TUGAS AKHIR – SF 184801

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA LITHIUM MANGAN FOSFAT DENGAN DOPING COBALT ($LiMn_xCo_{1-x}PO_4$) MELALUI *SOLID STATE REACTION*

Rheina Aurely Shavira
NRP 01111640000083

Dosen Pembimbing I
Dr. M. Zainuri, M. Si

Dosen Pembimbing II
Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M. T

DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Sains
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

2019

TUGAS AKHIR – SF184801

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA LITHIUM MANGAN FOSFAT DENGAN DOPING COBALT ($LiMn_xCo_{1-x}PO_4$) MELALUI *SOLID STATE REACTION*

Rheina Aurely Shavira
NRP. 01111640000083

Dosen Pembimbing I
Dr. M. Zainuri, M. Si

Dosen Pembimbing II
Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M. T

DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Sains
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2019

FINAL PROJECT – SF184801

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ACTIVE CATHODE MATERIAL LITHIUM MANGANESE PHOSPAT WITH COBALT DOPING ($LiMn_xCo_{1-x}PO_4$) USING SOLID STATE REACTION

Rheina Aurely Shavira
NRP 01111640000083

Supervisor I
Dr. M. Zainuri, M. Si

Supervisor II
Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M. T

PHYSICS DEPARTEMENT
Faculty of Science
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2019

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA LITHIUM MANGAN FOSFAT DENGAN DOPPING COBALT ($LiMn_xCo_{1-x}PO4$) MELALUI SOLID STATE REACTION

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Sains
Pada
Bidang Studi Material
Program Studi S-1 Departemen Fisika
Fakultas Sains
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh
Rheina Aurely Shavira
01111640000083

Disetujui Oleh Pembimbing Tugas Akhir:

Dr. Mochamad Zainuri, M.Si (.....)
NIP. 19640130199002. 1001

Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T (.....)
NIP. 19651225198701. 1001

Surabaya, Desember 2019

KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
DEPARTEMEN FISIKA

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA LITHIUM MANGAN FOSFAT DENGAN DOPING COBALT ($LiMn_xCo_{1-x}PO_4$) MELALUI *SOLID STATE REACTION*

Nama : **Rheina Aurely Shavira**
NRP : **01111640000083**
Departemen : **Fisika, Fakultas Sains – ITS**
Pembimbing I : **Dr. Mochamad Zainuri, M.Si**
Pembimbing II : **Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T**

ABSTRAK

Material komposit lithium mangan fosfat dengan *coating* karbon ($LiMn_xCo_{1-x}PO_4$/C) dan variasi doping ion Co (1-x=0,1; 0,2; 0,3) sebagai katoda baterai ion lithium telah berhasil disintesis dengan metode *solid state reaction* menggunakan teknik *wet ball milling*. Bahan baku MnO_2, H_3PO_4, Co_2O_3 *dimilling* dan dikalsinasi 7 jam pada suhu 500°C, dicampur dengan $LiOH \cdot H_2O$ dan sumber karbon 12wt% dengan cara di*milling* lalu disintering 9 jam pada suhu 750°C dengan gas inert N_2. Slurry di*coating* pada lembar Aluminium dengan ketebalan 0,008mm. Serbuk dan lembaran yang telah disintesis dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM-EDS, PSA, CV, CD dan EIS. Olivine $LiMnPO_4$ merupakan fasa utama yang teramati. Terdapat fasa sekunder pada semua sampel. Penambahan konsentrasi doping Co menghambat pertumbuhan fasa olivine dan memicu pertumbuhan fasa $Li_4O_7P_2$ serta meningkatkan nilai konduktifitas elektrik, namun menurunkan nilai konduktifitas ionic baterai LMP. Secara keseluruhan, baterai dengan variasi doping Co 0,3 pada katoda LMP/C memiliki konduktivitas total yang paling tinggi dengan nilai sebesar 4.80×10^{-4} S/cm dan memiliki performa terbaik diantara variasi doping lainnya dengan kapasitas spesifik 137-141 mAHr/g.

Kata kunci - *Baterai ion lithium, Kapasitas spesifik, Konduktivitas ionik dan elektrik, Lithium Manganese Phosphate, Solid State reaction.*

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ACTIVE CATHODE MATERIAL LITHIUM MANGANESE PHOSPATE WITH COBALT DOPING ($LiMn_xCo_{1-x}PO_4$) USING SOLID STATE REACTION

Name	**: Rheina Aurely Shavira**
NRP	**: 01111640000083**
Deprtement	**: Fisika, Fakultas Sains – ITS**
Supervisor I	**: Dr. Mochamad Zainuri, M.Si**
Supervisor II	**: Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T**

ABSTRACT

A cathode material, lithium manganese phosphate composite with carbon coating ($LiMn_xCo_{1-x}PO_4$/C) and Co doping ions (1-x = 0.1; 0.2; 0.3) for lithium ion battery has been successfully synthesized by the solid-state reaction method using wet ball milling technique. The raw materials of MnO_2, H_3PO_4, Co_2O_3 are milled and calcined for 7 hours at 500^oC, then mixed with $LiOH{\cdot}H_2O$ and carbon source 12wt% by milling and sintered 9 hours at 750^oC N_2 inert gas atmosphere. Slurry coated on Aluminum sheet with a thickness of 0.008mm. The synthesized powders and sheets were characterized using XRD, SEM-EDS, PSA, CV, CD and EIS. Olivine LiMnPO4 is the main phase observed. There is a secondary phase in all samples. The addition of Co doping concentration inhibits the growth of the olivine phase and triggers the growth of the $Li_4O_7P_2$ phase, also increases the value of electrical conductivity, but decreases the ionic conductivity value of LMP batteries. Overall, LMP/C cathode batteries with Co doping variations of 0.3 give the highest conductivity with a value of 4.80×10^{-4} S/cm and have the best performance among the other doping variations with a specific capacity of 137-141 mAHr/g.

Keywords *– Electric and ionic conductivity, Lithium ion battery, Lithium Manganese Phosphate, Solid State reaction, Specific capacity.*

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur Penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga dapat menyelesaikan Tugas Akhir di Departemen Fisika Fakultas Sains ITS dengan judul **"Sintesis Dan Karakterisasi Material Aktif Katoda Lithium Mangan Fosfat Dengan Doping Cobalt ($LiMn_xCo_{1-x}PO_4$) Melalui *Solid State Reaction*".** Penulis menyadari bahwa terselesainya penyususnan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Keluarga tercinta, kedua orang tua serta adik yang selalu memberikan do'a serta dukungan moral maupun spiritual tiada henti selama masa perkuliahan hingga menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Bapak Dr. M. Zainuri, M.Si selaku dosen pembimbing tugas akhir dan bapak Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T selaku pembimbing II tugas akhir dalam memberi bimbingan, wawasan dan nasehat hingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir dengan baik
3. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng selaku Kepala Departemen Fisika Fakultas Sains ITS yang telah memberikan kemudahan sarana selama kuliah sampai terselesainnya Tugas Akhir ini.
4. Bapak Dr.rer.nat Tri wikantoro, M.Si selaku Ketua Laboratorium Material
5. Bapak Dr. Abdulloh Rifai S.T., M.Eng., Bapak Achmad Subhan S.Si, M.T yang telah memberikan bimbingan, arahan, waktu, dan tenaga kepada penulis untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.
6. Mbak Ajeng Najihah dan Mbak Nindita Kirana yang telah membantu membimbing penulis dalam proses sintesis dan karakterisasi.
7. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu

Penulis menyadari bahwa dalam proses penyusunan laporan ini masih belum sempurna sehingga penulis meminta kritik dan saran pembaca yang dapat menyempurnakan laporan ini. Segala bentuk kekurangsempurnaan harap dimaklumi. Akhir kata semoga Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak. Aamiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, Desember 2019

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL ..... **i**
COVER PAGE ..... **ii**
LEMBAR PENGESAHAN ..... **iii**
ABSTRAK ..... **iv**
ABSTRACT ..... **v**
KATA PENGANTAR ..... **vi**
DAFTAR ISI ..... **vii**
DAFTAR TABEL ..... **x**
DAFTAR GAMBAR ..... **xi**
BAB I PENDAHULUAN **1**
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 2
1.3 Tujuan Penelitian 2
1.4 Batasan Masalah 2
1.5 Sistematika Laporan 3
1.6 Sistematika Penulisan 3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA **5**
2.1 Baterai 5
2.2 Baterai Sekunder 5
2.3 Baterai Lithium-Ion 6
2.4 Bahan Katoda Li-Ion Sel 7
2.5 Lithium Metal Phosphate ($LiMPO_4$) 8
2.6 Lithiophilite ($LiMnPO_4$) 9
2.7 *Solid State Reaction* 11
2.8 Bahan Pembentuk $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$ 12
2.8.1 Lithium Hydroxide Monohydrate ($LiOH.H_2O$) 12
2.8.2 Manganese Dioxide (MnO_2) 12
2.8.3 Cobalt (III) Oxide (Co_2O_3) 12
2.8.4 Asam Fosat (H_3PO_4) 13
2.9 *Carbon Source* 13
2.9.1 Sukrosa ($C_{12}H_{22}O_{11}$) 13
2.9.2 Asam Sitrat ($C_6H_8O_7$) 13
2.9.3 Tepung Tapioka ($C_6H_{10}O_5$) 13
2.10 Prekursor *Slurry* 14
2.10.1 N-methyl-2-pyrrolidone (NMP) 14
2.10.2 Polyvinylidene Flouride (PVDF) 14
2.10.3 Karbon Black Super P 14
2.11 Karakterisasi Bahan 15

