |
| Si – O | Stretching | 1066,08 | PDMS |
| C – H | Stretching | 2983,64 | PDMS |



Gambar 4.14 Spektrum referensi FTIR pada fasa PVDF α , β , γ (P. Martins et al, 2013)

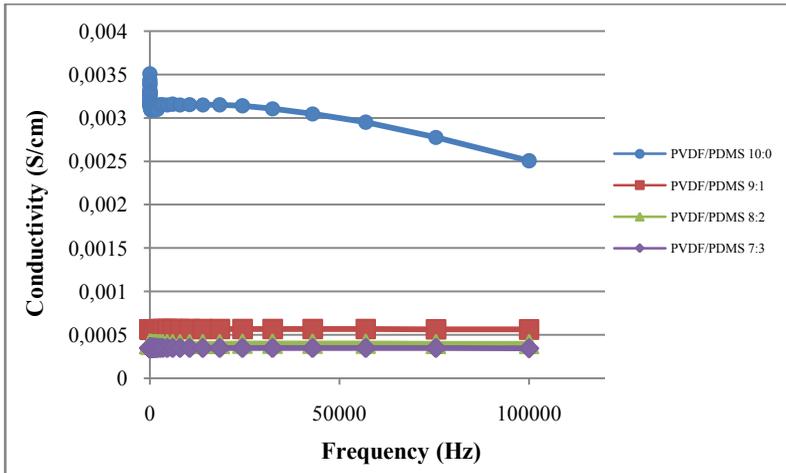


Gambar 4.15 Spektrum FTIR Separator PVDF murni dan PVDF/PDMS

4.5 Analisa Konduktivitas Listrik Pada Separator komposit PVDF/PDMS

Secara umum material komposit dapat digunakan untuk mendesain sifat fisis maupun mekanis, variabel yang 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 listrik separator komposit PVDF/PDMS. 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.



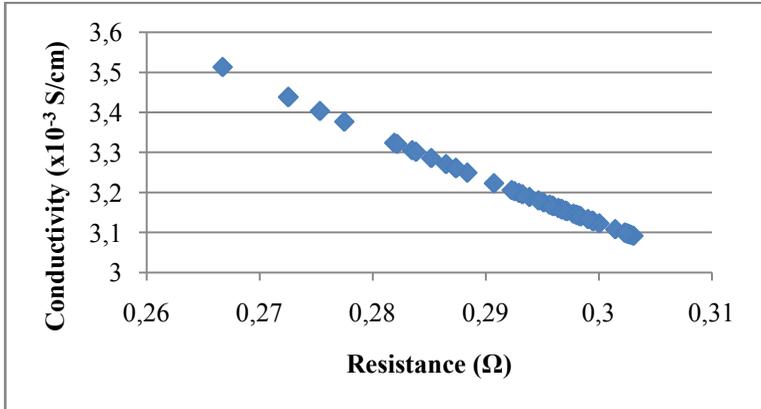
Gambar 4.16 Konduktivitas listrik separator komposit PVDF/PDMS

Tabel 4.10 Konduktivitas listrik separator komposit PVDF/PDMS

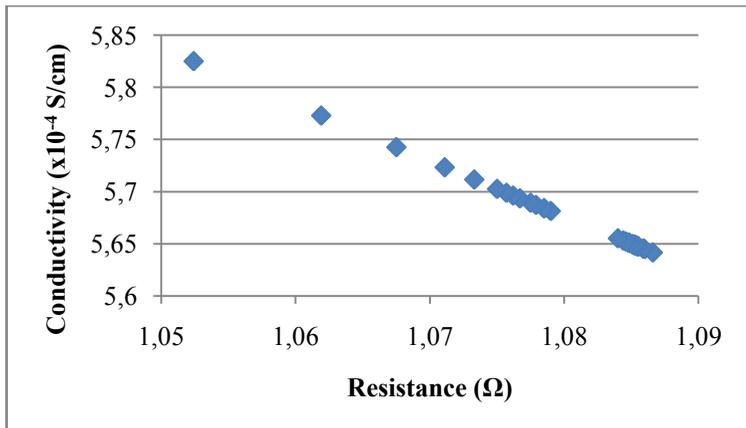
| Perbandingan PVDF/PDMS | Konduktivitas Listrik (S/cm) |
|------------------------|------------------------------|
| 10:0 | $3,20 \times 10^{-3}$ |
| 9:1 | $5,67 \times 10^{-4}$ |
| 8:2 | $3,97 \times 10^{-4}$ |
| 7:3 | $3,45 \times 10^{-4}$ |

