

## PENGARUH PENAMBAHAN MASSA $\text{Al}(\text{OH})_3$ PADA KARAKTERISASI KOMPOSIT PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$ SEBAGAI SEPARATOR BATERAI LITHIUM ION

Rofika Illiyani Nurul Khanif<sup>1</sup>, Zainul Arifin Imam Supardi<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya

[rofikakhanif@mhs.unesa.ac.id](mailto:rofikakhanif@mhs.unesa.ac.id)

### Abstrak

Penelitian ini bertujuan menghasilkan membran separator PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$  dan menganalisis pengaruh penambahan massa  $\text{Al}(\text{OH})_3$  pada separator PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Pembuatan lembaran separator baterai lithium ion ini di adaptasi dari penelitian yang dilakukan oleh Jinqiang Cui, polimer PVDF dan CA dicampurkan menggunakan metode NIPS yang kemudian di doping dengan  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , memvariasikan massa  $\text{Al}(\text{OH})_3$  0,175 gr sebagai separator standart dan 0,262 gr sebagai separator penambahan massa. Hasil pengujian BET pada separator standart menunjukkan rentang diameter antara 3,58 – 3,90 nm dengan luas permukaan total 25,514  $\text{m}^2/\text{g}$ , sedangkan separator dengan penambahan massa  $\text{Al}(\text{OH})_3$  menunjukkan ukuran pori rentang 3,58 – 4,51 nm dengan luas permukaan total 49,371  $\text{m}^2/\text{g}$ . Berdasarkan rentang diameter pori tersebut kedua separator PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$  dikategorikan sebagai material mesopori. Loop yang terbentuk pada pengujian *Cyclic Voltametry* dengan adanya penambahan massa  $\text{Al}(\text{OH})_3$  menandakan bahwa sampel separator tidak dapat sepenuhnya melewati ion dari anoda ke katoda. Hal tersebut, mengakibatkan proses interkalasi terganggu sehingga separator tidak dapat digunakan untuk siklus yang lebih panjang.

**Kata Kunci:** separator, luas permukaan, diameter pori

### Abstract

This study aims to produce PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$  separator membrane and analyze the effect of the addition of  $\text{Al}(\text{OH})_3$  mass on separator PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Making this lithium ion battery separator sheet was adapted from the research conducted by Jinqiang Cui, PVDF and CA polymers were mixed using the NIPS method which was then doped with  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , varying  $\text{Al}(\text{OH})_3$  mass 0.175 gr as standard separator and 0.262 gr as mass addition separator. The BET test results on standard separators show a diameter range between 3.58 - 3.90 nm with a total surface area of 25,514  $\text{m}^2/\text{g}$ , while the separator with the addition of  $\text{Al}(\text{OH})_3$  mass shows pore size ranges from 3,58 - 4,51 nm with total surface area of 49,371  $\text{m}^2/\text{g}$ . Based on the range of pore diameters both PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$  separators are categorized as mesoporous material. The loop formed in the *Cyclic Voltametry* test with the addition of  $\text{Al}(\text{OH})_3$  mass indicates that the separator sample cannot completely pass the ion from the keocatode anode. This causes the intercalation process to be disrupted so that the separator cannot be used for a longer cycle.

**Keywords:** separator, surface area, pore diameter

### PENDAHULUAN

Baterai merupakan perangkat penyimpanan yang mengkonversi energi kimia menjadi energi listrik, terdapat dua jenis baterai yaitu baterai primer dan baterai sekunder. Baterai sekunder adalah baterai yang dapat digunakan berkali-kali, contoh baterai sekunder yaitu baterai lithium ion. Baterai lithium ion telah banyak diteliti karena memiliki kepadatan energi dan tegangan yang tinggi, dan siklus hidup yang panjang [1]. Baterai lithium ion terdiri dari anoda, katoda, separator, dan larutan elektrolit. Bagian terpenting dalam proses transfer muatan dan keamanan pada baterai lithium ion adalah separator, dimana separator merupakan pemisah antara anoda dan katoda yang berfungsi mencegah terjadinya hubungan pendek listrik di dalam baterai dan sebagai media transport ion dalam proses elektrokimia [2]. Separator yang sering digunakan untuk baterai lithium ion adalah *polypropylene* (PP), *polyethylene*

(PE) [3] [4] dimana separator tersebut merupakan separator komersil yang memiliki keunggulan dalam hal sifat mekanik yang baik, stabilitas kimia, elektrokimia yang baik, dan juga memiliki kelemahan yaitu konduktivitas ion rendah, komabilitas terhadap elektrolit rendah dan terjadi penyusutan massa pada temperature tinggi [1]. Oleh karena itu dibutuhkan bahan separator yang memiliki reversibilitas yang tinggi, dan porositas yang baik. Untuk menghasilkan separator yang baik dapat diperoleh dari material anorganik yaitu PVDF, CA dan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  [1].