2.11.1 *X-Ray Diffraction* (XRD) 15
2.11.2 *Scanning Electron Microscopy – Electron Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS) 16
2.11.3 *Particle Size Analizer* (PSA) 18
2.11.4 *Cyclic Voltammetry* (CV) 18
2.11.5 *Charger-Discharge* (CD) 20
2.11.6 *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) 21
BAB III METODOLOGI 25
3.1 Peralatan dan Bahan 25
3.1.1 Peralatan 25
3.1.2 Bahan 26
3.2 Prosedur Kerja 26
3.2.1 Tahap Preparasi Sampel 26
3.2.2 Tahap Sintesis Powder 27
3.2.3 Tahap Pembuatan Slurry 28
3.2.4 Tahap pembuatan Lembar Katoda 29
3.2.5 Tahap *coin cell assembly* 29
3.3 Karaktersiasi Bahan
3.3.1 *X-Ray Diffraction* (XRD) 31
3.3.2 *Scanning Electron Microscopy – Electron Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS) 31
3.3.3 *Particle Size Analizer* (PSA) 32
3.3.4 *Cyclic Voltammetry* (CV) 32
3.3.5 *Charger-Discharge* (CD) 32
3.3.6 *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) 32
3.4 Diagram Alir Penelitian
3.4.1 Sintesis Material Aktif $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$ 33
3.4.2 Sintesis Katoda dan Perakitan Baterai 34
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN 35
4.1 Analisis Struktur Komposit LMP/C dengan XRD 35
4.2 Analisis Morfologi Komposit LMP/D dengan SEM-EDS 37
4.3 Analisis Ukuran Partikel dengan PSA 42
4.4 Analisis Peforma Siklik dengan CV 43
4.5 Analisis Kapasitas Muatan Spesifik dengan CD 47
4.6 Analisis Sifat Elektrokimia dengan EIS 49
BAB V KESIMPULAN 53
5.1 Kesimpulan 53
5.2 Saran 53
DAFTAR PUSTAKA 55

LAMPIRAN 61
Lampiran A Perhitungan Stoikiometri 61
Massa Bahan Baku 61
Massa *Coating* Karbon 62
Lampiran B Pola Difraksi XRD 64
Data Puncak Difraksi 64
Profil *card* XRD 70
Profil fasa 71
Lampiran C Pengolahan *Rietveld software Rietica* 72
Gambar *Rietica* 72
Profil *Rietveld Rietica* 73
Lampiran D Morfologi SEM-EDS 74
Hasil Pengujian SEM 74
Data Distribusi Ukuran Partikel (SEM) 76
Spektrum EDS 77
Mapping unsur Fosfat dan Karbon (SEM-EDS) 78
Lampiran E Data PSA 79
Profil Sampel LMP7 79
Profil Sampel LMP8 84
Profil Sampel LMP9 89
Lampiran F Dokumentasi 94
Sintesis Powder 94
Pembuatan *Slurry* 95
Pembuatan Lembar Katoda 95
Perakitan Baterai Koin Sel 96
Peralatan dan Bahan 97
BIOGRAFI PENULIS 102

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.5 Rata-rata potensial dan kapasitas penyimpanan baterai *Lithium Metal Phospate* 9
Gambar 2.6.1 Struktur Kristal olivine $LiMnPO_4$ 10
Gambar 2.6.2 Potensi profil olivine $LiFePO_4$ dan $LiMnPO_4$ 11
Gambar 2.11.1 Ilustrasi *X-Ray Diffraction* 15
Gambar 2.11.2 Skematik operasional SEM 17
Gambar 2.11.3 *Cyclic Voltammogram* 19
Gambar 2.11.5 Profil pengisian baterai 21
Gambar 2.11.6 Skema hasil pengukuran EIS (*Nyquist Plot*) 23
Gambar 3.2.5 Urutan perakitan baterai koin sel 31
Gambar 3.4.1 *Flowchart* Sintesis LMP/C 33
Gambar 3.4.2 *Flowchart* Sintesis Katoda dan Baterai 34
Gambar 4.1 Pola difraksi sampel komposit LMP/C 35
Gambar 4.2.1 Morfologi LMP/C hasil pengujian SEM komposit katoda perbesaran 10.000× dan 50.000× 38
Gambar 4.2.2 Histogram distribusi diameter partikel (SEM) 39
Gambar 4.2.3 Hasil *Mapping* SEM-EDS sampel komposit katoda 41
Gambar 4.4 Cyclic Voltamogram pengujian CV baterai LMP/C 45
Gambar 4.5 Grafik *Charge-Dischage* baterai LMP/C 47
Gambar 4.6 *Nyiquist Plot* hasil pengujian EIS baterai LMP/C 49

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1.1	Tabel Peralatan yang Digunakan	25
Tabel 3.1.2	Tabel Bahan yang Digunakan	26
Tabel 3.2.1	Massa Bahan Baku $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$	27
Tabel 3.2.2	Massa Campuran dan Sumber Karbon Organik	27
Tabel 3.4.5	Massa Powder pada Lembar Katoda LMP/C	30
Tabel 4.1.1	Prosentase Fraksi Berat setiap Fasa pada LMP/C	37
Tabel 4.1.2	Parameter Kisi dan Volume Sel Kristal LMP/C	37
Tabel 4.2	Ukuran Partikel Hasil Pengujian SEM	40
Tabel 4.3	Ukuran Pertikel Hasil Pengujian PSA	42
Tabel 4.4	Profil Hasil Pengujian CV	46
Tabel 4.5	Kapasitas Spesifik Hasil Pengujian CD	48
Tabel 4.3	Konduktifitas elektrik Hasil Pengujian EIS	50

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penggunaan baterai berkapasitas tinggi sebagai sumber energi kendaraan listrik merupakan salah satu tren di perkembangan teknologi saat ini. Baterai lithium-ion telah banyak digunakan sebagai sumber tegangan dalam berbagai penerapan selama kurang lebih 40 tahun, sejak Goodenough menciptakan baterai lithium-ion pertama pada 1980 dan Sony merilis baterai lithium-ion komersial pertama pada 1991 (Goodenough & Kim, 2014). Saat ini, lithium merupakan salah satu dari beberapa bahan yang memiliki tingkat permintaan produksi tertinggi di dunia perangkat elektronik portabel seperti ponsel, tablet, dan laptop. Tingginya permintaan akan lithium ditunjukkan oleh tingkat konsumsi pada tahun 2012 bahwa analis industri dan produsen lithium memperkirakan sebanyak 28.000ton lithium digunakan sepanjang tahun. Jumlah ini meningkat 10% dibandingkan tahun 2011 dalam konsumsi lithium di seluruh dunia (Jaskula, 2013; Neorochim, 2015).

Lithium manganese phosphate, $LiMnPO_4$ adalah salah satu bahan katoda yang menjanjikan untuk baterai Li-ion karena biaya yang lebih rendah dan keamanan yang cukup tinggi. Salah satu sumber mengatakan bahwa pensubstitusian sebagian Mn oleh logam lain akan mengarah pada stabilitas dan kinerja yang lebih tinggi, dan campuran Lithium Manganese Cobalt Phospate dapat memberikan energi spesifik yang serupa atau bahkan lebih tinggi dibandingkan dengan oksida berlapis dan dapat menghasilkan keamanan yang lebih tinggi (Mehrens M. W., 2014).

Oleh sebab itu, dilakukanlah penelitian pembuatan material aktif katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$ dengan fraksi doping Co yaitu 1-x=0,1; 0,2 dan 0,3 dengan tujuan untuk mengetahui karakter dan performa baterai yang dihasilkan dari penggunaan Lithium Manganese Cobalt Phospate sebagai material katoda melalui analisa hasil pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy – Electron Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS), *Cyclic voltammetry* (CV), *Charge/Discharge* (CD) dan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS).

1.2 Rumusan Masalah

Perumusan masalah yang terdapat pada tugas akhir ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh variasi doping Co pada mikrostruktur $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$ sebagai material katoda?
2. Bagaimana pengaruh variasi doping Co terhadap dan nilai koefisien difusi baterai LMP dengan material katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$?
3. Bagaimana pengaruh variasi doping Co terhadap kapasitas baterai LMP dengan material katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$?
4. Bagaimana pengaruh variasi doping Co terhadap konduktivitas elektrik dan ionic baterai LMP dengan material katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian tugas akhir ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh variasi doping Co pada mikrostruktur $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$ sebagai material katoda.
2. Mengetahui pengaruh variasi doping Co terhadap performa dan nilai koefisien difusi baterai LMP dengan material katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$.
3. Mengetahui pengaruh variasi doping Co terhadap kapasitas baterai LMP dengan material katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$.
4. Mengetahui pengaruh variasi doping Co terhadap konduktivitas elektrik dan ionic baterai LMP dengan material katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam tugas akhir ini antara lain adalah sebagai berikut:

1. Metode dan proses pembuatan material aktif katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$ pada tugas akhir ini menggunakan *solid state reaction*.
2. Bahan dasar, sumber karbon dan precursor yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini.
3. $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$ dengan variasi fraksi doping Cobalt 1-x=0,1; 0,2 dan 0,3.
4. Karakterisasi material $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$ menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy – Electron*

Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS), *Particle Size Analyzer* (PSA), *Cyclic voltammetry* (CV), *Charge/Discharge* (CD) dan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS).

1.5 Sistematika Laporan

Manfaat yang diperoleh dari dilakukannya penilitian ini yaitu diharapkan dapat memberikan informasi, ilmu pengetahuan dan wawasan perihal proses sintesis, pengaruh varisasi doping Co dan mikrostruktur material aktif katoda $LiMn_xC_{1-x}PO_4/C$ (LMP/C) yang disintesis menggunakan metode *solid state reaction* serta mengetahui performa, kapasitas spesifik dan konduktivitas baterai dengan katoda LMP/C sehingga ilmu yang diperoleh dapat berguna dan dikembangkan kedepannya.

