



# SINTESIS DAN KARAKTERISASI *NANOFIBER* KOMPOSIT PVA/SiO<sub>2</sub> DARI SILIKA SEKAM PADI MENGGUNAKAN METODE *ELECTROSPINNING*

Iqbal Firdaus<sup>1\*</sup>, Simon Sembiring<sup>1</sup>, Junaidi<sup>1</sup>, Andrean Johandra<sup>1</sup>, TB Ikhwan Rifansyah<sup>1</sup>, Rizky Ponco Rahmadi<sup>1</sup>, Oki Ade Putra<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Lampung, Lampung, Indonesia

<sup>2</sup>Centre of Excellence for Electrical Energy Storage Technology, Universitas Sebelas Maret, Surakarta, Indonesia

\*iqbal.firdaus@fmipa.unila.ac.id

Received 13-10-2021, Revised 05-03-2022, Accepted 16-03-2022  
Available Online 17-03-2022, Published Regularly April 2022

## ABSTRACT

Membrane separator has been successfully made which potential used for lithium batteries, membrane separators are used for the transfer process and prevent short circuits. In this study, the PVA/SiO<sub>2</sub> separator membrane was synthesized using the electrospinning method with variations in weight of SiO<sub>2</sub> (0, 0.6, 1.2, 2) wt%. SiO<sub>2</sub> used is the result of silica extraction of rice husks. The effect of adding SiO<sub>2</sub> to PVA to improve the characteristics of the membrane include porosity, and at high temperatures. The results of the membranes that have been successfully made PVA, and PVA/SiO<sub>2</sub> form nanofibers with a smaller diameter of the fiber when added SiO<sub>2</sub> which is ~ 220 nm, the smaller diameter increases the porosity of the membrane and improves the performance of the membrane stability at a temperature 165 °C.

Keywords: *electrospinning*; membrane; separator; *nanofiber*.

## ABSTRAK

Telah berhasil dibuat membrane separator yang berpotensi diaplikasikan untuk baterai litium-ion, membrane separator digunakan untuk proses transfer ion dan mencegah terjadinya arus pendek. Dalam penelitian ini membrane separator PVA/SiO<sub>2</sub> disintesis menggunakan metode *electrospinning* dengan variasi berat SiO<sub>2</sub> (0, 0.6, 1.2, 2) wt%. SiO<sub>2</sub> yang digunakan adalah hasil ekstraksi silika sekam padi. Pengaruh penambahan SiO<sub>2</sub> pada PVA untuk meningkatkan karakteristik membrane diantaranya porositas, dan stabilitas pada suhu tinggi. Hasil membrane yang berhasil dibuat PVA, dan PVA/SiO<sub>2</sub> membentuk serat nano dengan ukuran diameter serat semakin kecil ketika ditambahkan SiO<sub>2</sub> yaitu ~ 220 nm, ukuran diameter semakin kecil meningkatkan porositas membrane dan meningkatkan kinerja membrane dengan stabilitas suhu 165 °C

Kata kunci: *electrospinning*; membrane; separator; serat nano.

## PENDAHULUAN

Baterai lithium-ion merupakan jenis baterai sekunder yang dapat diisi ulang. Baterai ini banyak digunakan sebagai sumber energi pada berbagai perangkat elektronik portable seperti laptop, handphone, kamera digital dan saat ini digunakan juga sebagai baterai kendaraan listrik dan media penyimpanan energi stasioner karena memiliki karakteristik berupa kapasitas spesifik tinggi<sup>[1]</sup>, penggunaan dalam waktu lama (*lifetime*)<sup>[2]</sup>. dan memiliki tingkat self discharge yang rendah. Komponen utama yang terdapat pada baterai lithium-ion terdiri dari elektroda positif (katoda), elektroda negatif (anoda), cairan elektrolit, dan