Pada Tabel 4.10 menunjukkan konduktivitas listrik menurun dengan meningkatnya jumlah dari PDMS dan konduktivitas terendah terjadi pada perbandingan 7:3 yaitu $3,45 \times 10^{-4}$ 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

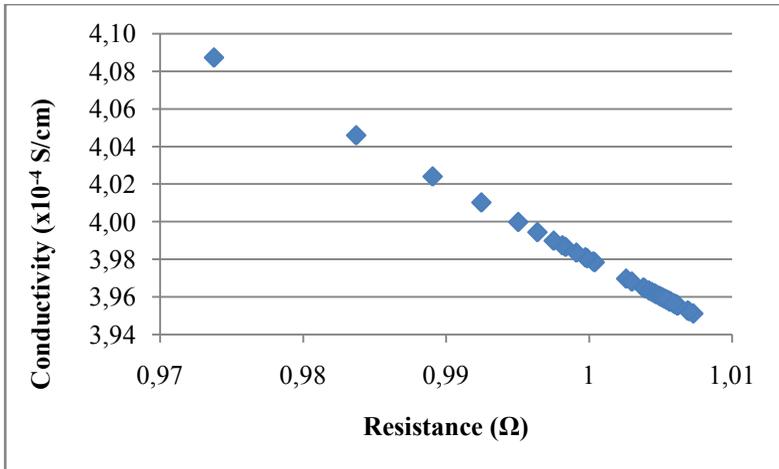
sumber tegangan mempunyai resistansi yang rendah. Sehingga untuk mencegah terjadinya hubungan arus pendek resistansinya harus tinggi dan konduktivitasnya rendah. Hubungan antara konduktivitas dan resistansi dapat dilihat pada Gambar berikut.



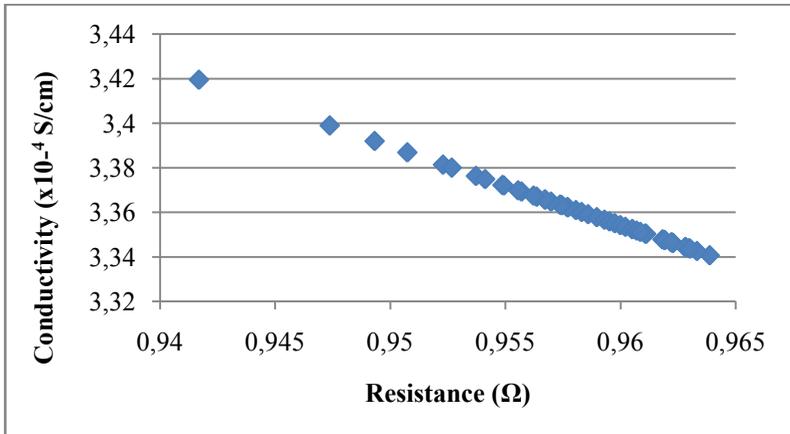
Gambar 4.17 Grafik hubungan resistansi dan konduktivitas pada PVDF/PDMS 10:0



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 PDMS) mempunyai konduktivitas listrik $3,20 \times 10^{-3}$ dan resistansinya sebesar 0,293 dan pada Gambar 4.20 untuk perbandingan 7:3 (dengan penambahan PDMS) mempunyai konduktivitas listrik $3,45 \times 10^{-4}$ 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.