PVDF dapat meningkatkan kemampuan laju ion [5], CA memiliki kinerja pembentukan yang baik, efisiensi termal rendah [1], dan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  mampu menyerap elektrolit dengan baik [1]. Pada penelitian ini  $\text{Al}(\text{OH})_3$  digunakan sebagai doping polimer PVDF-CA dan menjadi variabel manipulasi karena massa yang digunakan bervariasi.

Metode yang digunakan ialah metode *Non-Solvent Induced Phase Separation* (NIPS) hingga memperoleh larutan homogen berupa *solid gel* dengan variasi massa  $\text{Al}(\text{OH})_3$  (0,175 gr dan 0,262 gr) kemudian membuat lembaran separator menggunakan *spin coating* dan kemudian dilakukan proses pengujian sampel.

**METODE**

**2.1 Material**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 1,4 gr PVDF, 0,175 gr dan 0,262 gr  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , dan 0,35 gr CA. Pelarut yang digunakan yaitu 10,6 ml DMAc, 5 ml : 20 ml (DMAc : aquades).

**2.2 Preparasi dari separator PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$**

Dalam penelitian ini pembuatan separator PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$  terbagi menjadi dua tahapan, yakni tahap pertama sintesis bahan separator dan pelapisan lembaran tipis separator. Sintesis bahan dimulai dari melarutkan 0,175 gr  $\text{Al}(\text{OH})_3$  pada pelarut DMAc dengan keadaan *stirring* dan dilanjutkan prose *stirring* selama 30 menit. Kemudian mencampurkan 1,4 gr PVDF dan 0,35 gr CA dengan tetap melakukan *stirring* selama 24 jam pada suhu 70°C. Selanjutnya larutan yang telah tercampur homogen dilakukan ultrasonifikasi selama 30 menit, larutan homogen kemudian didiamkan selama 24 jam dengan suhu ruangan hingga menjadi *solid gel*. Untuk tahapan pelapisan lembaran separator dilakukan dengan menggunakan metode *spin coating*, *solid gel* kemudian ditetaskan ( $\pm 3$  tetes) pada kaca substrat diatas *chuk spin coater*. Selanjutnya putar dengan kecepatan (*high*) selama 60 detik. Separator yang terbentuk berupa lembaran tipis yang kemudian direndam pada larutan koagulasi (DMAc : aquades = 1:4V) selama 30 detik dengan tujuan untuk memisahkan lembaran separator dengan kaca substrat. Selajutnya lembaran separator direndam kembali pada larutan aquades selama 48 jam. Setelah itu, lembaran separator dikeringkan dalam oven dengan suhu 60°C selama 12 jam. Selanjutnya pada separator dengan penambahan massa  $\text{Al}(\text{OH})_3$  0,262 gr dilakukan preparasi sama halnya seperti pada separator standart dengan massa  $\text{Al}(\text{OH})_3$  0,175 gr.

**2.3 Karakterisasi**

Tahap selanjutnya yaitu pengujian separator PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$ , pada karakteristik pori pada separator diantaranya adalah luas permukaan, ukuran pori, dan volume pori dengan karakterisasi BET. Alat karakterisasi BET yang digunakan adalah mesin *Quantachrome Touchwin v1.2*, pada karakterisasi BET ukuran lembaran separator diperkecil sekitar 1 mm x 1 mm dengan suhu pemanasan  $\leq 130^\circ\text{C}$  [3]. Untuk menghitung luas permukaan total menggunakan persamaan berikut :

$$SS_{\text{total}} = \frac{WW_{mm}NNA_{\text{cccc}}}{MM} \quad (2.1)$$

Dengan :

- $W_m$  = berat gas nitrogen (adsorbate)
- $N$  = bilangan avogadro adsorpsi ( $6,023 \times 10^{23}$ )
- $A_{cs}$  = luas penampang adsorbat (nitrogen =  $16,2 \text{ \AA}^2$ )
- $M$  = berat massa adsorbat