separator<sup>[3]</sup>. Separator adalah komponen baterai berpori sebagai media transfer lithium-ion selama proses pengisian (charging) atau pengosongan (discharging). Sekaligus separator juga berfungsi untuk mencegah terjadinya aliran elektron (korsleting) dari kedua elektroda<sup>[4]</sup>. Separator yang baik memiliki karakteristik yang terdiri dari mikro struktur yang seragam<sup>[5]</sup>, porositas tinggi, serapan elektrolit tinggi<sup>[6]</sup>, daya tahan terhadap temperatur tinggi<sup>[1]</sup>, dan sifat mekanik kuat<sup>[3]</sup>. Saat ini ini bahan separator komersial menggunakan bahan dasar poly (ethylene) (PE) dan poly (propylene) (PP). Kelemahan separator berbahan dasar PE dan PP adalah porositas rendah dan tidak tahan terhadap suhu tinggi karena secara berturut-turut memiliki titik leleh 135°C dan 165°C<sup>[1]</sup>. Polimer lain yang dapat digunakan sebagai separator adalah Polyvinylalcohol (PVA), PVA memiliki titik leleh 200 °C. Separator berbahan dasar PVA memiliki peluang sebagai separator pada baterai yang mampu bekerja pada suhu tinggi. Untuk meningkatkan porositas material PVA dilakukan rekayasa dengan membentuk membran *nanofiber* yang dikompositkan dengan material anorganik yaitu Silika (SiO<sub>2</sub>). SiO<sub>2</sub> mempunyai karakteristik luas permukaan tinggi, adsorpsi yang kuat serta merupakan material berpori<sup>[5]</sup>. mengatakan bahwa SiO<sub>2</sub> mampu meningkatkan daya tahan membran serat-nano terhadap suhu tinggi, meningkatkan sifat mekanik, porositas dan penyerapan elektrolit<sup>[5]</sup>.

Sekam padi dikenal sebagai limbah pertanian yang mengandung cukup banyak jumlah silika, yang dapat diekstraksi dengan metode yang relatif sederhana untuk mendapatkan kemurnian tinggi, dan silika aktif. Penelitian<sup>[7-9]</sup> silika murni dapat diekstraksi dengan kemurnian berkisar 94-98% sebagai amorf dan reaktif. Dalam beberapa referensi, silika amorf dari sekam padi telah digunakan untuk persiapan dari berbagai bahan berbasis silika, seperti produksi nanosilika<sup>[10-13]</sup>, karbon nanopori<sup>[14,15]</sup>, silika gel<sup>[16]</sup>.

Sejalan dengan potensi Silika sekam padi dan penelitian Yanilmaz dkk, 2019 yang menyatakan bahwa SiO<sub>2</sub> dapat dapat meningkatkan ketahanan membran serat nano terhadap suhu tinggi dan meningkatkan porositas untuk absorpsi elektrolit. Maka pada penelitian bertujuan untuk sintesis nanofiber PVA/SiO<sub>2</sub> menggunakan metode *electrospinning* serta mengetahui pengaruh variasi penambahan SiO<sub>2</sub> terhadap struktur mikro, morfologi, ketahanan termal dan porositas dari nanofiber PVA/SiO<sub>2</sub> yang terbentuk.

## METODE

### Ekstraksi Silika Sekam Padi

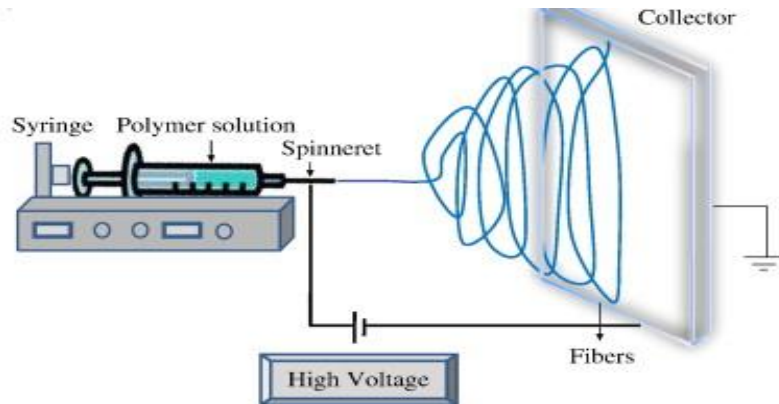
Sekam padi sebanyak 50 gr direndam dalam larutan NaOH 5%, dipanaskan hingga mendidih, didiamkan selama 24 jam menurut prosedur sebelumnya<sup>[17]</sup>. Kemudian disaring dengan kertas saring *whatman* 42 untuk memisahkan filtrate yang mengandung sol silika. Sol Silika yang diperoleh, ditetesi sedikit demi sedikit HNO<sub>3</sub> hingga membentuk gel. Silika gel yang diperoleh dipanaskan dalam oven pada suhu 105 °C hingga gel berubah menjadi serbuk, selanjutnya dihaluskan dengan mortar dan diayak dengan ukuran 200 mesh, hasil ayakan digunakan sebagai sumber silika.