Tabel 4.11 Nilai resistansi listrik separator komposit PVDF/PDMS

| Perbandingan PVDF/PDMS | Resistansi (Ω) |
|-----------------------------------|---|
| 10:0 | 0,293 |
| 9:1 | 1,08 |
| 8:2 | 1 |
| 7:3 | 0,957 |

Pada tabel diatas menunjukkan, resistansi separator tanpa penambahan PDMS sangat kecil, sedangkan ketika peningkatan konsentrasi PDMS resistansi pada setiap perbandingan bernilai ≈ 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 penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan :

- a. Metode blending dapat membentuk separator komposit PVDF/PDMS dalam orde mikro dengan ukuran pori terkecil yaitu $1,71 \mu\text{m}$ 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 $4,07 \times 10^{11}/\text{m}^2$ 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 ≈ 1 dan konduktivitas listrik separator semakin menurun dengan peningkatan konsentrasi PDMS yaitu sebesar $3,45 \times 10^{-4} \text{ S/cm}$ 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”

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 (10^6 pm^3): | 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)

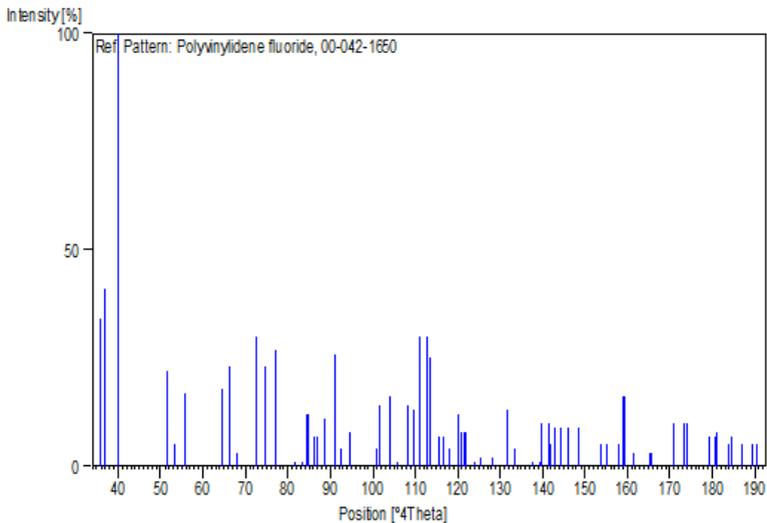
Peak list

| h | k | l | d [Å] | 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 | 25,752 | 22,0 |
| 0 | 2 | 1 | 3,33530 | 26,706 | 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 | 33,956 | 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 | 3 | 0 | 1,96330 | 46,202 | 4,0 |
| 1 | 2 | 2 | 1,92060 | 47,290 | 8,0 |
| 2 | 3 | 1 | 1,80690 | 50,467 | 4,0 |
| 1 | 5 | 0 | 1,79700 | 50,765 | 14,0 |
| 1 | 3 | 2 | 1,75440 | 52,089 | 16,0 |
| 2 | 4 | 0 | 1,72830 | 52,936 | 1,0 |
| 2 | 0 | 2 | 1,69030 | 54,222 | 14,0 |
| 1 | 5 | 1 | 1,67480 | 54,766 | 13,0 |
| 3 | 0 | 0 | 1,65330 | 55,539 | 30,0 |
| 3 | 1 | 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 | 59,017 | 4,0 |
| 3 | 1 | 1 | 1,53680 | 60,164 | 12,0 |
| 1 | 6 | 0 | 1,52850 | 60,524 | 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 | 62,667 | 2,0 |
| 1 | 6 | 1 | 1,45110 | 64,124 | 2,0 |
| 1 | 5 | 2 | 1,41840 | 65,787 | 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 |
| 3 | 5 | 1 | 1,21120 | 78,986 | 5,0 |
| 0 | 8 | 0 | 1,20500 | 79,472 | 16,0 |
| 2 | 7 | 0 | 1,20400 | 79,551 | 16,0 |
| 4 | 2 | 0 | 1,20090 | 79,798 | 16,0 |
| 4 | 1 | 1 | 1,18850 | 80,801 | 3,0 |