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan yang digunakan pada proposal tugas akhir ini, tersusun dalam tiga bab yaitu:

BAB I : PENDAHULUAN

Pada bab Pendahuluan berisi tentang Latar Belakang, Rumusan Masalah, Tujuan Penelitian, Batasan Masalah, Manfaat Penelitian dan Sistematika Penulisan.

BAB II : TINJAUAN PUSTAKA

Bab Tinjauan Pustaka berisi teori dan konsep dasar sebagai penunjang Sintesis dan Karakterisasi $LiMn_XCo_{1-x}PO_4/C$ yang meliputi Sejarah Baterai, Pengertian Baterai, Jenis-jenis Baterai, Baterai Ion Lithium, Bahan Katoda Li-ion sel, Lithium Metal Phospate, $LiMnPO_4$, $LiCoPO_4$, *Solid state Reaction*, Bahan baku katoda: $LiOH.H_2O$, MnO_2, Co_2O_3, H_3PO_4; Sumber Karbon: $C_{12}H_{22}O_{11}$, $C_6H_8O_7$, $C_6H_{10}O_5$; Prekursor *Slurry*: NMP, PVDF, Karbon *Black* Super P, serta karakterisasi: *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy – Electron Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS), *Particle Size Analyzer* (PSA), *Cyclic voltammetry* (CV), *Charge/Discharge* (CD), dan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS).

BAB III : METODOLOGI PENELITIAN

Pada bab Metodologi berisi mengenai metode yang digunakan dalam penelitian yang dilakukan pada tugas akhir ini meliputi peralatan dan bahan, alat karakterisasi, prosedur kerja mulai

dari preparasi hingga perakitan baterai koin hingga tahap pengujian dan yang terakhir adalah karakterisasi.

BAB IV : HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bab ini dijelaskan mengenai data yang diperoleh dari penelitian melalui pengujian yang dilakukan, anlisa tentang hasil-hasil yang berkaitan dengan penelitian dan pembasahan mengenai hubungan hasil penelitian serta berbagai analisa penunjang lain terkait penelitian yang diperlukan.

BAB V : KESIMPULAN

Pada bab kesimpulan berisi mengenai kesimpulan dari hasil perhitungan ataupun analisis data dan pembahasan saran-saran yang dapat dilakukan untuk mendukung penelitian selanjutnya.

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

Berisi data-data yang digunakan, diperoleh dalam penelitian maupun perhitungan yang menunjang penelitian.

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Baterai

Baterai adalah suatu piranti yang mengkonversikan energi kimia menjadi energi listrik melalui proses elektrokimia reaksi reduksi-oksidasi (redoks). Proses pengisian baterai terjadi melalui proses bolak-balik yaitu terjadi transfer elektron dari satu material ke material lain dalam sirkuit listrik. Suatu baterai terdiri dari satu atau lebih sel yang bergantung pada tegangan output dan kapasitasnya. Satu sel baterai terdiri dari:

1. Anoda atau elektroda negatif, yaitu melepaskan elektron ke rangkaian terluar dan mengalami proses oksidasi pada proses elektrokimia.
2. Katoda atau elektroda positif, yaitu menerima elektron dari rangkaian luar dan mengalami proses reduksi pada proses elektrokimia.
3. Elektrolit, yaitu medium tempat terjadinya transfer ion dalam proses charging antara anoda dan katoda.

Baterai dikelompokan menjadi dua yaitu baterai primer dan baterai sekunder, pengelompokan tersebut berdasarkan kemampuan baterai untuk melakukan pengisian ulang (*recharge*). Baterai primer tidak memiliki kemampuan untuk mengisi ulang energi, sehingga baterai ini hanya dapat digunakan sekali pakai. Baterai sekunder adalah baterai yang memiliki kemampuan *recharge* (Koontz & Lucero, 2002).

2.2 Baterai Sekunder

Baterai Sekunder adalah baterai yang dapat diisi ulang (*rechargeable*) yang mengkonversikan energi listrik menjadi energi kimia. Baterai ini, memiliki power density yang tinggi, discharge rate yang tinggi, dan memiliki performa yang baik dalam temperatur rendah. Baterai sekunder terdiri dari sel galvanic. Selama *discharge* dan sel elektrolit selama pengisian muatan (charge) (Klink, 2013). Baterai sekunder diaplikasikan dalam dua kategori, yaitu:

a. Sebagai alat penyimpan energi/*Energy-storage Device* umumnya baterai jenis ini tersambung dengan jaringan listrik primer saat digunakan. Contoh penggunaanya adalah dalam otomotif, pesawat terbang.

b. Sebagai sumber energi listrik pada portabel divais, pengganti baterai primer dan pada semua divais yang menggunakan baterai primer, seperti telephone genggam, kamera, notebook dan lain-lain.

(Abbas, 1997).

2.3 Baterai Lithium-Ion

Lithium-Ion adalah nama yang diberikan kepada kelas *rechargeable* sel yang menggunakan reaksi interkalasi lithium di kedua elektroda. Di antara jenis-jenis sel Li-Ion, sel lithium polimer (LiPo) lah yang menggunakan polimer atau *gel electrolyte*, sedangkan semua sel lain menggunakan *nonaqueous, liquid electrolyte* (Andrea, 2010). Selama interkalasi, elektrolit mengalami dekomposisi parsial yang berhubungan dengan ekspansi dan pengelupasan grafit. Produk dekomposisi diadsorpsi pada grafit untuk membentuk lapisan permukaan pasif yang menghambat dekomposisi lebih lanjut (Dell & Rand, 2001).

Baterai Lithium-Ion telah banyak digunakan dalam berbagai aplikasi selama kurang lebih 40 tahun, sejak Goodenough menciptakan baterai lithium-ion pertama pada 1980 dan Sony merilis baterai lithium-ion komersial pertama pada tahun 1991 (Goodenough & Kim, 2014; Meng, Luo, & Gao, 2016; Marongiu, F, Waag, Garmendia, & Sauer, 2016; Inniciello, Biwolè, & Achard, 2018). Karena *energy density* dan *power density* yang superior, efisiensi yang tinggi, suhu pengoperasian ambien yang luas, ringan dan memiliki umur panjang, LIB tidak hanya banyak digunakan dalam perangkat elektronik portabel seperti laptop, kamera, dan ponsel pintar, tetapi juga untuk aplikasi skala besar seperti kendaraan listrik (EVs) dan kendaraan listrik hibrida (HEVs) (Hannan, Lipu, Hussain, & Mohamed, 2017; Zhang, Araez, & Hector, 2018). Perangkat yang didasari oleh metallic sodium, magnesium atau aluminium pada anoda memiliki energy density dan operating voltages yang lebih rendah dibandingkan anoda yang didasari oleh lithium metal (Liu, Neale, & Cao, 2016). Generasi awal baterai Li-ion menggunakan *metal lithium* sebagai elektroda negatif karena memiliki kelebihan pada aspek *energy density* yang tinggi. Namun, aktivitas kimia yang dimiliki logam lithium terlalu kuat. Dalam proses pengisian baterai lithium dapat mungkinkan adanya pembentukan lithium *dendrit*. Dengan akumulasi kristal, *internal short circuit* pada baterai dapat menyebabkan ledakan. Meskipun industri baterai saat ini menggunakan grafit bukan logam lithium sebagai elektroda negatif, baterai lithium-ion masih memiliki limit dalam memanfaatkan bahan aktif, *stress-induced* kerusakan bahan, pudarnya kapasitas dan *thermal runaway* (Oh, et al., 2016).

Sel-sel Li-Ion memiliki performa yang sangat baik, tetapi akan bersifat membahayakan jika dioperasikan di luar *Safe Operating Area* (SOA) yang tergolong cukup ketat, dengan konsekuensi mulai dari yang merugikan hingga yang membahayakan. Ini semua karena SOA sel Li-Ion berkaitan dengan arus, suhu dan tegangan. Sel-sel Li-ion akan cepat rusak dan dapat terbakar jika *overcharged* di atas tegangan tertentu, dan juga masa pakai atau *lifetime* sel Li-Ion akan berkurang secara drastis jika mengalami *discharged* di luar kisaran suhu tertentu, atau *charged* di luar kisaran suhu yang lebih ketat (Andrea, 2010).

Sebagai perangkat penyimpan energi yang bersifat *reversible*, baterai Lithium-Ion (LIBs) menunjukkan energy density yang tinggi, power density yang tinggi, dan bobot yang ringan dibandingkan dengan baterai konvensional (Marongiu, F, Waag, Garmendia, & Sauer, 2016; Inniciello, Biwolè, & Achard, 2018; Hannan, Lipu, Hussain, & Mohamed, 2017). Proses charging merupakan peristiwa aliran elektron dari sumber tegangan mengalir dari katoda ke anoda. Pengisian sel-sel lithium-ion dilakukan pada arus konstan sampai tegangan *ultimate top-of-charge* mencapai sekitar 80% dari kapasitas pengisian. Setelah itu, pengisian berlanjut pada tegangan konstan hingga arus menurun ke nilai yang rendah. Sel terisi penuh setelah 2 hingga 3 jam. Pengisian daya harus dilakukan dalam kisaran suhu 0°C hingga 40°C (Zhang, Araez, & Hector, 2018).

2.4 Bahan Katoda Li-Ion Sel

Bahan katoda memainkan peran penting terhadap aspek *energy density*, keamanan, siklus hidup serta biaya fabrikasi dan produksi LIBs (Zhang, Araez, & Hector, 2018). Material katoda lah yang menkonversikan energi listrik dan potensial kimia melalui reaksi elektrokimia interkalasi. Kapasitas penyimpanan ditentukan oleh jumlah ion lithium yang dapat masuk dan keluar secara *reversible* melalui transisi *reversible fase* orde pertama dalam reaksi interaksi pada kondisi operasi baterai (Liu, Neale, & Cao, 2016).