### Persiapan Larutan *Precursor* PVA/SiO<sub>2</sub>

Persiapan larutan *precursor* dimulai dengan membuat larutan PVA 9 %wt kedalam aquades, larutan diaduk selama 1 jam dengan suhu 90 °C, setelah larutan homogen selanjutnya campurkan SiO<sub>2</sub> dengan variasi berat (0, 0.6, 1.2, 2 %wt) terhadap larutan PVA. Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 90 °C selama 30 menit untuk menghasilkan larutan yang homogen.

## Sintesis *Nanofiber* PVA/SiO<sub>2</sub>

Larutan PVA/SiO<sub>2</sub> yang telah dihasilkan kemudian dimasukkan kedalam *syringe* untuk menyemprotkan larutan komposit PVA/SiO<sub>2</sub> selama 3 jam dengan Jarak antara jarum semprot dengan kolektor, sejauh 15 cm, *high voltage* tegangan DC yang digunakan sebesar 20 KV, dan Kecepatan laju aliran polimer dibuat sebesar 2,0 ml/jam. Diagram skematik proses *electrospinning* seperti pada gambar 1.



**Gambar1.** Diagram skematik *set up* proses *electrospinning*<sup>[18]</sup>

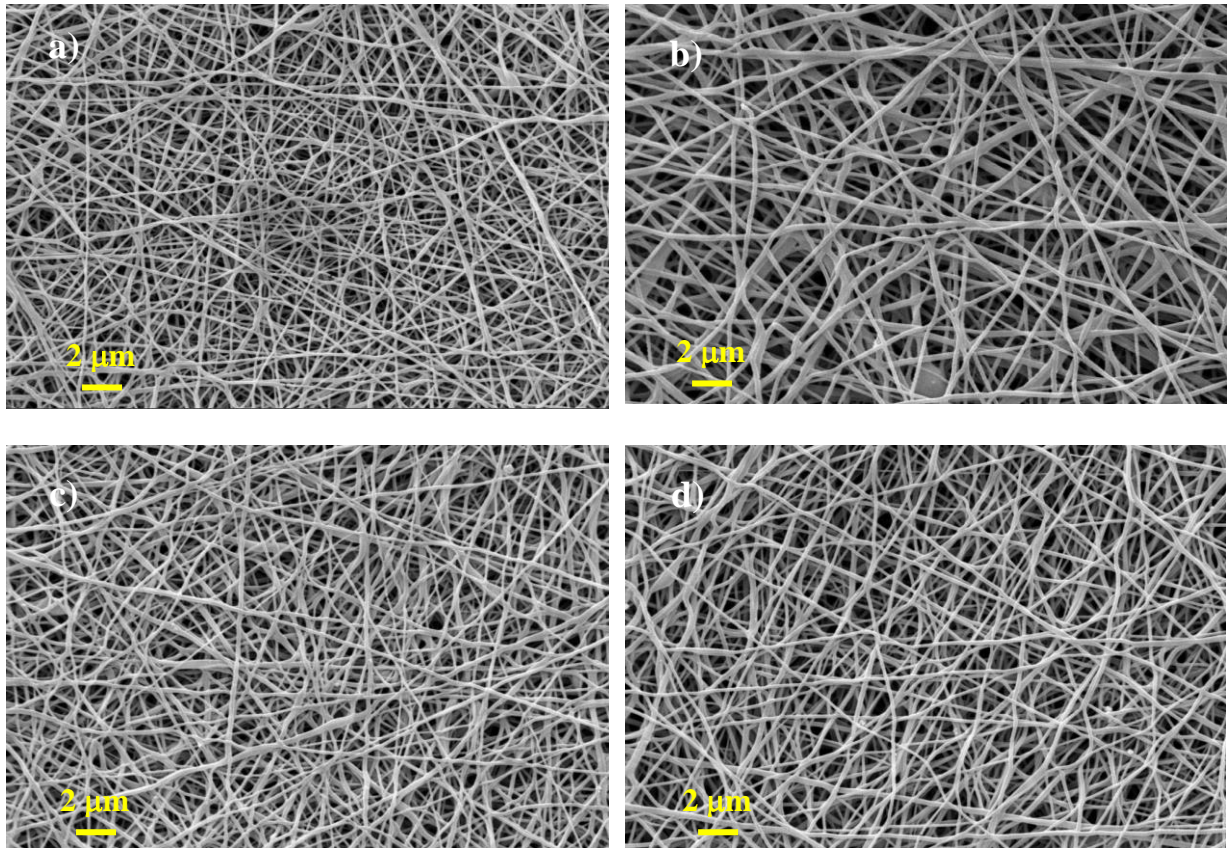
Membran komposit PVA/SiO<sub>2</sub> yang telah terbentuk kemudian di oven pada suhu 80 °C selama 8 jam. Pengeringan ini dilakukan agar pengotor organik serta pelarut yang masih terdapat pada membran dapat menguap sehingga diharapkan terbentuk membran separator yang murni terdiri dari PVA dan SiO<sub>2</sub>.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Mikrostruktur Komposit Nanofiber PVA/SiO<sub>2</sub>