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

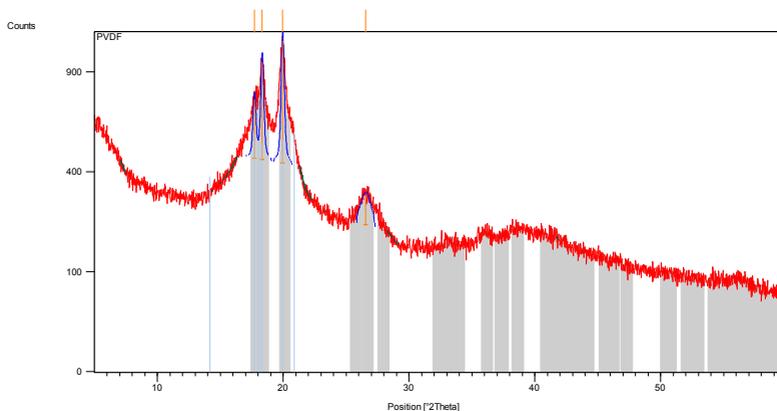
Stick Pattern



LAMPIRAN B

Hasil Pengukuran Menggunakan HSP (High Score Plus)

A. Polyvinylidene Fluoride Murni



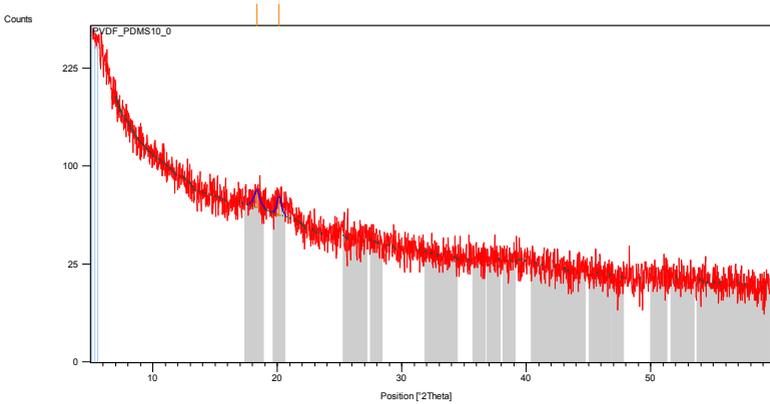
Peak List: (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|-----------------|------------------|------------------|
| 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 |

Pattern List: (Bookmark 4)

| Visible | Ref. Code | Score | Compound Name | Displace ment [°2Th.] | Scale Factor | Chemical Formula |
|---------|---------------------|-------|--------------------------------|-----------------------------|-----------------|--|
| * | 00- 042- 1650 | 14 | Polyvinyl idene fluoride | 0,000 | 0,626 | (C ₂ H ₂ F ₂) _n |

B. Separator Komposit PVDF/PDMS 10:0



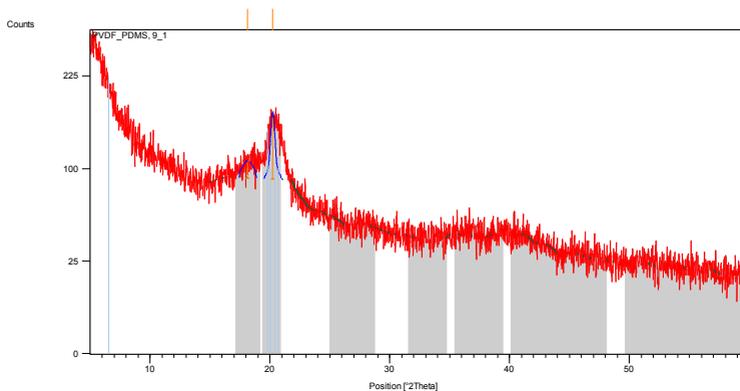
Peak List: (Bookmark 3)