Material katoda menjadi acuan dalam menghitung kapasitas sel baterai secara teoritik. Untuk setiap massa material katoda, jumlah ion lithium yang dilepaskan material katoda saat charging dan jumlah ion lithium yang kembali waktu tertentu ke material katoda saat *discharging* menggambarkan densitas energi dan densitas power sel baterai. Mereduksi ukuran partikel dapat memperpendek jarak difusi ion Li^+. Dan semakin banyak ion lithium yang dipindahkan dari katoda ke anoda maka

semakin besar pula densitas sel baterai. Semakin banyak ion lithium yang kembali ke katoda dari anoda tiap detiknya, maka semakin besar densitas powernya. Fenomena perpindahan ion ini disebut juga dengan *charge transfer* atau transfer muatan. Sehingga performa pada sel baterai sangat bergantung pada kondisi transfer muatan atau *charge transfer*. Mekanisme ini berkaitan erat dengan proses difusi dan konduktivitas elektronik serta ionik dari komponen pembentuk sel baterai (Park, Zhang, Chung, Less, & Sastry, 2010). Performa elektrokimia dapat dilakukan dengan pengontrolan ukuran partikel, pertumbuhan polikristalin homogen dengan mereduksi ukuran partikel dan meningkatkan luas permukaan sebagai solusi dari hilangnya kapasitas baterai ion lithium pada saat charging dan *discharging* (Phandi, Nanjundaswamy, & Goodeenough, 1997).

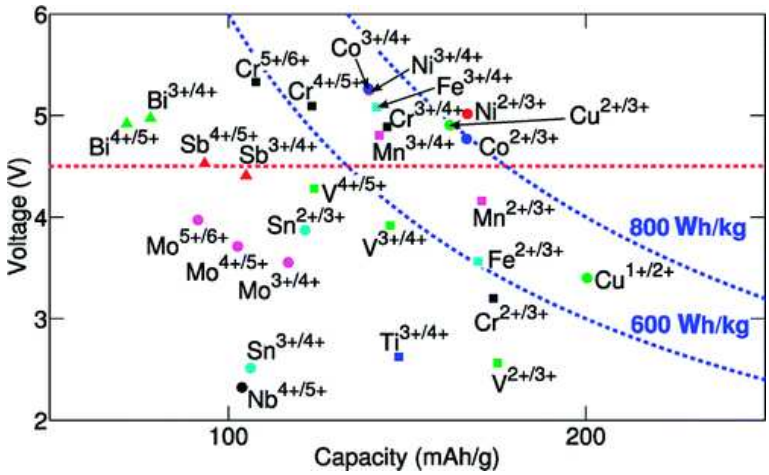
Dalam Li-ion sel, katoda yang menyimpan ion lithium melalui interkalasi elektrokimia harus memiliki tempat atau situs kisi yang sesuai untuk menyimpan dan melepaskan ion Lithium yang bekerja bolak-balik. Struktur kristal *Robust* dengan situs kisi yang memadai sangat diperlukan untuk menghasilkan material dengan kemampuan siklus yang stabil dan *specific capacity* yang tinggi. Selain itu, katoda dengan potensi interkalasi elektrokimia yang tinggi dapat digunakan untuk mengembangkan baterai dengan anoda ber*energy density* tinggi. Ini karena *energy density* perangkat sama dengan produk dari *specific capacity* dan *working voltage* yang ditentukan oleh perbedaan potensial elektrokimia antara katoda dan anoda (Liu, Neale, & Cao, 2016).

2.5 Lithium Metal Phospate ($LiMPO_4$)

Olivine Phosphate $LiMPO_4$ (M=Fe, Mn, Ni dan Co; space group=Pmnb) merupakan bahan katoda prospektif untuk baterai Li-ion dengan menawarkan potensi redoks 3,5 atau 4,1 V vs Li/Li^+ dan kapasitas teoretis 170mAh/g. Sejak penemuan *olivine phosphate* ini, terutama jenis olivine $LiFePO_4$ menarik minat yang besar untuk aplikasi dalam baterai Li-ion karena memiliki tingkat keamanan yang lebih tinggi dan biaya yang lebih murah dibandingkan dengan baterai dengan jenis katoda kobalt-oksida ($LiCoO_2$) (Kavan & Heyrovsky, 2010).

Penemuan struktur olivine pada *Lithium Metal Phosphate* ($LiMPO_4$) menjadikannya sebagai bahan katoda paling maju untuk baterai lithium (Kumar, Venkateswarlu, Misra, Mohanty, & Satyanarayana, 2011), dan dianggap memiliki potensi yang signifikan sebagai bahan katoda generasi berikutnya (Khalfaouy, et al., 2019). Senyawa ini memiliki struktur fosfat

terbuka, yang menyebabkan mudahnya pergerakan ion lithium dan memiliki ikatan yang kuat antar atom oksigen dengan phosphorus yang bersifat membantu menghindari adanya oksidasi dengan elektrolit. Oleh karena itu, senyawa ini memiliki kemampuan untuk mencegah *internal short circuit* pada perangkat penyimpanan energi, namun mereka memiliki konduktivitas elektronik dan ionik yang lebih rendah pada suhu kamar karena adanya beberapa *inherent defects* pada lithium metal phosphate (Kumar, Venkateswarlu, Misra, Mohanty, & Satyanarayana, 2011).

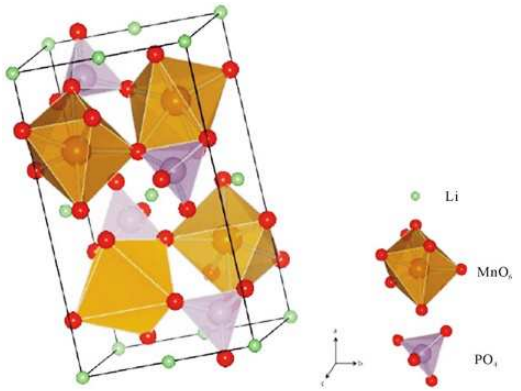


Gambar 2.5. Rata-rata potensi elektrokimia dan kapasitas penyimpanan dari baterai Lithium Metal Phosphate (Hautier, et al., 2011)**.**

2.6 Lithiophilite $LiMnPO_4$

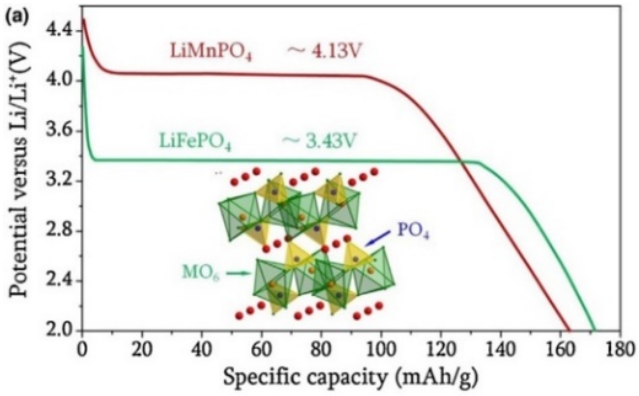
Lithiophilite, lithium mangan fosfat dengan rumus kimia $LiMnPO_4$, merupakan kristal dalam sistem kristal ortorombik, dengan space group = Pnma, dan parameter kisi a = 4,791Å, b = 6,178Å, dan c = 10,59Å (The Materials Project, n.d.). Kristal lithiophilite memiliki hubungan yang dekat dengan kristal hureaulite, reddingite, triphylite dan vivianite (Frost, et al., 2013). Bahan baku yang digunakan untuk bahan katoda jenis $LiMnPO_4$ umumnya terdiri dari jumlah stoikiometri sumber Lithium ($LiOH.H_2O$, CH_3COOLi, atau Li_2CO_3), sumber Mangan (Pyrolusite-MnO_2 atau Rhodochriste-MnO_3) dan sumber Fosfor ($NH_4H_2PO_4$, NH_3PO_4 atau $(NH_4)_2HPO_4$). Lithium manganese phosphate ($LiMnPO_4$) ini merupakan bahan katoda yang sangat menjanjikan untuk aplikasi bahan dengan daya tinggi, karena potensinya yang lebih tinggi daripada bahan iron phosphate (Lee, 2009). $LiMnPO_4$ murni memiliki

konduktivitas elektronik yang relatif rendah yaitu 10^{-9}-10^{-13}S/cm dibandingkan dengan bahan katoda lainnya (≈10^{-9}S/cm untuk $LiFePO_4$), sehingga menurunkan kapasitas dan rate-capabilities, namun optimalisasi sintesis dengan pembentukan lapisan karbon melalui ball-milling dapat membuat bahan menjadi cukup aktif (Kavan & Heyrovsky, 2010; Kwon, Makanda, & Fromm, 2018).



Gambar 2.6.1. Struktur kristal dari olivine $LiMnPO_4$space group:Pnma
(Zaspel, Grigereit, & Drumheller, 1995)

Seperti yang disajikan pada Gambar 2.6.2., Olivin $LiMnPO_4$ menampilkan *working potential* yang lebih tinggi (4,13V) dibandingkan dengan $LiFePO_4$ (3,43V). $LiMnPO_4$ dan $LiFePO_4$ keduanya memiliki struktur kristal yang sama, dengan semua ion Li menempati situs oktahedral dan enam ion logam transisi terkoordinasi. Karena Fe memiliki jumlah elemen lebih besar dari Mn, Fe menarik elektron di kulit terluar lebih kuat daripada Mn, yang mengarah pada konsumsi atau pelepasan energi yang lebih tinggi selama *extraction* atau *insertion*. Namun, Fe^{2+} ($3d^6$) membutuhkan energi pasang elektron untuk memasukkan elektron keenam ke dalam orbital t_{2g}, sedangkan Mn^{2+} ($3d^5$) tidak (Liu, Neale, & Cao, 2016). Tetapi sayangnya, keterbatasan kinetik dalam $LiMnPO_4$ lebih buruk daripada iron phosphate dan kinerja yang baik belum ditunjukkan. Pendekatan eksperimental paling efektif yang dilaporkan sejauh ini adalah penggunaan partikel kecil untuk meningkatkan kinerja laju. Namun, ukuran partikel masih pada orde 100nm (Lee, 2009). Pensubstitusian sebagian atom Mn oleh logam lain akan mengarah pada stabilitas dan kinerja yang lebih tinggi, dan campuran Lithium Mangan Kobalt Fosfat dapat memberikan *specific energy* yang serupa atau bahkan lebih tinggi dibandingkan dengan *layered oxides* serta memberikan keamanan yang lebih tinggi (Mehrens M. W., 2014).



