

PENGARUH PENAMBAHAN ETILEN CARBONAT (EC) PADA MORFOLOGI POLIMER ELEKTROLIT BERBASIS PCL

Wahyudianingsih, Evi Yulianti, Deswita, Sudaryanto

Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang

ABSTRAK

Telah dilakukan pengamatan pengaruh penambahan Etilen Carbonat pada morfologi polimer elektrolit berbasis PCL dengan teknik Scanning Electron Microscope dengan perbesaran sebanyak 500x dan disertai analisis semi kuantitatif dengan teknik Energi-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). Pembuatan sampelelektrolit polimer dilakukan dengan metoda casting dimana polimer dilarutkan dalam pelarut tetra hidrofuran (THF) dilanjutkan dengan penambahan garam litium sertap plasticizer yaitu etilen karbonat dengan komposisi (0–60%) w/w. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa semakin banyak penambahan plasticizer butir-butir polimer semakin mengembang (swelling) dan tingkat kelarutan garam litium didalam matriks polimer juga semakin meningkat. Hal ini diperkuat dengan data EDS dari sampel elektrolit polimer. Dari hasil pengamatan diperoleh komposisi optimum penambahan plasticizer EC terhadap sifat elektrolit polimer berbasis PCL adalah 20%.

Kata-kata kunci: Polikaprolakton, SEM, EtilenKarbonat

ABSTRACT

Investigation on the effect of Ethylene Carbonate addition into PCL based polymer electrolyte by Scanning Electron Microscope with magnification of 500 times and semi quantitative analysis using Energi-dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) have been done. Synthesis of polymer electrolyte sample was carried out by casting method whereas the polymer was dissolved in tetrahydrofurane (THF) solvent followed by addition of lithium salt and ethylene carbonate plasticizer with composition variation of 0 - 60 w/w.%. The results showed that increasing amount of plasticizer caused the swelling of polymer grains and increasing of lithium salt solubility in polymer matrix. These results were confirmed by EDS data from polymer electrolyte sample. The results of investigation also showed that the optimum composition of EC plasticizer for PCL based polymer electrolyte is 20%.

Keywords: Polyprolactone, SEM, Ethylene Carbonate

PENDAHULUAN

Teknologi hibrida yang ramah lingkungan menarik perhatian banyak orang utamanya para pemerhati lingkungan. Hal ini disebabkan karena penggunaan teknologi hibrida menjadi kunci yang strategis untuk memenuhi standard baku mutu emisi gas buang yang ketat. Sistem penggerak hibrida adalah setiap system penggerak yang menggunakan kombinasi perangkat energy antara lain mesin pembakaran internal, baterai dan motor listrik untuk menggerakkan kendaraan bermotor. Energi listrik yang dapat disimpan dalam system baterai mudah dialihkan menjadi bentuk energy lainnya [1].

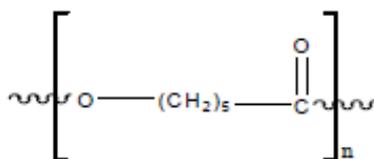
Penggunaan baterai sebagai sumber energy praktis semakin meningkat seiring dengan meningkatnya pemakaian piranti

elektronika. Sejak pertama kali ditemukan, penggunaan baterai berkembang secara luas. Berdasarkan komponen penyusunnya, baterai terdiri dari tiga komponen utama yaitu: anoda (elektroda negatif), katoda (elektroda positif) dan elektrolit. Elektrolit baterai dapat berupa cairan maupun berupa padatan, namun baterai dengan elektrolit cair memiliki kelemahan diantaranya rentan terhadap kebocoran, mudah terbakar dan bersifat beracun. Baterai dengan elektrolit pada lebih aman digunakan karena system elektrolit padat mempunyai kelebihan, diantaranya: desain yang sederhana, tahan kejutan dan getaran, tahan karat, serta cocok untuk di miniaturisasikan, dan dapat dibuat dalam berbagai bentuk yang diinginkan [2,3,4].

Pada saat ini elektrolit padat banyak menggunakan bahan berbasis polimersintetis.