Untuk mengetahui morfologi membran separator PVA dan PVA/SiO<sub>2</sub> dengan variasi berat SiO<sub>2</sub> (0, 0.6, 1.2, dan 2 wt %) dilakukan analisis menggunakan Scanning Electron Mircoscopy (SEM) Zeiss Evo MA 10 dengan perbesaran 10.000 x dan hasilnya ditunjukkan pada Gambar 2.

Pada gambar menunjukkan gambar SEM PVA dan PVA/SiO<sub>2</sub> dengan variasi berat SiO<sub>2</sub> (0, 0.6, 1.2, dan 2 wt %), membran separator yang terbentuk memiliki serat yang seragam dan porositas yang tinggi tanpa adanya beads dan agregasi partikel diamati dari semua membran separator berbasis PVA. Gambar SEM menunjukkan bahwa penambahan SiO<sub>2</sub> mengubah kekasaran permukaan dan diameter serat rata-rata. Serat lebih tipis dengan permukaan yang lebih halus dapat dilihat pada kandungan SiO<sub>2</sub> yang tinggi<sup>[5,19]</sup>. Diameter nanofiber rata-rata yang dihitung adalah PVA ~ 236 nm, dan menurun ketika ditambahkan SiO<sub>2</sub> yaitu berturut-turut ~ 232 nm, ~ 227 nm, dan ~ 220 nm. Penurunan diameter rata-rata nanofiber yang terbentuk tidak begitu signifikan dikarenakan kadar SiO<sub>2</sub> yang sedikit, namun tetap terdapat perubahan yaitu dengan meningkatnya kandungan SiO<sub>2</sub> menyebabkan diameter serat rata-rata lebih tipis yang dapat dikaitkan dengan gaya tolak SiO<sub>2</sub> yang membatasi belitan/keterikatan rantai polimer dan sehingga menyebabkan serat menjadi lebih tipis<sup>[19]</sup>.



**Gambar 2.** Gambar SEM membran separator a). PVA, b) PVA/SiO<sub>2</sub> (0.6 wt %), c) PVA/SiO<sub>2</sub> (1.2 wt %), d) PVA/SiO<sub>2</sub> (2 wt %)

### Porositas Komposit PVA/SiO<sub>2</sub>

Porositas di uji dengan merendam PVA, dan PVA/SiO<sub>2</sub> (0.6, 1.2, 2 wt %) dan PP sebagai variabel control. Pengujian porositas *membran* separator dilakukan untuk mengetahui kemampuan *afinitas* elektrolit suatu membran. Uji serapan menggunakan larutan n-butanol untuk menentukan nilai porositas secara kuantitatif menggunakan persamaan 1:

$$Porosity(\%) = \frac{W_{wet} - W_{dry}}{\rho V} \quad (1)$$

Dimana,  $W_{wet}$  adalah berat membran basah,  $W_{dry}$  adalah berat membran kering,  $\rho$  densitas n-butanol, dan  $V$  volume geometris membran. Penggunaan larutan ini karena n-butanol dapat masuk ke pori-pori dan mengisi celah dalam pori-pori membran. Tabel 1 merupakan hasil pengujian porositas PP, PVA, dan PVA/SiO<sub>2</sub>.