(a)

Gambar 2.6.2. Potensi profil olivin LiFePO4 dan LiMnPO4 (Liu, Neale, & Cao, 2016)**.**

2.7 Solid state Reaction

Beberapa kelompok penelitian telah mencoba menggunakan reaksi solid-state untuk mensintesis $LiMnPO_4$. Reaksi solid-state adalah metode sintesis konvensional, yang biasanya membutuhkan perlakuan pemanasan dua langkah, termasuk pembakaran pertama dalam kisaran suhu 300ºC – 400ºC dan selanjutnya antara 600ºC dan 800ºC. Metode reaksi solid-state telah menjadi teknologi yang dikembangkan dan digunakan lebih sering karena mudah disintesis dan mudah diproduksi secara massal (Zhang, Araez, & Hector, 2018). Sayangnya, kebutuhan akan suhu tinggi meningkatkan kebutuhan biaya, terlebih lagi ukuran produk selalu tidak bisa kecil. Oleh sebab itu, langkah-langkah lain ditambahkan untuk menghindari masalah-masalah tersebut, terutama untuk memproses olivin fosfat, contohnya seperti dengan pelapisan permukaan dengan unsur karbon (Herrara, Montes, Fuentes, & Contretas, 2015). Reaksi solid-state adalah strategi eksoterm, efisien, dan dapat dengan mudah diskalakan untuk menyiapkan LIB. Dalam proses ini, prekursor dicampur terlebih dahulu dan ditumbuk atau digiling seluruhnya, kemudian dipanaskan hingga 300-400ºC untuk menguraikan prekursor dan mengeluarkan gas. Setelah itu, campuran biasanya ditumbuk lagi, kemudian dikalsinasi pada suhu 600-800ºC selama 10-36 jam untuk mereduksi ukuran kristal dan membentuk partikel berukuran besar (Zhang, Araez, & Hector, 2018; Satyavani & A. S. Kumar, 2015). Prosedur yang panjang dan kompleks, yang membutuhkan penggilingan berulang dan kalsinasi, menyebabkan pertumbuhan partikel dan aglomerasi yang tidak diinginkan. Ini dapat dicegah dengan menambahkan penghambat *grain growth* seperti karbon atau anion karbonat untuk mendapatkan nanopartikel (Zhang, Araez, & Hector, 2018).

2.8 Bahan Pembentuk $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$

2.8.1 *Lithium Hydroxide Monohydrate* ($LiOH.H_2O$)

Lithium sendiri merupakan logam paling ringan sekaligus unsur padat yang paling ringan. Seperti semua logam alkali, lithium sangat reaktif dan mudah terbakar, serta disimpan dalam minyak mineral. Lithium bersifat lunak, memiliki titik leleh yang rendah serta bersifat reaktif. Karakterisitik dari logam lithium adalah konduktivitas yang termal yang tinggi, kapasitas kalor yang tinggi, dan viskositas yang rendah. Lithium dapat bereaksi dengan oksigen membentuk monoksida dan peroksida. Oleh karena itu, lithium mudah bereaksi dengan air dan tidak dapat terbebas di alam karena sifat reaktifnya (Wikipedia, 2019).

Lithium hidroksida merupakan senyawa anorganik, bersifat higroskopis, tersedia secara komersial dalam bentuk anhidrat dan monohidrat yang keduanya merupakan basa kuat. Senyawa ini merupakan basa terlemah di antara hidroksida logam alkali lainnya. Reaksi dari senyawa ini berlangsung lambat diantara hidroksida logam alkali yang lain. Lithium Hidroksida dihasilkan dengan mereaksikan lithium karbonat (Li_2CO_3) dengan kalsium hidroksida ($Ca(OH)_2$). Senyawa ini biasa digunakan sebagai media perpindahan panas, penyimpanan elektrolit pada baterai, katalisator, dan industri keramik (Wikipedia, 2018).

2.8.2 Mangan Dioksida (MnO_2)

Mangan dioksida merupakan senyawa anorganik dengan rumus kimia MnO_2 dan memiliki warna padatan coklat atau kehitaman. Penggunaan utama untuk MnO_2 adalah untuk baterai sel kering, seperti baterai alkaline dan seng-karbon. MnO_2 juga digunakan sebagai pigmen dan sebagai prekursor untuk senyawa mangan yang lain, seperti $KMnO_4$. MnO_2 pada α polimorf dapat menggabungkan berbagai atom (serta molekul air) dan α-MnO_2 memiliki minat yang cukup besar sebagai katoda untuk baterai lithium ion (Wikipedia, 2018).

2.8.3 Cobalt (III) Oksida (Co_2O_3)

Cobalt (III) oksida merupakan senyawa anorganik dengan rumus kimia Co_2O_3. Co_2O_3 adalah sumber Cobalt yang sangat tidak larut dalam air, larut dalam asam konsentrat dan dalam zat pereduksi kuat melalui reaksi redoks. Senyawa oksida tidak konduktif terhadap listrik. Namun, oksida terstruktur perovskit tertentu bersifat konduktif listrik dan memiliki aplikasi di katoda sel bahan bakar oksida padat (American Elements, 2019).

2.8.4 Phosporic Acid (H_3PO_4)

Asam fosfat merupakan asam mineral (anorganik) yang memiliki rumus kimia H_3PO_4. Nama IUPAC untuk senyawa ini adalah Asam ortofosfat. Awalan orto digunakan untuk membedakan asam ini dari asam fosfat yang terkait, yang disebut asam polifosfat. Asam ortofosfat adalah asam non-toksik, yang dalam bentuk murninya berwujud padat pada suhu dan tekanan kamar. Asam fosfat memiliki berbagai macam kegunaan, termasuk sebagai inhibitor karat, aditif makanan, etchant gigi dan ortopedik, elektrolit, fluks, pendispersi, etchant industri, bahan baku pupuk, dan komponen produk pembersih rumah. Meskipun asam fosfat tidak memenuhi definisi yang ketat dari asam kuat, larutan 85% cukup asam untuk menjadi korosif (Wikipedia, 2018).

2.9 Karbon *Source*

2.9.1 Sukrosa ($C_{12}H_{22}O_{11}$)

Sukrosa merupakan suatu disakarida yang dibentuk dari monomer-monomernya yang berupa unit glukosa dan fruktosa, dengan rumus molekul $C_{12}H_{22}O_{11}$. Penambahan sukrosa dalam media berfungsi sebagai sumber karbon. Sukrosa atau gula dapur diperoleh dari gula tebu atau gula beet. Struktur ini mudah dikenali karena mengandung enam cincin glukosa dan lima cincin fruktosa (Wikipedia, 2019).

2.9.2 Asam Sitrat ($C_6H_8O_7$)

Asam sitrat merupakan asam organik lemah yang ditemukan pada daun dan buah tumbuhan genus Citrus (jeruk-jerukan). Senyawa ini memiliki rumus kimia $C_6H_8O_7$. Selain digunakan sebagai penambah rasa masam pada makanan dan minuman ringan, ia merupakan bahan pengawet yang baik dan alami. Zat ini juga dapat digunakan sebagai zat pembersih yang ramah lingkungan dan sebagai antioksidan (Wikipedia, 2019).

2.9.3 Tepung Tapioka ($C_6H_{10}O_5$)

Tapioka adalah tepung pati yang diekstrak dari umbi singkong. Tepung tapioka juga mempunyai beberapa sebutan lain, seperti tepung singkong atau tepung kanji (Wikipedia, 2019). Tepung tapioka memiliki rumus kimia ($C_6H_{10}O_5$) atau sering disebut senyawa Curdlan merupakan

β-1,3-glukan linier yang tidak larut dalam air dan merupakan polimer glukosa dengan massa molekul yang tinggi. Curdlan terdiri dari residu glukosa yang terhubung dengan β-(1,3) dan membentuk gel elastis setelah dipanaskan dalam suspensi berair (Wikipedia, 2019).

2.10 Prekursor *Slurry*

2.10.1 N-methyl-2-pyrrolidone (NMP)

N-Methyl-2-pyrrolidone (NMP) merupakan senyawa organik yang terdiri dari laktam beranggota 5. Ini adalah cairan tidak berwarna, meskipun sampel yang tidak murni dapat tampak kuning. Ini larut dengan air dan dengan pelarut organik yang paling umum. Ini juga termasuk kelas pelarut aprotik dipolar seperti dimethylformamide dan dimethyl sulfoxide. NMP digunakan dalam industri petrokimia dan plastik sebagai pelarut, mengeksploitasi nonvolatilitas dan memiliki kemampuan untuk melarutkan beragam bahan (Wikipedia, 2018).