Penggunaan polimer sintetis sebagai bahan elektrolit padat semakin banyak diteliti pada dekade terakhir ini. Polimer-polimer seperti polivinil klorida (PVC), PVdF serta poli metilmetakrilat (PMMA) telah banyak diteliti sebagai bahan polimer elektrolit[3,5,6]. Namun, polimer sintetis memiliki kelemahan selain harganya yang mahal, dampak lingkungan akibat menumpuknya sampah teknologi juga menjadi salah satu permasalahan yang sering muncul, karena bahan yang digunakan sulit terbiodegradasi oleh alam. Pengembangan system baterai baru berbasis material ramah lingkungan yang tidak beracun dan tidak berbahaya sangat penting dilakukan. Salah satu polimer yang memiliki sifat biodegradabel yang dikembangkan sebagai elektrolit padat yaitu polikaprolakton [7-8].

Pada tahun 1973 ditemukan suatu semi kristalin polyester alifatik, yaitu polikaprolakton (Gambar 1). Poliester ini ternyata tahan terhadap air dan mudah dibentuk menjadi lembaran, botol, dan perlengkapan plastic lainnya. Polikaprolakton (PCL) adalah plastic biodegradable bersifat termoplastik yang disintesis dari penurunan minyak mentah dan di ikuti oleh proses polimerisasi pembukaan cincin. Polikaprolakton (PCL) memiliki sifat tahan terhadap air, minyak, dan pelarut klorin, mempunyai kekentalan rendah, mudah diproses secara termal, serta mempunyai titik leleh yang rendah, dan memiliki sifat mekanik yang cukup baik.



Gambar 1. Struktur Polikaprolakton (PCL)

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan elektrolit padat dari bahan polimer yaitu polikaprolakton (PCL). Polimer pada umumnya bersifat isolator. Agar polimer bisa menghantarkan ion, maka harus dimodifikasi sedemikian rupa agar konduktivitasnya mengalami peningkatan. Salah satu cara yang paling mudah adalah dengan menambahkan garam-garam litium seperti LiClO₄ ke dalam matriks polimer. Untuk polimer yang bersifat larut dalam pelarut organic non polar seperti PCL ini, penambahan garam hanya bisa dilakukan dalam jumlah terbatas, karena kelarutan garam dalam pelarut organic juga terbatas. Sehingga konduktivitas polimer elektrolit yang dihasilkan juga masih rendah. Salah satu alternative cara untuk meningkatkan

kelarutan garam adalah dengan menambahkan plastisizer[9-12].

Pada penelitian sebelumnya telah diteliti pengaruh penambahan plastisizer propilen karbonat (PC) terhadap morfologi serta kelarutan garam LiClO₄ pada matriks polimer elektrolit berbasis Poli kapro lakton (PCL)[13]. Dalam penelitian ini akan diamati pengaruh penambahan jenis plastisizer lain yaitu etilen karbonat (EC) terhadap morfologi dan kelarutan garam LiClO₄ serta dibandingkan antara kedua jenis plastisizer sehingga bisa dipilih jenis plastisizer yang terbaik untuk system polimer elektrolit berbasis polikaprolakton (PCL).

METODE PERCOBAAN

Bahan dan Alat

Bahan-bahan pada penelitian ini adalah : Polikaprolakton (PCL), tetrahidrofuron (THF), LiClO₄, Etilen karbonat (EC). Peralatan yang digunakan terdiri atas *beaker glass*, timbangan, spatula, *magnetic stirrer*, cawan petri, oven vakum, *Scanning Electron Microscope* (SEM).