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

Pattern List: (Bookmark 4)

| Visible | Ref. Code | Score | Compound Name | Displacement [°2Th.] | Scale Factor | Chemical Formula |
|---------|-------------|-------|-------------------------|----------------------|--------------|--|
| * | 00-042-1650 | 7 | Polyvinylidene fluoride | 0,000 | 0,126 | (C ₂ H ₂ F ₂) _n |

C. Separator Komposit PVDF/PDMS 9:1



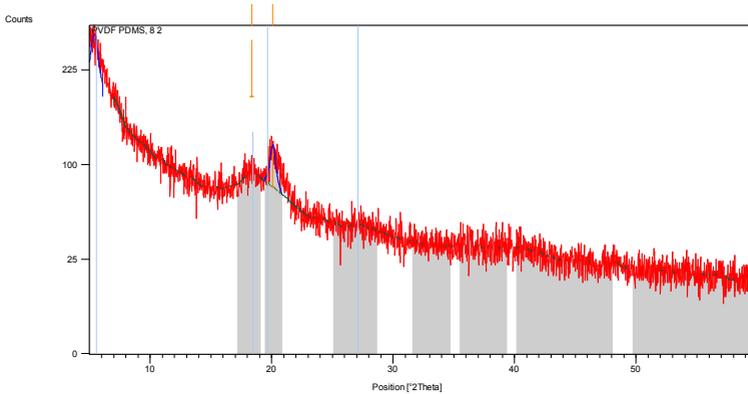
Peak List: (Bookmark 3)

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

Pattern List: (Bookmark 4)

| Visible | Ref. Code | Score | Compound Name | Displacement [°2Th.] | Scale Factor | Chemical Formula |
|---------|-------------|-------|-------------------------|----------------------|--------------|--|
| * | 00-042-1650 | 12 | Polyvinylidene fluoride | 0,000 | 0,253 | (C ₂ H ₂ F ₂) _n |

D. Separator Komposit PVDF/PDMS 8:2



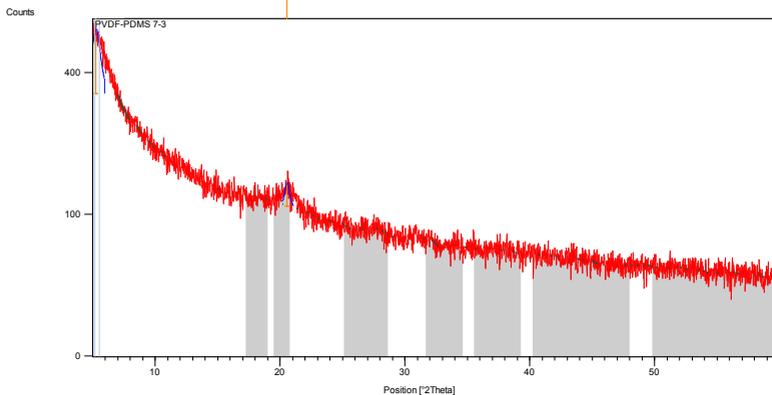
Peak List: (Bookmark 3)

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

Pattern List: (Bookmark 4)

| Visible | Ref. Code | Score | Compound Name | Displace ment [°2Th.] | Scale Factor | Chemical Formula |
|---------|---------------------|-------|-------------------------------|-----------------------------|-----------------|--|
| * | 00- 042- 1650 | 9 | Polyvinyl dene fluoride | 0,000 | 0,269 | (C ₂ H ₂ F ₂) _n |

E. Separator Komposit PVDF/PDMS 7:3



Peak List: (Bookmark 3)