2.10.2 Polyvinylidene Flouride (PVDF)

Polyvinylidene Fluoride (PVDF) merupakan fluoropolymer termoplastik yang sangat non-reaktif yang dihasilkan oleh polimerisasi vinilidena difluoride. PVDF adalah binder atau bahan pengikat standar yang digunakan dalam produksi elektroda komposit untuk baterai lithium-ion dimana larutan PVDF 1−2% di dalam N-metil-2-pirolidon (NMP) dicampur dengan penyimpanan lithium aktif bahan seperti grafit, silikon, timah, $LiCoO_2$, $LiMn_2O_4$, atau $LiFePO_4$ dan aditif konduktif seperti karbon hitam atau nanofibers karbon. NMP kemudian diuapkan untuk membentuk elektroda komposit atau tempel. PVDF digunakan karena secara kimiawi lembam terhadap rentang potensial yang digunakan dan tidak bereaksi dengan elektrolit atau lithium. PVDF telah digunakan dalam teknologi baterai lithium ion selama bertahun-tahun sebagai pengikat elektroda untuk bahan aktif (Wikipedia, 2019).

2.10.3 Karbon *Black* Super P

Karbon *black* Super-P digunakan sebagai agen konduktif. Super P merupakan aditif konduktif terbaik dan dapat ditambahkan dengan suatu binder pengikat dalam elektroda komposit untuk mengompensasi konduktivitas listrik yang rendah. Jaringan konduktif Super P memanifestasikan dirinya sebagai strategi yang menjanjikan untuk meningkatkan kinerja baterai dengan jumlah minimum pengisi konduktif. (Alfa Aesar, 2019)

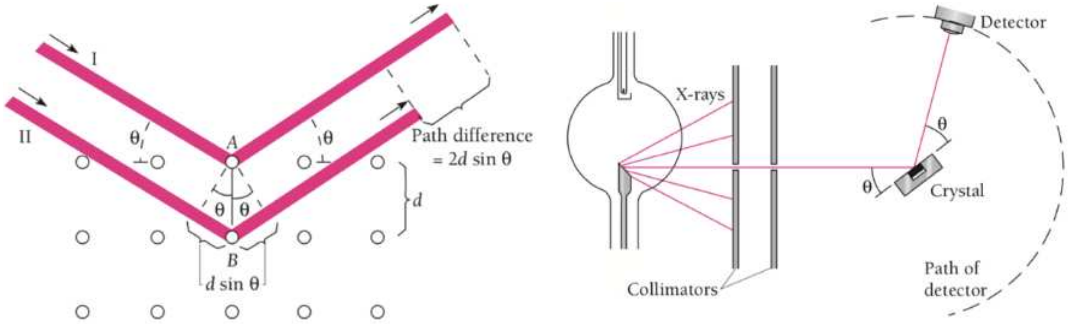
2.11 Karakterisasi Bahan

2.11.1 *X-Ray Diffraction* (XRD)

Difraksi sinar-X menumbuk atom-atom pada bidang kristal dengan sudut datang (sudur Bragg) sebesar **θ**. Sudut Bragg merupakan sudut yang dibentuk antara berkas sinar-X yang datang terhadap atom-atom yang tertumbuk pada bidang kristal. Kristal terdiri dari susunan atom-atom teratur yang masing-masingnya dapat menghamburkan gelombang. Sinar monokromatik X-ray yang mengenai kristal akan dihamburkan ke segala arah. Namun karena keteraturan atom, dalam arah tertentu gelombang yang tersebar akan mengalami interferensi konstruktif, sementara yang lainnya mengalami interferensi destruktif. Kondisi yang harus dipenuhi untuk difraksi radiasi oleh atom-atom kristal untuk menghasilkan interferensi konstruktif dapat diperoleh dari diagram seperti pada Gambar 2.11.1b. Sebuah sinar-X dengan panjang gelombang **λ** mengenai kristal pada sudut θ dengan jarak antar atom adalah *d*. Pada ilustrasi Gambar 2.11.1a. Sinar melewati atom A dan atom B, dan kemudian masing-masing atom menghamburkan secara acak sebagian sinar yang datang. Interferensi konstruktif hanya terjadi apabila memenuhi Hukum Bragg yang menyatakan "apabila beda lintasan antara dua berkas sinar-X yang datang hingga terhambur sama dengan kelipatan bulat panjang gelombang maka akan terjadi difraksi". Kelipatan bulat Panjang gelombang yang dimaksud adalah **λ**, 2**λ**, 3**λ**, dan seterusnya (n**λ**) dimana n adalah bilangan bulat yang biasa dosebut orde pembiasan. Sehingga dapat dinyatakan dengan persamaan Bragg:

$$n\,\lambda_{hkl} = 2\,d_{hkl}\,\sin\theta_{hkl} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (2.1)$$

(Beiser, 2003)



(a) (b)

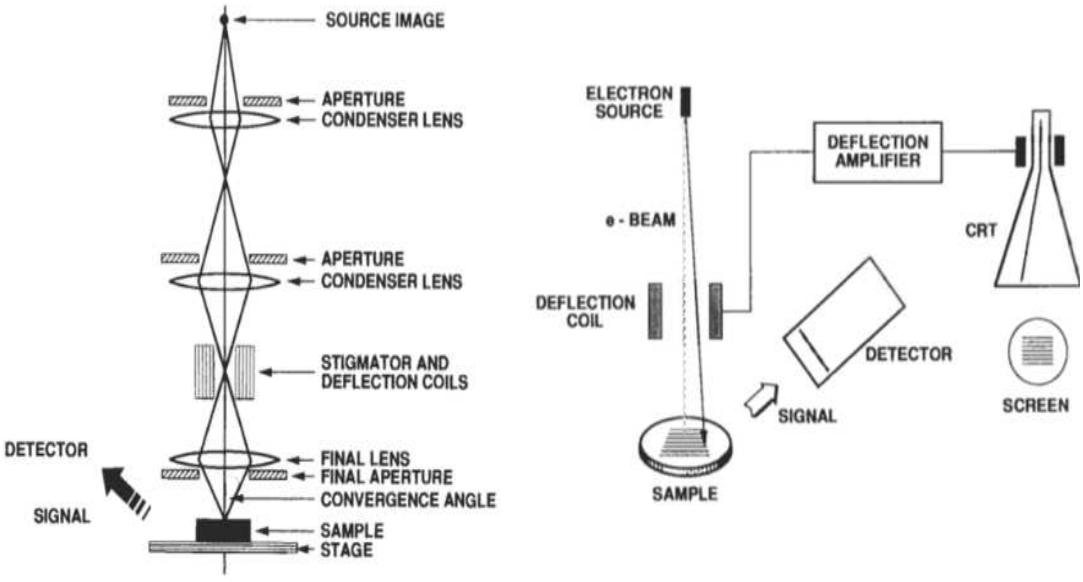
Gambar 2.11.1 Ilustrasi (a) Hamburan sinar-X pada kristal kubik; (b) Ilustrasi XRD (Beiser, 2003).

Salah satu aplikasi dari fenomena difraksi sinar-X ini adalah sebagai salah satu metode karakterisasi bahan yang disebut *X-Ray DIffraction*. XRD adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Sallman, 2000). Panjang gelombang spesifik merupakan karakteristik dari bahan target (Cu, Fe, Mo, Cr). Tembaga (Cu) adalah bahan sasaran yang paling umum untuk difraksi kristal tunggal, dengan radiasi Cu, Kα = 0.5418Å. Sinar-X ini bersifat *collimated* dan mengarah ke sampel. Saat sampel dan detektor diputar, intensitas sinar-X terhambur ditangkap dan direkam oleh *detector*. Ketika geometri dari peristiwa sinar-X tersebut memenuhi persamaan Bragg, interferensi konstruktif terjadi dan suatu puncak (*peak*) pada intensitas yang teramati terjadi. Detektor akan merekam dan memproses isyarat penyinaran ini dan mengkonversi isyarat itu menjadi suatu arus yang akan dikeluarkan pada printer atau layar komputer**.** Jika sinar-X mengenai suatu bahan, maka intensitas sinar yang ditransmisikan akan lebih rendah dibandingkan dengan intensitas sinar yang datang, karena terjadi penyerapan oleh bahan dan penghamburan atom-atom dalam bahan tersebut. Berkas difraksi diperoleh dari berkas sinar-X yang saling menguatkan karena mempunyai fase yang sama. Untuk berkas sinar-X yang mempunyai fase berlawanan maka akan saling menghilangkan. Puncak intensitas yang terjadi kemudian di plot pada sudut hamburan dan di plot menjadi grafik yang menunjukkan hubungan antara sudut difraksi (2θ) dan intensitas (I) (Bragg, Phillips, & Lipson, 1975).

2.11.2 *Scanning Electron Microscopy* (SEM) – *Electron Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDX/EDS)

Karakterisasi SEM sendiri digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel dan mikrostruktur partikel seperti bentuk dan ukuran partikel. SEM merupakan sebuah mikroskop elektron yang didesain untuk mengamati permukaan spesimen *solid* secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10 hingga 3000000x. EDS merupakan salah satu teknik analisis yang digunakan untuk menganalisis unsur karakteristik kimia dari suatu specimen. Dengan menggabungkan kedua karakterisasi ini maka dapat memnungkinkan untuk mikroanalisis secara kualitatif dan semi kuantitatif untuk unsur-unsur tertentu hingga persebaran atau distribusi dari hasil morfilogi permukaan sampel. Prinsip dasar EDS yaitu dengan

mengidentifikasi setiap elemen dengan struktur atom tertentu dengan menganalisa energi pancaran sinar X yang dihasilkan dari electron yang berpindah. Prinsip kerja SEM adalah dengan memanfaatkan hamburan elektron yang berinteraksi baik dengan permukaan sampel maupun yang ditangkap oleh detector. Elektron dibangkitkan dari filamen tungsten yang diberi tegangan yang kemudian temperaturnya meningkat sehingga melepaskan elektron untuk selanjutnya ditembakkan. Elektron yang ditembakkan mengenai anoda dan dipercepat oleh anoda sehingga berkas elektron ditangkap oleh lensa magnetik (lensa yang bermuatan negatif). Lensa magnetik akan membelokkan berkas elektron menuju ke scanning coil yang bertugas untuk memfokuskan berkas elektron agar mengenai permukaan sampel. Berkas elektron yang mengenai elektron pada permukaan sampel akan terpantulkan kembali (pantulan elastis) sehingga diperoleh sinyal *backscattered*, sedangkan berkas elektron yang tidak mengenai elektron pada permukaan sampel (pantulan inelastis) akan memperoleh sinyal *secondary electron*. Kedua sinyal ini ditangkap oleh *detector*. Elektron sekunder akan menghasilkan gambar yang lebih cerah karena permukaan yang tinggi berwarna lebih cerah daripada permukaan yang lebih rendah. Elektron backscattered akan memberikan perbedaan antara berat molekul atom-atom yang ada pada permukaan sampel. Atom dengan berat molekul yang lebih tinggi akan berwarna lebih cerah dibandingkan atom dengan berat molekul yang rendah (Brundle, Charles A. Evans, & Wilson, 1992).