Cara Kerja

Pembuatan sampel elektrolit polimer dilakukan dengan metoda casting dimana polimer polikaprolakton (PCL) dilarutkan dalam pelarut *Tetrahidrofuron* (THF). PCL di tambahkan sedikit demi sedikit ke dalam THF sambil di aduk dengan pengaduk magnet sampai PCL larut semua, dilanjutkan dengan penambahan garam litium (LiClO₄) sambil terus diaduk sampai semua garam larut selama kurang lebih 30 menit. Kemudian di tambahkan plastisizer etilen karbonat (EC) dan pengadukan terus dilanjutkan sampai semua plastisizer tercampur dengan homogen selama 1,5 jam. Komposisi EC yang ditambahkan 10% ; 20% ; 40% dan 60% w/w. Setelah semua larut kemudian dituang ke dalam cawan petri dan dikeringkan dalam oven vakum selama 5 hari pada temperature ruang. Setelah sampel kering dikarakterisasi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Morfologi PCL dengan variasi penambahan Etilen karbonat (EC).

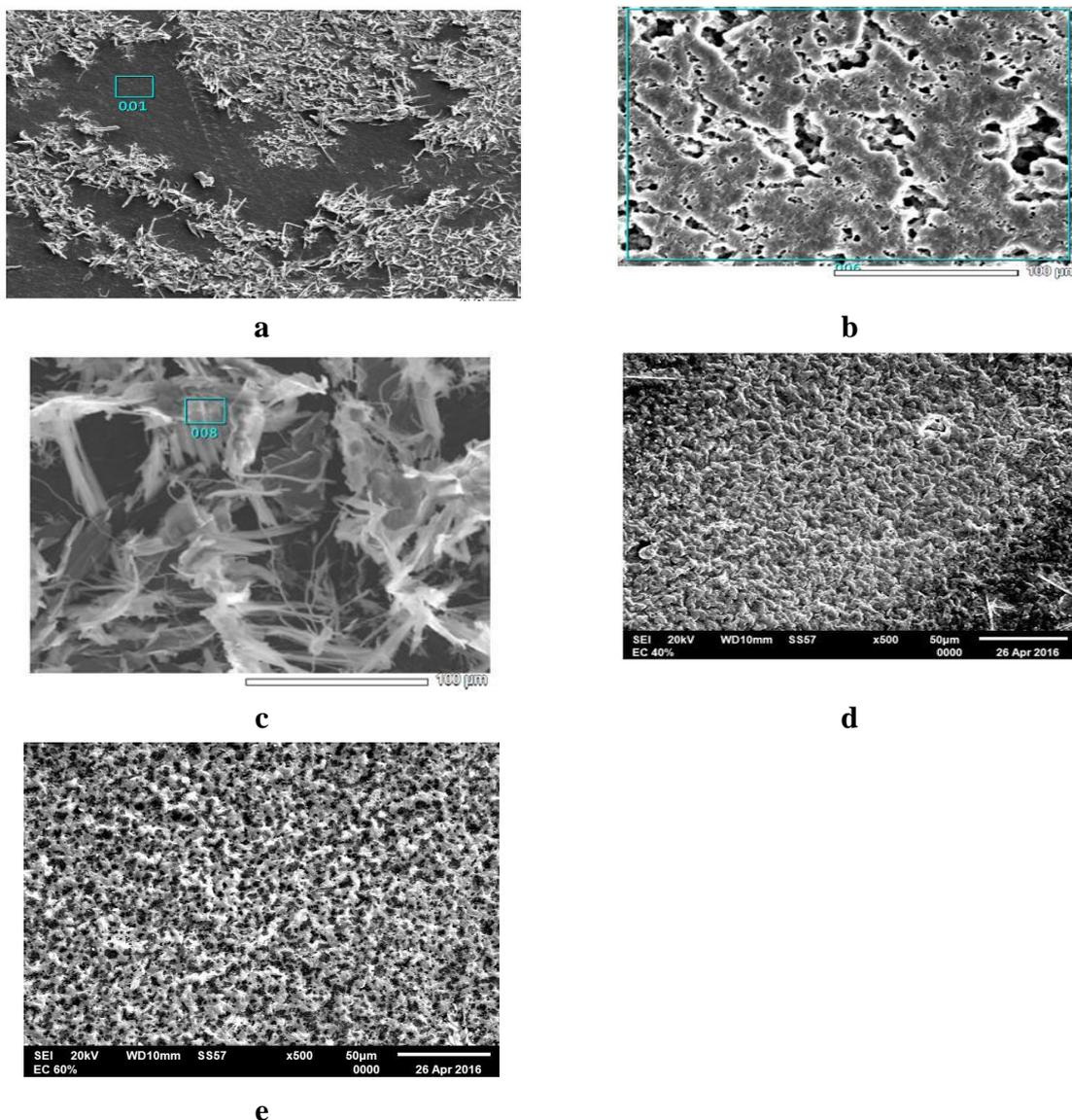
Hasil pengamatan dengan SEM dengan perbesaran sebanyak 500x terhadap sampel elektrolit polimer berbasis PCL yang telah ditambahkan plastisizer etilen karbonat dapat dilihat pada gambar 2 dibawah ini :