**Tabel 1.** Porositas membran pada suhu kamar

Membran	Porositas (%)
PVA	51
PVA/SiO <sub>2</sub> - 0.6	58
PVA/SiO <sub>2</sub> - 1.2	63
PVA/SiO <sub>2</sub> - 2	68
PP	41

Tabel 1 menunjukkan peningkatan porositas dengan semakin banyaknya penambahan SiO<sub>2</sub>. Hal ini berkorelasi dengan semakin kecil ukuran *fiber* (~236 nm) yang dihasilkan mengakibatkan terbentuknya pori-pori berdiameter lebih kecil, hal ini menyebabkan peningkatan nilai porositas separator, peningkatan nilai porositas terjadi akibat pengaruh penambahan SiO<sub>2</sub> sehingga banyak ruang yang tersedia di antara *fiber* yang lebih tipis<sup>[5]</sup>, dan dapat meningkatkan kemampuan membran separator PVA yang digunakan untuk transfer ion. Semakin besar porositas, semakin tinggi penyerapan elektrolit ketika diaplikasikan sebagai separator baterai<sup>[20]</sup>, dan sangat menguntungkan karena transportasi ion antar electrode semakin cepat dan dapat meningkatkan kinerja sifat elektrokimia yang lebih baik<sup>[19]</sup>.

### Shrinkage Ratio Komposit PVA/SiO<sub>2</sub>

*Shrinkage* (penyusutan) membran adalah salah satu karakteristik membran separator yang penting. Hasil uji penyusutan membran dihitung dengan persamaan:

$$S = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100\% \quad (2)$$

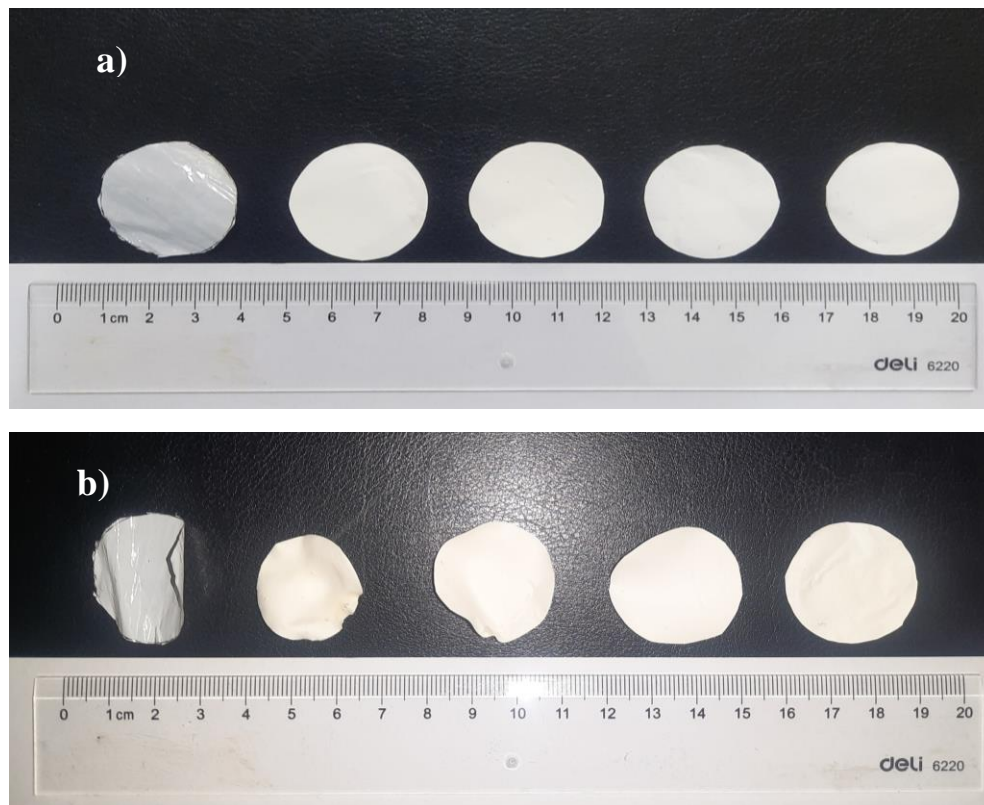
dimana  $A_0$  luas membran sebelum perlakuan panas,  $A_1$  luas membran setelah perlakuan panas. Rasio *shrinkage* membran ditentukan dengan memotong membran dengan diameter yang sama yaitu 3 cm kemudian dimasukkan ke dalam oven pada suhu 165 °C selama 30 menit. Hasil pengujian *shrinkage* membran dihitung ditunjukkan pada tabel 2.