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

Pattern List: (Bookmark 4)

| Visible | Ref. Code | Score | Compound Name | Displace ment [°2Th.] | Scale Factor | Chemical Formula |
|---------|---------------------|-------|-------------------------------|-----------------------------|-----------------|--|
| * | 00- 042- 1650 | 4 | Polyvinyl dene fluoride | 0,000 | 0,096 | (C ₂ H ₂ F ₂) _n |

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN C
Perhitungan Jumlah Pori

Secara umum rumus untuk menghitung jumlah pori yaitu sebagai berikut.

$$V_b = \frac{m_b - m_k}{\rho_b} \dots\dots\dots 1$$

$$V_p = \pi \frac{d^2}{4} \times t \dots\dots\dots 2$$

$$n_p = \frac{V_b}{V_p} \dots\dots\dots 3$$

dengan :

- V_b = Volume butanol (mL)
- V_p = Volume pori (mL)
- n_p = Jumlah pori
- ρ_b = Densitas butanol (0,809 gr/mL)
- m_b = massa membran yang telah diserap butanol
- m_k = massa membran sebelum diserap butanol

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.

Tabel 1 Jumlah pori separator komposit PVDF/PDMS

| Perbandingan PVDF/PDMS | Tebal Lapisan (μm) | Volume Pori (m^3) | Volume Butanol (m^3) | 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 | $7,89 \times 10^{-16}$ | $2,47 \times 10^{-10}$ | $3,13 \times 10^5$ |
| 8:2 | 8,61 | $2,13 \times 10^{-16}$ | $6,18 \times 10^{-10}$ | $2,90 \times 10^6$ |
| 7:3 | 18,54 | $4,25 \times 10^{-17}$ | $2,47 \times 10^{-10}$ | $5,82 \times 10^6$ |

LAMPIRAN D

Perhitungan Kerapatan Pori

Secara umum rumus untuk menghitung kerapatan pori yaitu sebagai berikut.

$$\text{Luas membran} = \frac{V_m}{t} \dots \dots \dots 1$$

dengan :

$$V_m = \frac{m_m}{\rho_m}$$

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

$$\text{Kerapatan pori} = \frac{n_p}{\text{Luas membran}} \dots \dots \dots 2$$

dengan :

V_m = Volume membran (mL)

m_m = Massa membran (gr)

n_p = Jumlah pori

t = Tebal membran (μm)

ρ_m = Densitas membran (gr/mL)

V_{PVDF} =Fraksi perbandingan PVDF yaitu 7/10, 8/10, 9/10, 10/10

ρ_{PVDF} = Densitas PVDF (1,74 gr/mL)

ρ_{PDMS} = Densitas PDMS (0,965 gr/mL)

Misal untuk perbandingan 7:3

Diketahui :

$$V_p = 4,25 \times 10^{-17} \text{ m}^3$$

$$t = 18,54 \text{ } \mu\text{m}$$

$$n_p = 5,82 \times 10^6$$

Ditanya : Kerapatan pori?

Jawab :

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

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

$$V_m = \frac{m_m}{\rho_m} = \frac{0,0004 \text{ gr}}{1,51 \text{ gr/mL}} = 5,75 \times 10^{-10} \text{ m}^3$$

$$\text{Luas membran} = \frac{V_m}{t} = \frac{5,75 \times 10^{-10} \text{ m}^3}{18,54 \times 10^{-6} \text{ m}} = 1,43 \times 10^{-5} \text{ m}^2$$

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

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

Tabel 2 Kerapatan pori separator PVDF/PDMS

| Perbandingan PVDF/PDMS | Jumlah pori | Luas membran (m²) | Kerapatan Pori (m⁻²) |
|-----------------------------------|------------------------|---|--|
| 10:0 | 1,44x10 ⁵ | 3,23x10 ⁻⁵ | 4,47x10 ⁹ |
| 9:1 | 3,13x10 ⁵ | 6,16x10 ⁻⁵ | 5,08x10 ⁹ |
| 8:2 | 2,90x10 ⁶ | 2,92x10 ⁻⁵ | 9,90x10 ¹⁰ |
| 7:3 | 5,82x10 ⁶ | 1,43x10 ⁻⁵ | 4,07x10 ¹¹ |