Dari Gambar 2a merupakan hasil foto SEM terhadap sampel polimer PCL/LiClO₄

yang belum ditambahkan plastisizer etilen karbonat (EC). Sedangkan Gambar 2b merupakan polimer PCL/LiClO₄ telah ditambahkan plastisizer sebanyak 10%. Dari gambar terlihat perbedaan morfologi antara polimer yang belum ditambahkan plastisizer dengan yang sudah diberi plastisizer. Pada polimer PCL/LiClO₄ yang non plastisizer terlihat butir-butir polimer masih sangat rapat dan terlihat kristal-kristal garam pada permukaannya. Sedangkan pada Gambar 2b yaitu polimer PCL/LiClO₄ yang telah ditambah plastisizer sebanyak 10%, butir-butir polimer sudah mulai terlihat walau tidak beraturan dan batas-batasnya belum terlihat dengan nyata, dan terdapat pori-pori diantara butir-butir tersebut. Penambahan plastisizer sebanyak 20% (Gambar 2c) pada spot yang dipilih hanya memperlihatkan kristal garam LiClO₄ yang

terdapat pada permukaan film PCL, yang menunjukkan garam LiClO₄ masih tidak terlarut pada matriks film PCL. Fenomena ini sangat berbeda dengan penambahan plastisizer propilen karbonat (PC) pada film PCL [13].

Pada penambahan EC selanjutnya sebanyak 40% (Gambar 2d) terlihat butir-butir polimer terlihat beraturan dengan ukuran yang hampir seragam. Sedangkan penambahan plastisizer sebanyak 60% (Gambar 2e) menghasilkan morfologi yang hampir sama dengan penambahan plastisizer 40%. Hanya ukuran butir yang dihasilkan lebih kecil. Ini berkaitan dengan dengan tingkat swelling polimer akibat pelarutan garam dalam matriks polimer seperti ditemukan oleh peneliti lain [14,15].