Gambar 2.11.2. Skematik operasional SEM (Brundle, Charles A. Evans, & Wilson, 1992).

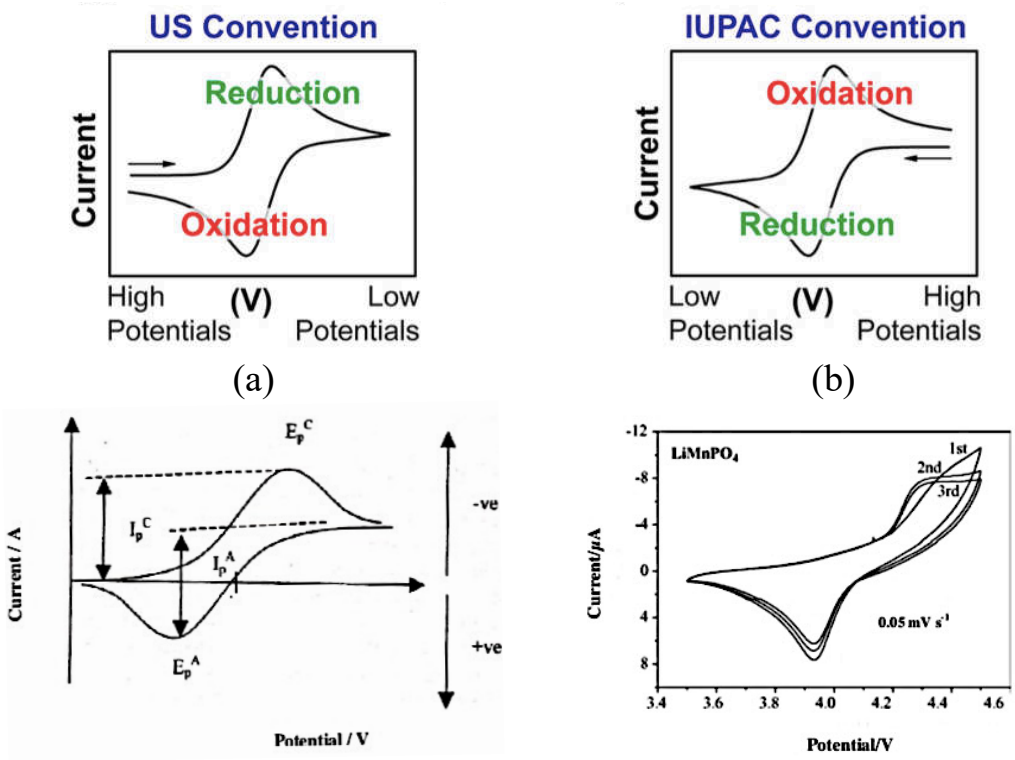
2.11.3 *Particle Size Analyzer (*PSA)

Particle Size Analyzer merupakan salah satu alat yang dapat digunankan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel yang berukuran nanometer. Terdapat dua metode yang digunakan dalam pengukuran PSA, yaitu metode basah dan metode kering. Metode basah dilakukan dengan menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material yang akan diuji. Pengukuran partikel pada umumnya menggunakan metode basah karena metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering, terutama untuk sampel-sampel material yang berorde nanometer dimana cenderung memiliki tingkat aglomerasi yang tinggi. Dengan mendispersikan partikel, ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari single particle. Selain itu hasil pengukuran ditampilkan dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel. Metode kering merupakan metode yang memanfaatkan udara atau aliran udara yang berfungsi untuk melarutkan partikel dan membawanya ke *sensing zone*. Metode ini umumnya di gunakan untuk mengukur partikel dengan ukuran yang kasar, dimana ikatan antar partikelnya lemah dan kemungkinan untuk beraglomerasi kecil. Prinsip pengukuran alat PSA ini berdasarkan pada hamburan cahaya laser oleh partikel-partikel dalam sampel. Cahaya yang berasal dari laser dipancarkan melalui pinhole (jarum kecil) kemudian dikirim ke partikel dalam sampel. Partikel-partikel dalam sampel menghamburkan kembali cahayanya melalui pinhole dan masuk ke detektor. Sinyal analog yang terdeteksi diubah menjadi sinyal digital yang kemudian diolah menjadi deret hitung. Melalui analisis *Particle Size Analyzer* (PSA) diharapkan distribusi ukuran nanopartikel kitosan yang dihasilkan berada pada rentang nanometer dengan keseragaman ukuran yang baik (Witri Nuraeni, 2013).

2.11.4 *Cyclic voltammetry* (CV)

Cyclic voltammetry (CV) atau Siklik Voltametri merupakan teknik karakterisasi yang memungkinkan untuk mengidentifikasi reversibilitas pasangan, mempelajari mekanisme dan laju proses reduksi oksidasi. Pada dasarnya teknik ini menerapkan tegangan yang berubah secara linear ke elektroda (Broadhead & Kuo, 1994). Pada pengujian ini arus sebagai variabel respon diukur sebagai fungsi potensial dimana tegangan yang diberikan secara bolak-balik dan memberikan informasi redoks (reduksi dan oksidasi) yang akan teramati dalam bentuk kurva tegangan (V) terhadap arus (mA). Untuk mendapatkan *cyclic-voltammogram*, potensi

ditingkatkan secara linear dan kemudian ditingkatkan secara terbalik, kembali ke tegangan awal (Sanusi, 2010). Karakteristik dari hasil uji *cyclic voltammetry* dapat mengetahui *working potential*, reversibilitas hingga koefisien difusi ion Li^+ yang terjadi di dalam baterai. Pada kurva *cyclic voltammetry* terdapat puncak katodik dan anodik, dimana puncak anodik teramati ketika proses charging dan puncak katodik teramati ketika proses *discharging*. Bentuk kurva yang dihasilkan dari pengujian *cyclic voltammetry* dapat dilihat pada Gambar 2.11.4.



Gambar 2.11.4. *Cyclic-voltammmogram:* (a) US *Convention*; (b) IUPAC *Convention* (Elgrishi, et al., 2018); (c) *voltammogram* US *convention*; (d) *cyclic-coltammogram* pada *scan rate* yang berbeda-beda (Ma & Qin, 2005).

Pada umumnya terdapat dua konversi voltammogram yang umumnya digunakan untuk melaporkan hasil data pengujian CV. Yang membedakaan keduanya yaitu grafik plotingan data. Kedua tipe voltammogram ini cukup membingungkan karena keduanya terlihat berputar 180°. Arah besar potensial menjadi patokan untuk membedakan diantara kedua grafik (Elgrishi, et al., 2018). Berdasarkan data *Cyclic voltammetry* yang diperoleh, dapat dihitung nilai koefisien difusi ion Li^+

(D_{Li^+}) system. Perhitungan dilakukan dengan menggunakan persamaan Randles-Sevcik, yaitu:

$$i_p = 0{,}4463F \left(\frac{F}{RT}\right)^{\frac{1}{2}} C_{Li^+} \cdot v^{\frac{1}{2}} \cdot A \cdot (D_{Li^+})^{\frac{1}{2}} \quad \text{.....(2.2)}$$

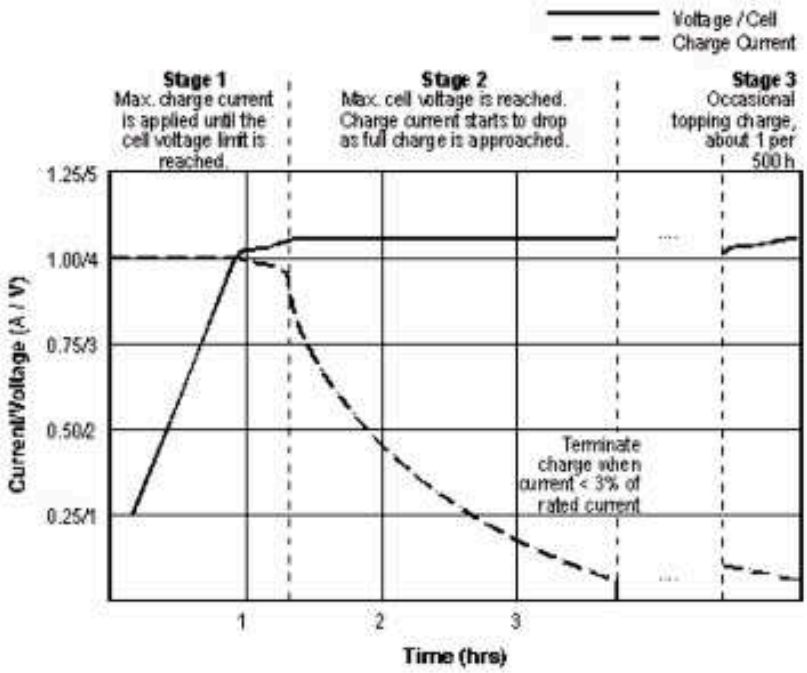
$$i_p{}^2 = (0{,}4463F)^2 \frac{F}{RT} \cdot (C_{Li^+})^2 \cdot v \cdot A^2 \cdot D_{Li^+} \quad \text{.....(2.2)}$$

$$D_{Li^+} = \frac{i_p{}^2 \cdot RT}{(0{,}4463F)^2 F \cdot (C_{Li^+})^2 \cdot v \cdot A^2} \quad \text{.....(2.3)}$$