LAMPIRAN E
Perhitungan Prosentase Porositas

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

$$P\% = \frac{M_b / \rho_b}{M_m / \rho_m + M_b / \rho_b} \times 100\% \dots \dots \dots 1$$

dengan :

- $P\%$ = Porositas membran (%)
- M_b = Massa membran setelah direndam dalam butanol atau massa basah (gr)
- M_m = Massa membran atau massa kering (gr)
- ρ_b = Densitas n-butanol (0,809 – 0,812 gr/mL)
- ρ_m = Densitas membran (gr/mL)

dengan :

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

dengan :

- V_{PVDF} =Fraksi perbandingan PVDF yaitu 7/10, 8/10, 9/10, 10/10
- ρ_{PVDF} = Densitas PVDF (1,74 gr/mL)
- ρ_{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 :

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

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

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

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

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

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

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

Tabel 3 Prosentase porositas separator PVDF/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 |

LAMPIRAN F
Perhitungan Derajat Kristalinitas

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

$$Wa = \frac{I_{am}}{I_{tot}} \times 100\% \dots \dots \dots 1$$

dengan :

$$I_{am} = I_{tertinggi\ PVDF} - I_{PVDF/PDMS}$$

$$I_{total} = I_{total\ PVDF}$$

dengan :

$$I_{am} = \text{Intensitas amorf}$$

$$I_{total} = \text{Intensitas total PVDF}$$

Misal untuk perbandingan 7:3

Diketahui :

Intensitas dari PVDF yaitu

$$Y_1 = 790 \text{ A.u} \qquad Y_2 = 1005 \text{ A.u}$$

$$Y_3 = 1136 \text{ A.u} \qquad Y_4 = 346 \text{ A.u}$$

Intensitas PVDF/PDMS pada perbandingan 7/3

$$Y_1 = 177 \text{ A.u}$$

Ditanya : Derajat kristalinitas?

Jawab :

$$I_{total} = 790 + 1005 + 1136 + 346 = 3277 \text{ A.u}$$

$$I_{am} = 1136 - 177 = 959 \text{ A.u}$$

$$Wa = \frac{I_{am}}{I_{tot}} \times 100\%$$

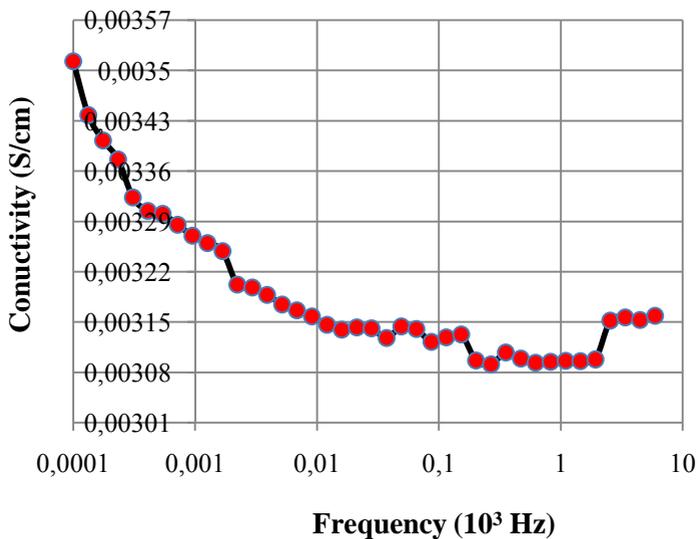
$$Wa = \frac{959}{3277} \times 100\% = 29,26\%$$