**Tabel 2.** *Shrinkage Ratio* membran pada suhu kamar

Membran	A <sub>0</sub> (cm <sup>2</sup> )	A <sub>1</sub> (cm <sup>2</sup> )	S (%)
PVA	28.26	19.63	30.56
PVA/SiO <sub>2</sub> - 0.6	28.26	24.62	12.89
PVA/SiO <sub>2</sub> - 1.2	28.26	28.26	0
PVA/SiO <sub>2</sub> - 2	28.26	28.26	0
PP	28.26	11.34	59.89

Tabel 2. Menunjukkan hasil pengujian ketahanan termal setelah dipanaskan selama 30 menit pada suhu 165 °C terjadi penyusutan besar pada membran separator PP (komersial) 59.89 %, PVA 30.56% dan PVA/SiO<sub>2</sub> – 0.6 12.89% Penyusutan yang terjadi pada PP sangat signifikan, sehingga membran menyusut berubah menjadi lebih kecil. Ini berbahaya

jika diaplikasikan pada baterai dengan suhu kerja 150 °C, separator dengan bahan PP akan menyebabkan arus pendek, kebakaran hingga ledakan di baterai. Faktor penyebab terjadinya penyusutan dengan bahan PP adalah karena lelehnya Titik lebur PP adalah 135 °C, sehingga jika suhu mendekati atau di atas titik leleh akan menyebabkan penyusutan membran separator. Penyusutan membran separator pemisah PVA tanpa SiO<sub>2</sub> PVA 30.56% dan PVDF/SiO<sub>2</sub> – 0.6 12.89%. Penyusutan terjadi pada PVA tidak begitu signifikan, sehingga ketika digunakan pada baterai dengan area kerja 150 °C, baterai akan tetap aman walaupun akan terjadi sedikit gangguan karena penyusutan yang terjadi. Penyebab penyusutan PVA membran separator tanpa SiO<sub>2</sub> karena mendekati titik leleh PVA adalah 200 °C. Membran separator hasil tes ketahanan termal terlihat seperti pada gambar 3.



**Gambar 3** Foto membran separator PVA/SiO<sub>2</sub> (0, 0.6, 1.2, dan 2 wt %) dan PP (a). sebelum perlakuan panas dan (b) setelah perlakuan panas pada suhu 165 °C selama 30 menit.

## KESIMPULAN

Membran separator telah berhasil dibuat dengan diameter serat rata-rata PVA ~236 dan ukuran diameter rata-rata serat menurun ketika ditambahkan SiO<sub>2</sub> ~232 nm, ~227 nm, dan ~220 nm. Dengan penambahan SiO<sub>2</sub> mampu meningkatkan porositas membrane separator dari 58 menjadi 68% hal ini mampu meningkatkan ketika digunakan untuk penyerapan elektrolit dan transefer ion, dan membrane separator yang dibuat dengan variasi berat penambahan SiO<sub>2</sub> mampu meningkatkan kinerja saat pengujian termal dibandingkan dengan PP komersil dan PVA. Dari hasil yang ada membrane yang telah berhasil dibuat mempunyai potensi untuk diaplikasikan pada baterai Li-Ion.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada LPPM Universitas Lampung dukungan dana penelitian yang diberikan melalui Hibah BLU Universitas Penelitian Pemula Tahun 2021 No: 1636/UN26.21/PN/2021.