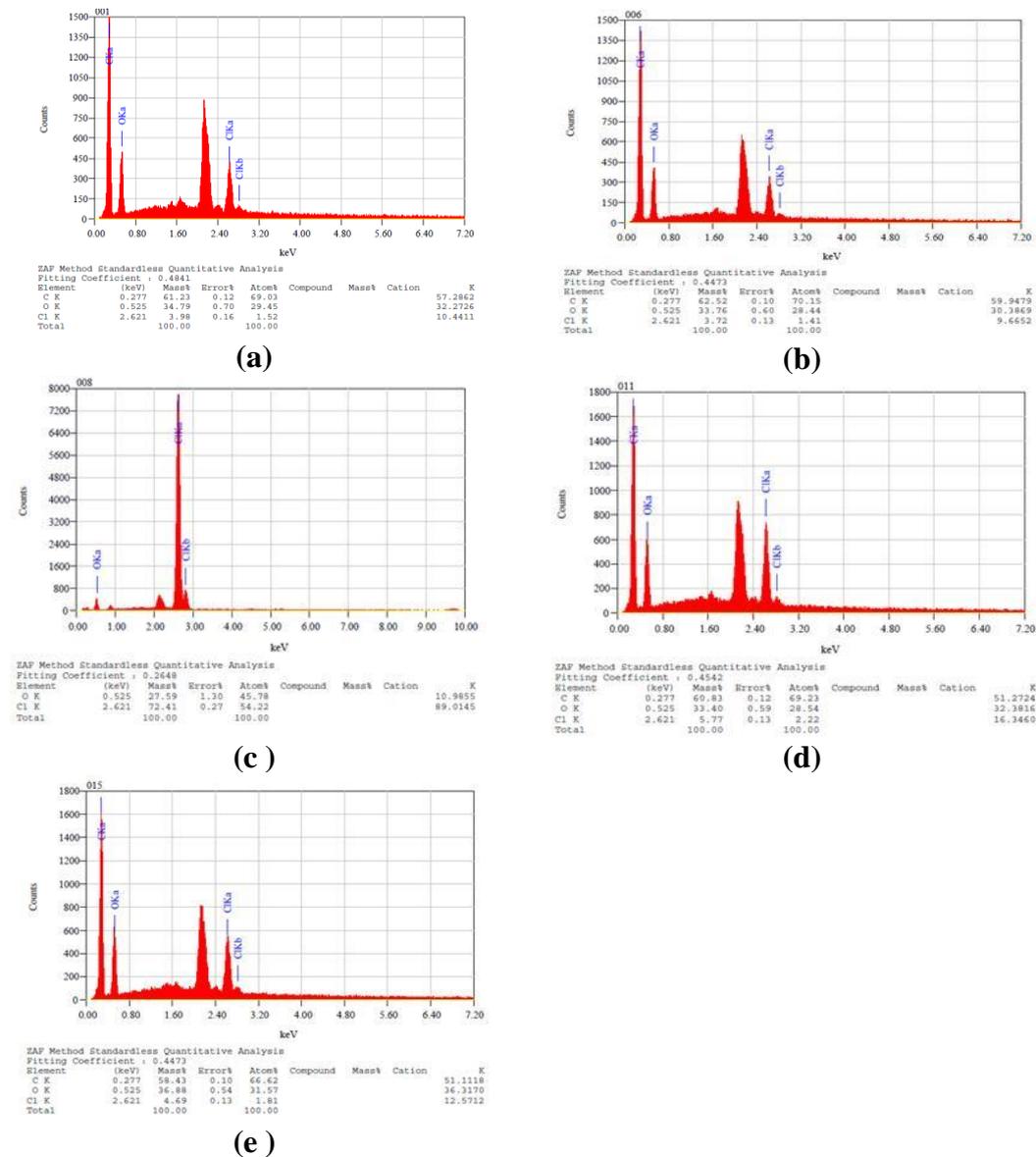


Gambar 2. Morfologi elektrolit polimer polikaprolakton (PCL/LiClO₄) variasi penambahan plastisizer Etilen karbonat (EC) a). 0%, b). 10%, c). 20%, d). 40%, e). 60%

Analisis Semikuantitatif kelarutan garam Li dalam matriks polimer PCL dengan penambahan plastisizer Etilen karbonat (EC).

Tingkat kelarutan garam dalam matriks polimer elektrolit sangat menentukan kualitas elektrolit polimer karena berperan dalam meningkatkan konduktivitas elektrolit polimer. Kelarutan garam dalam pelarut organik dan matriks polimer terbatas, memerlukan

penambahan plastisizer yang mempunyai konstanta dielektrik tinggi[6,16]. Pengaruh penambahan plastisizer ini dapat dilihat dari hasil pengukuran dengan teknik EDS (*Electron Dispersive Spectrometry*). Hasil pengukuran dengan EDS terhadap sampel PCL/LiClO₄ dengan penambahan plastisizer bervariasi dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil pengukuran EDS terhadap elektrolit polimer polikaprolakton (PCL) variasi penambahan plastisizer Etilen Karbonat (EC) a).0%, b) 10%, c).20%, d) 40% dan e). 60%

Hasil pengukuran dengan EDS terhadap film PCL/LiClO₄ yang belum diberi plastisizer menunjukkan bahwa tingkat kelarutan garam

sebanyak 3,98% yang ditunjukkan oleh kadar unsur Cl yang terdapat pada film. Penambahan plastisizer sebanyak 10% belum berpengaruh

terhadap tingkat kelarutan garam LiClO_4 pada matriks PCL yaitu masih sekitar 3,72%. Pada penambahan plastisizer sebanyak 20%, justru kadar unsur Cl sangat tinggi yaitu 72,41%. Ini tidak menunjukkan kelarutan garam dalam matriks polimer, karena dari gambar SEM terlihat bahwa spot yang dipilih untuk analisis EDS merupakan kristal-kristal garam yang terdapat pada permukaan film PCL.