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

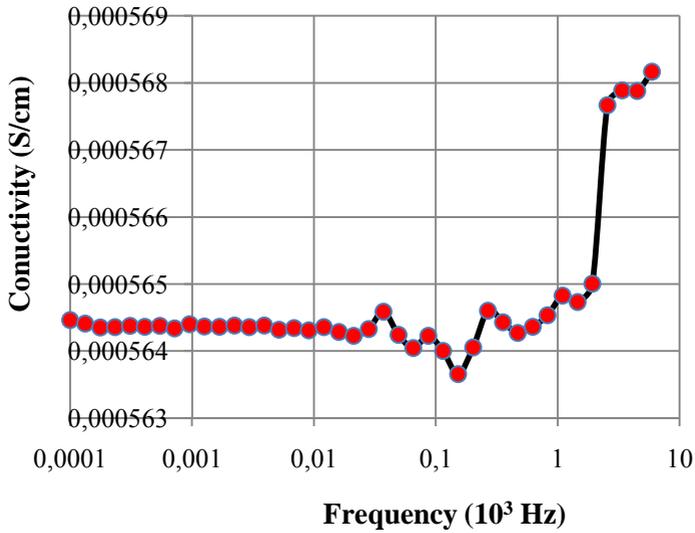
Tabel 1 Derajat kristalinitas separator PVDF/PDMS

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

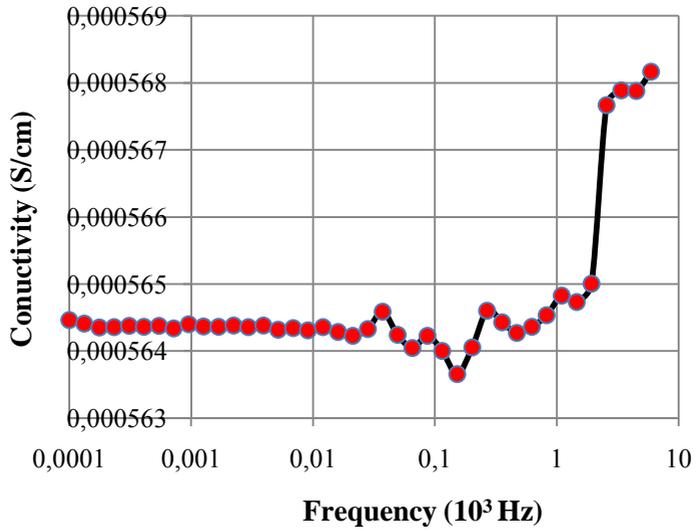
LAMPIRAN G
Hasil Pengujian Konduktivitas Listrik dengan Metode LCR
Two Probe



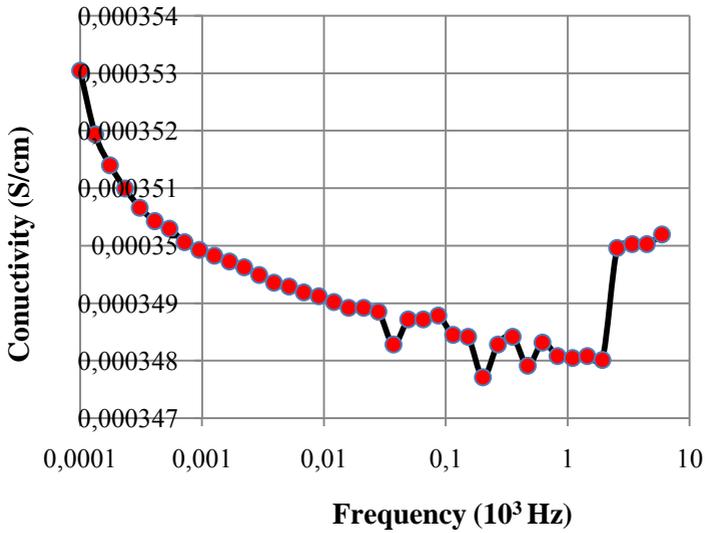
Gambar 1 Grafik hubungan frekuensi dengan konduktivitas pada perbandingan PVDF/PDMS 10:0



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

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 Banyuajuh 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. Di jurusan 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”