Sedangkan untuk mengetahui performa elektrokimia pada penelitian ini dilakukan karakterisasi CV. Selain itu reversibilitas separator dapat diketahui dari kurva yang dihasilkan pada karakterisasi CV. Larutan elektrolit yang digunakan berupa  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  1 M dan variasi rentang potensial window dari 0-5 volt serta elektroda bantu Ag/Agcl.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

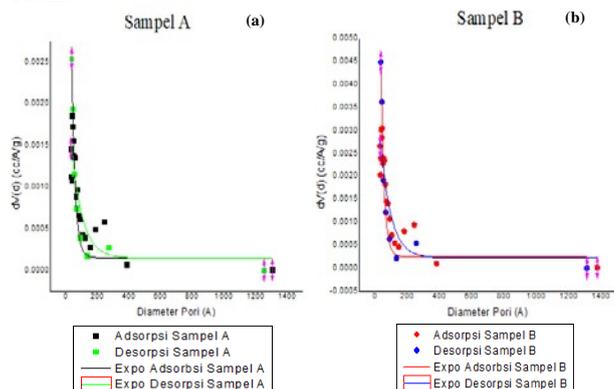
**3.1 Hasil Analisis BET**

Pada karakterisasi BET terjadi proses adsorpsi dan desorpsi dengan gas yang digunakan yaitu nitrogen ( $\text{N}_2$ ), kemudian dapat diketahui porositas berupa diameter pori ( $\text{\AA}$ ), luas permukaan ( $\text{m}^2/\text{g}$ ), dan volume pori ( $\text{cc}/\text{g}$ ). Saat proses adsorpsi dan desorpsi sampel B memiliki diameter pori ( $\text{\AA}$ ), luas permukaan ( $\text{m}^2/\text{g}$ ), dan volume pori ( $\text{cc}/\text{g}$ ) lebih besar dibandingkan dengan sampel A, penambahan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  dapat menambah tingkat porositas suatu separator PVDF-CA/ $\text{Al}(\text{OH})_3$  [1]. Berikut merupakan Tabel 3.1 perbandingan kedua sampel saat terjadi proses adsorpsi dan desorpsi :

**Tabel 3.1 Perbandingan sampel A dan B saat terjadi proses adsorpsi dan desorpsi**

	Adsorpsi		Desorpsi	
	Sampel A	Sampel B	Sampel A	Sampel B
Diameter Pori( $\text{\AA}$ )	39.034	45.3898	35.827	35.8535
Luas Permukaan ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	74.882	130.99	66.643	113.99
Volume Pori ( $\text{cc}/\text{g}$ )	0.191	0.3255	0.146	0.2456

Selain itu, diperoleh kurva antara proses adsorpsi dan desorpsi yang ditunjukkan pada gambar 3.1 sebagai berikut :



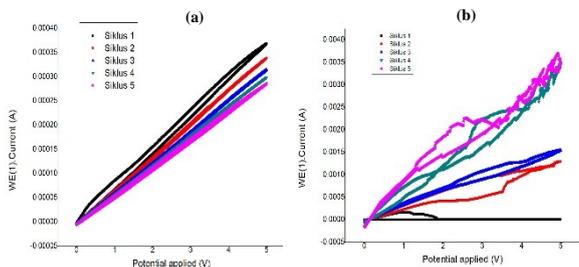
**Gambar 3.1. (a)** Kurva Adsorpsi-Desorpsi antara Diameter Pori (Å) dengan  $dV(d)$  ( $cc/\text{Å}^3/g$ ) Sampel A **(b)** Kurva Adsorpsi-Desorpsi Desorpsi antara Diameter Pori (Å) dengan  $dV(d)$  ( $cc/\text{Å}^3/g$ ) Sampel B Hasil karakterisasi BET ditunjukkan pada gambar 3.1, selanjutnya berdasarkan grafik adsorpsi dan desorpsi dapat ditentukan distribusi ukuran pori yang diperoleh dari data pada tabel 3.2 berikut :

**Tabel 3.2 Data distribusi ukuran pori pada proses adsorpsi-desorpsi**

Separator	Adsorpsi ( $cc/\text{Å}^3/g$ )	D (Å)	Desorpsi ( $cc/\text{Å}^3/g$ )	D (Å)
Sampel A	0,00185	39,03	0,00254	35,82
Sampel B	0,00448	45,38	0,00304	35,85

Sehingga ukuran pori untuk separator standart pada rentang diameter antara 35,82 – 39,03 Å atau 3,58 – 3,90 nm. Sedangkan pada separator penambahan  $Al(OH)_3$  rentang diameter antara 35,85 – 45,38 Å atau 3,55 – 4,51 nm. Dengan demikian, dapat ditentukan bahwa kedua separator termasuk katagori mesopori ( $2\text{ nm} < d < 50\text{ nm}$ ).