Pada penambahan plastisizer sebanyak 40% terlihat kadar garam terlarut pada matriks polimer sebanyak 5,77%, sedangkan pada penambahan plastisizer sebanyak 60% tingkat kelarutan garam adalah 4,69%. Penurunan ini disebabkan penambahan plastisizer sudah jenuh dan membentuk kluster-kluster yang akan menghalangi ikatan ion ion pada garam dengan matriks polimer[11]. Terlihat bahwa penambahan EC sebanyak 40% merupakan komposisi optimal untuk system polimer elektrolit berbasis polikaprolakton (PCL).

Pengamatan morfologi dan EDS menunjukkan bahwa tingkat kelarutan garam pada matriks polimer berhubungan dengan ukuran butir polimer. Makin banyak garam terlarut dalam matriks polimer maka ukuran butir polimer juga makin besar (makin *swelling*). Dan begitu juga sebaliknya.

Bila dibandingkan pengaruh penambahan plastisizer etilen karbonat (EC) dengan propilen karbonat dari penelitian sebelumnya terhadap polimer polikaprolakton (PCL), didapatkan bahwa penambahan plastisizer PC memberikan hasil yang hampir sama. Dari hasil pengamatan SEM didapatkan penambahan plastisizer PC memberikan butiran yang lebih seragam, dan kelarutan garamnya pada penambahan 40% sebesar 5,52% [13]. Sedangkan penambahan EC pada konsentrasi rendah ($\leq 20\%$) hasil SEM menunjukkan butiran tidak seragam dan kelarutan garam pada penambahan 40% sebesar 5,77%.

KESIMPULAN

Dari pengamatan morfologi film elektrolit polimer berbasis polikaprolakton dapat disimpulkan bahwa semakin banyak penambahan plasticizer butir-butir polimer semakin mengembang (*swelling*) dan tingkat kelarutan garam litium didalam matriks polimer juga semakin meningkat. Hal ini diperkuat dengan data EDS dari sampel elektrolit polimer. Dari hasil pengamatan diperoleh komposisi optimum penambahan plasticizer EC terhadap sifat elektrolit polimer berbasis PCL adalah 40%. Penambahan EC

sebagai plasticizer memberikan hasil yang tidak jauh berbeda dengan plasticizer PC, sehingga keduanya bisa digunakan sebagai aditif pada polimer elektrolit PCL.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih atas segala bantuan dan perhatiannya dari SINAS Baterai.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] http://www.altenergymag.com/content.php?issue_number=05.06.01&article=naftc
- [2] P. Periasamy, K. Tatsumi, M. Shikano, T. Fujieda, Y. Saito, T. Sakai, M. Mizuhata, A. Kajinami, and S. Deki, "Studies on PVdF-based gel polymer electrolytes," *J. Power Sources*, vol. 88, no. 2, pp. 269–273, 2000.
- [3] M. M. Noor, M. a Careem, S. R. Majid, and a K. Arof, "Characterisation of plasticised PVDF-HFP polymer electrolytes," *Mater. Res. Innov.*, vol. 15, no. s2, pp. s157–s160, 2011.
- [4] Sudaryanto, E. Yulianti, and Patimatuzzohrah, "Structure and properties of solid polymer electrolyte based on chitosan and ZrO_2 nanoparticle for lithium ion battery," in *AIP Conference Proceeding*, 2016, vol. 1710, pp. 020003–1.
- [5] M. Y. A. Rahman, A. Ahmad, T. K. Lee, Y. Farina, and H. M. Dahlan, "Effect of Ethylene Carbonate (EC) Plasticizer on Poly (Vinyl Chloride)-Liquid 50% Epoxidised Natural Rubber (LENR50) Based Polymer Electrolyte," *Mater. Sci. Appl.*, vol. 2, no. July, pp. 818–826, 2011.
- [6] C. Kuo, W. Li, P. Chen, J. Liao, C. Tseng, and T. Wu, "Effect of Plasticizer and Lithium Salt Concentration in PMMA- based Composite Polymer Electrolytes," vol. 8, pp. 5007–5021, 2013.
- [7] M. F. Shukur, Y. M. Yusof, S. M. M. Zawawi, H. a Illias, and M. F. Z. Kadir, "Conductivity and transport studies of plasticized