## DAFTAR PUSTAKA

- 1 Zhang, T., Cheng, X. B., Zhang, Q., Lu, Y., & Luo, G. 2016. Construction of a cathode using amorphous FePO<sub>4</sub> nanoparticles for a high-power/energy-density lithium-ion battery with long-term stability. *Journal of Power Sources*, 324, 52-60.
- 2 Wang, L., Wang, Q., Jia, W., Chen, S., Gao, P., & Li, J. 2017. Li metal coated with amorphous Li<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> via magnetron sputtering for stable and long-cycle life lithium metal batteries. *Journal of Power Sources*, 342, 175-182.
- 3 Li, Y., Li, Q., & Tan, Z. 2019. A review of electrospun nanofiber-based separators for rechargeable lithium-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 443, 227262.
- 4 Costa, C. M., Silva, M. M., & Lanceros-Méndez, S. J. R. A. 2013. Battery separators based on vinylidene fluoride (VDF) polymers and copolymers for lithium ion battery applications. *Rsc Advances*, 3(29), 11404-11417.
- 5 Yanilmaz, M., Lu, Y., Zhu, J., & Zhang, X. 2016. Silica/polyacrylonitrile hybrid nanofiber membran separators via sol-gel and electrospinning techniques for lithium-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 313, 205-212.
- 6 Alias, N., & Mohamad, A. A. 2015. Advances of aqueous rechargeable lithium-ion battery: A review. *Journal of Power Sources*, 274, 237-251.
- 7 Haslinawati, M. M., Matori, K. A., Wahab, Z. A., Sidek, H. A. A., & Zainal, A. T. 2009. Effect of temperature on ceramic from rice husk ash. *International Journal of Basic & Applied Sciences*, 9(9), 22-25.
- 8 Rafiee, E., Shahebrahimi, S., Feyzi, M., & Shaterzadeh, M. 2012. Optimization of synthesis and characterization of nanosilica produced from rice husk (a common waste material). *International nano letters*, 2(1), 1-8.
- 9 Ugheoke, B. I., & Mamat, O. 2012. A novel method for high volume production of nano silica from rice husk: Process development and product characteristics. *International Journal of Materials Engineering Innovation*, 3(2), 139-155.
- 10 Amutha, K., Ravibaskar, R., & Sivakumar, G. 2010. Extraction, synthesis and characterization of nanosilica from rice husk ash. *International Journal of Nanotechnology and applications*, 4(1), 61-66.
- 11 Dung, L. T. K., Hien, N. Q., Van Phu, D., & Du, B. D. 2017. Preparation and characterization of nanosilica from rice husk ash by chemical treatment combined with calcination. *Vietnam Journal of Chemistry*, 55(4), 455.
- 12 Liou, T. H., & Yang, C. C. 2011. Synthesis and surface characteristics of nanosilica produced from alkali-extracted rice husk ash. *Materials science and engineering: B*, 176(7), 521-529.
- 13 Carmona, V. B., Oliveira, R. M., Silva, W. T. L., Mattoso, L. H. C., & Marconcini, J. M. 2013. Nanosilica from rice husk: extraction and characterization. *Industrial Crops and Products*, 43, 291-296.
- 14 Mehta, A., & Ugwekar, R. P. 2015. Extraction of silica and other related products from rice husk. *International Journal of Engineering Research and Applications*, 5(8), 43-48.

- 15 Xu, H., Gao, B., Cao, H., Chen, X., Yu, L., Wu, K., & Fu, J. 2014. Nanoporous activated carbon derived from rice husk for high performance supercapacitor. *Journal of Nanomaterials*, 2014.
- 16 Tadjarodi, A., Haghverdi, M., Mohammadi, V. 2012. Preparation and characterization of nano-porous silica aerogel from rice husk ash by drying at atmospheric pressure. *Materials Research Bulletin*, 47, 584-2589.
- 17 Sembiring, S., Riyanto, A., Situmeang, R., Sembiring, Z., Susanti, N., & Firdaus, I. 2020. Effect of amorphous rice husk silica addition on the structure of asphalt composite. *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 30(4), 113-118.
- 18 Bhardwaj, N., & Kundu, S. C. 2010. Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology advances*, 28(3), 325-347
- 19 Yanilmaz, M. 2019. Evaluation of electrospun PVA/SiO<sub>2</sub> nanofiber separator membranes for lithium-ion batteries. *The Journal of The Textile Institute*, Volume 111, Issue 3
- 20 Ade Putra, O., Ilham, B. M., & Widiyandari, H. 2021. The Physicochemical Properties of PVDF/SiO<sub>2</sub> Composite Nanofibers for Potential Application of Lithium-Ion Battery Separators. *Materials Science Forum*, 1044, 81–87.