### 3.2 Analisis Hasil CV



**Gambar 3.2** Grafik hasil uji CV **(a)** PVDF-CA/ $Al(OH)_3$  (0,175 gram  $Al(OH)_3$ ) dan **(b)** separator PVDF-CA/ $Al(OH)_3$  (0,262 gram  $Al(OH)_3$ ) dalam 5 siklus.

Berdasarkan hasil karakterisasi CV diperoleh grafik hubungan antara potensial (V) dan arus (A), pada kedua grafik tersebut menunjukkan bahwa separator yang dihasilkan memiliki kurva histerisis yang reversible. Pada grafik (a) dengan separator standart siklus 1 terbentuk loop dengan jarak antara reaksi redoks yang kecil, hal tersebut menandakan bahwa semakin mudah ion lithium mengalami proses interkalasi pada separator [7]. Untuk siklus 2-5 tidak terbentuk loop, maka pada siklus tersebut separator dapat sepenuhnya dilewati ion tanpa ada ion yang terperangkap didalam separator. Sedangkan pada grafik (b) dengan adanya penambahan  $Al(OH)_3$  jarak loop yang lebih besar dibandingkan separator standart. Semakin besar jarak loop maka akan semakin mempersulit ion melewati separator.

## KESIMPULAN

Pada penelitian ini menghasilkan separator PVDF-CA/ $Al(OH)_3$  dan separator PVDF-CA/ $Al(OH)_3$  dengan penambahan massa  $Al(OH)_3$ . Hasil penelitian yang diperoleh yaitu dengan adanya penambahan massa  $Al(OH)_3$  pada separator PVDF-CA/ $Al(OH)_3$  sebesar 0,262 gram meningkatkan diameter pori pada separator yang berartikan dapat menyerap elektrolit lebih tinggi. Kemudian ukuran pori separator standart 0,146 gram antara 3,58-3,90 nm dengan luas permukaan 25,514  $m^2/g$ , sedangkan separator penambahan massa  $Al(OH)_3$  0,262 gram ukuran pori antara 3,55 - 4,51 nm dengan luas permukaan 49,371  $m^2/g$ . Loop histerisis yang terbentuk dengan penambahan massa  $Al(OH)_3$  dapat diartikan bahwa separator ini tidak dapat sepenuhnya melewati ion jika dikaitkan dengan prinsip kerja separator dimana berfungsi melewati ion dari anoda ke katoda [7]. Hal tersebut mengakibatkan proses interkalasi terganggu dan tidak maksimal sehingga separator tidak bisa memiliki siklus hidup yang panjang.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. Cui, J. Liu, . C. He, . J. Li and . X. Wu, "Composite of polyvinylidene fluoride–cellulose acetate with  $Al(OH)_3$  as a," *Journal of Membrane Science*, p. 661–667, 2017.
- [2] Q.-Y. Wu, H.-Q. Liang, L. Gu, Y. Yu, Y.-Q. Huang and Z.-K. Xu, "PVDF/PAN blend separators via thermally induced phase separation for lithium ion batteries," *J. polimer*, pp. 107(2016)54-60, 2016.
- [3] H. Liao, H. Zhang, H. Hong, Z. Li, Y. Lin and H. Zhu, "Novel cellulose aerogel coated on polypropylene separators as gel polymer electrolyte with high ionic conductivity for lithium-ion batteries," *Journal of Membrane Science*, pp. 1-25, 2016.
- [4] P. Arora and Z. Zhang, "Battery Separators," *Chemical Reviews*, pp. 4419-4462, 2004.
- [5] L. Liu, Z. Zhou and Z. Wang, "PVDF/PAN/ $SiO_2$  Polymer Electrolyte Membrane Prepares by Combination of Phase Inversion and Chemical Reaction Method for Lithium Ion Batteries," *Journal of solid state electrochemistry*, pp. 699-712, 2016.
- [6] IUPAC, 2001.
- [7] Z. A. Alotman, "A Review: Fundamental Aspects of Silicate Mesoporous Materials," *Materials*, pp. 1-30, 2012.