- chitosan-based proton conducting biopolymer electrolytes," *Phys. Scr.*, vol. T157, p. 014050, 2013.
- [8] M. F. Z. Kadir, Z. Aspanut, R. Yahya, and a K. Arof, "Chitosan-PEO proton conducting polymer electrolyte membrane doped with NH₄NO₃," *Mater. Res. Innov.*, vol. 15, no. s2, pp. s164-s167, 2011.
- [9] Y. Tokiwa, B. P. Calabia, C. U. Ugwu, and S. Aiba, "Biodegradability of plastics," *Int. J. Mol. Sci.*, vol. 10, no. 9, pp. 3722-3742, 2009.
- [10] H. J. Woo, C.-W. Liew, S. R. Majid, and a. K. Arof, "Poly(ϵ -caprolactone)-based polymer electrolyte for electrical double-layer capacitors," *High Perform. Polym.*, vol. 26, no. 6, pp. 637-640, 2014.
- [11] H. J. Woo, S. R. Majid, and A. K. Arof, "Effect of ethylene carbonate on proton conducting polymer electrolyte based on poly(ϵ -caprolactone) (PCL)," *Solid State Ionics*, vol. 252, pp. 102-108, 2013.
- [12] C. P. Fonseca, F. Cavalcante, F. A. Amaral, C. A. Zani Souza, and S. Neves, "Thermal and Conduction Properties of a PCL-biodegradable Gel Polymer Electrolyte with LiClO₄, LiF₃CSO₃, and LiBF₄ Salts," *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 2, pp. 52-63, 2007.
- [13] Wahyudianingsih, E. Yulianti, Deswita. "Studi morfologi bahan polimer elektrolit berbasis PCL dengan Teknik Scanning Electron Microscope", Prosiding Seminar Nasional XIX "Kimia dalam Pembangunan", JASA KIAI, Yogyakarta, Mei 2016
- [14] S. A. Mohamed, A. A. Al-Ghamdi, G. D. Sharma, and M. K. El Mansy, "Effect of ethylene carbonate as a plasticizer on CuI/PVA nanocomposite: Structure, optical and electrical properties," *J. Adv. Res.*, vol. 5, no. 1, pp. 79-86, 2014.
- [15] C. Y. Chiang, Y. J. Shen, M. J. Reddy, and P. P. Chu, "Complexation of poly(vinylidene fluoride):LiPF₆ solid polymer electrolyte with enhanced ion conduction in 'wet' form," *J. Power Sources*, vol. 123, no. 2, pp. 222-229, 2003.
- [16] S. Aziz, "Li⁺ ion conduction mechanism in poly (ϵ -caprolactone)-based polymer electrolyte," *Iran. Polym. J.*, vol. 22, no. 12, pp. 877-883, 2013.

TANYA JAWAB

Ambyah Suliwarno

- Apa fungsi dari plastisizer
- Bagaimana cara kerja dari elektrolit padat.

Wahyudianingsih

- Fungsi plastisizer adalah untuk meningkatkan kelarutan garam sehingga makin banyak ion dalam matrik polimer akibatnya konduktivitas makin meningkat.
- Cara kerja dari elektrolit padat: ion lithium akan terikat pada gugus fungsi yang terdapat dalam matrik polimer dan ion lithium akan berpindah dari gugus-gugus aktif yang ada pada rantai polimer.