Dimana :
D_{Li^+} = Koefisien difusi Li (cm^2/s)
C_{Li^+} = Konsentrasi ion Lithium (0.00437)
i_p = Arus puncak oksidasi (A)
v = *Scan rate* (V/s)
A = Area permukaan elektroda (cm^2)
F = Kostanta Faraday (96485 C/mol)
R = Konstanta gas universal (8.314 J/mol.K)
T = Temperatur mutlak (K) (Yu, et al., 2007)

2.11.5 Charge – Discharge (CD)

Karakterisasi CD digunakan untuk mengetahui performa elektrokimia berupa specific capacity. Kapasitas baterai dimaksudkan sebagai besarnya energi listrik yang dapat dikeluarkan maupun disimpan dalam baterai pada waktu tertentu. Pada pengujian ini arus atau beban yang diberikan dibuat konstan sehingga dapat diperoleh data tegangan yang dihasilkan seiring berjalannya waktu. Tegangan dan arus tersebut dikalikan waktu dan dapat diperoleh grafik tegangan terhadap kapasitas charging dan *discharging* dan sel baterai yang diuji. Kapasitas baterai tergantung pada jenis material aktif yang digunakan dan kecepatan reaksi elektrokimia pada saat baterai di charge atau discharge. Luasnya kontak material aktif juga akan memperbesar kapasitas baterai. Kapasitas baterai semakin menurun katika dilakukan pengujian cycle berikutnya. Penurunan kapasitas yang terjadi mengindikasikan ion lithium yang berinterkalasi/deinterkalasi mengalami jumlah yang terus menurun. Ketika performa baterai mengalami penurunan drastic maka kemampuan cycling times masih rendah (Subhan, 2011). Profil pengisian baterai lithium ion rechargeable dapat dilihat pada Gambar 2.11.5.



Gambar 2.11.5. Profil pengisian baterai. *Stage* 1 baterai diisi dengan sumber arus tetap, dan *Stage* 2-3 dengan sumber tegangan tetap (Subhan, 2011)

2.11.6 Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

EIS (Electrochemical Impedance Spectrometry) adalah sebuah teknik analisis yang digunakan untuk mempelajari sifat elektrik dari sistem elektroda-elektrolit yaitu konduktivitas elektrik dan ioniknya. Pergerakan electron dan ion Li^+ pada baterai lithium ion ketika proses charging maupun *discharging* dapat diamati secara elektrokimia melalui pengujian EIS. Pengujian EIS menggunakan tegangan AC sebagai sumber tegangan yang diberikan kepada sel elektroda dan impedansi elektrokimia akan terukur sebagai total hambatan yang dimiliki sel elektroda. Nilai impedansi yang diperoleh dipengaruhi oleh nilai frekuensi yang berperan sebagai variabel manipulasi pada pengujian EIS. Impedansi adalah ukuran penolakan terhadap arus bolak-balik. Jumlah seluruh hambatan serta impedansi seluruh induktor dan kapasitor yang akan memberikan jumlah penolakan yang bervariasi terhadap arus, tergantung pada perubahan arus. Impedansi di lambangkan dengan simbol Z dan memiliki satuan Ohm (Ω). Hasil pengukuran impedansi akan memberikan informasi seberapa besar rangkaian tersebut menghambat aliran elektron (arus) atau yang umum disebut resistivitas. Ada dua variabel berbeda yang memperlambat laju arus, yaitu *variabel* resistansi

yaitu perlambatan arus yang disebabkan oleh bahan dan bentuk dari komponen dan reaktansi (X) yang merupakan perlambatan arus dikarenakan bidang elektrik dan magnetis yang menolak perubahan arus atau tegangan. Variabel reaktansi merupakan *variabel* yang paling signifikan. Variabel resistansi dan reakstansi berkontribusi terhadap impedansi. Konduktivitas listrik adalah ukuran dari kemampuan suatu bahan untuk menghantarkan arus listrik. Jika suatu beda potensial listrik ditempatkan pada ujung-ujung sebuah konduktor, muatan-muatan yang bergerak akan berpindah dan menghasilkan arus listrik. Konduktivitas listrik didefinsikan sebagai ratio dari rapat arus terhadap kuat medan listrik (Viantyas, Dita, & Zainuri, 2014).

Hasil pengujian EIS berupa *Nyquist Plot* dengan grafik *semicircle* yang menunjukkan hubungan antara nilai *real* dan nilai imaginer seperti pada Gambar 2.11.6. Perhitungan konduktivitas dilakukan dengan melakukan interpretasi dari ukuran busur *semicircle* yang diperoleh dimana didapatkan nilai impedansi R_{bahan} atau R_e dan R_{ion} atau R_{ct} (*charge-transfer*). Nilai R_{bahan} menunjukkan karakteristik dari bahan material yang bersifat ohmik, sementara R_{ion} menunjukkan karakteristik kualitatif dari transfer ion antar elektroda (*charge-transfer)*. Karakteristik R_{bahan} selalu nampak pada data berfrekuensi tinggi, sementara R_{ion} teramati pada frekuensi rendah (Triwibowo, 2011). R_{total}, merupakan penjumlahan dari R_{bahan} dan R_{ion}. Dari nilai Z = R_{ct} ini, ini, kita dapat menentukan konduktifitas bahan dengan menggunakan persamaan:

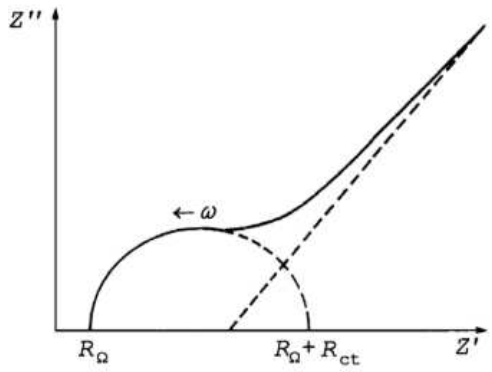
$$\sigma_{total} = \sigma_e + \sigma_{ct} \quad \text{.....(3.1)}$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad \text{.....(3.2)}$$

$$\rho = R\frac{A}{l} \quad \text{.....(3.3)}$$

Dimana :

σ = Konduktivitas elektrik total (S/cm)
R = Resistansi (Ω)
σ_e = Konduktivitas elektron (S/cm)
σ_{ct} = Konduktivitas *charge-transfer* (S/cm)
A = Luas permukaan sampel (cm^2)
l = Tebal sampel (cm)
ρ = Resistivitas (Ω.cm)



Gambar 2.11.6 Skema hasil pengukuran impedansi Randles (Nyquist Plot) (A.M. Bond, 2010)

Pada grafik hasil pengujian EIS, nilai konduktivitas elektrik ditentukan oleh nilai konduktivitas pada R_e dan R_{ct}, sedangkan nilai konduktivitas ionik ditentukan oleh garis linear ke atas yang terbentuk setelah Rct pada grafik semicircle. Nilai konduktivitas ionik dipengaruhi oleh nilai koefisien difusi yang terhitung dari hasil pengujian *cyclic voltammetry* (CV), sedangkan koefisien warburg (ω) bisa didapatkan dengan menggunakan persamaan berikut:

$$Z_{Re} = R_e R_{ct} \sigma \omega^{-1/2} \quad \text{..... (4)}$$

(Mandi, 2014)

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB III
METODOLOGI PERCOBAAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Dalam penelitian tugas akhir ini peralatan yang digunakan ditunjukkan pada Tabel 3.1.1.

Tabel 3.1.1 Tabel Peralatan yang Digunakan

No.	Nama Alat	Jumlah	Fungsi
1.	Timbangan Digital AND GR-200	1 Unit	Mengukur massa (0.0001gr)
2.	Desk-Top Planetary Ball Miller SFM-1	1 Unit	Mencampur dan mengaduk
3.	Tube Furnace PPF-1000	1 Unit	Calcinacing/Annealing/Sintering
4.	Auomatic Thin *Film* Coater MSK AFA III MTI	1 Unit	Coating *Slurry*
5.	Drying Box MTI	1 Unit	Mengeringkan Lembar *Slurry*
6.	Glove Box	1 Unit	Assamble *battery coin cell* di lingkungan Gas Argon
7.	Hydrolic Crimper MSK-110	1 Unit	Memampatkan *coin cell* parts
8.	*Magnetic hot plate* IKA C-MAG HS7	1 Unit	Mengaduk *Slurry*
9.	Hair Dryer FLECO-259	1 Unit	Mengeringkan
10.	*Magnetic* Stirrer	1 Buah	Stir pengaduk *Slurry*
11.	13 Blades Metric Feeler Gauge LIPRO 8901-02 (0.03 – 0.6 mm)	1 Buah	Mengukur keteblan
12.	Blower Cleaning XTEGO	1 Buah	Meniup partikel debu
13.	Beaker Glass (50ml)	3 Buah	Wadah sampel
14.	Beaker Glass (10ml)	3 Buah	Wadah sampel
15.	Cruicible	3 Buah	Wadah high temperatute heat treatment
16.	Filter Tool 400 mesh	1 Buah	Mengayak powder sampel
17.	Kuas	1 Buah	Membantu proses pengayakan
18.	Spatula	1 Buah	Mengambil/memindahkan
19.	Cawan timbang	6 Buah	Wadah menimbang
20.	Micro pipet / Pipet tetes	1 Buah	Mengukur/meneteskan volume cairan
21.	Agate Mortar	1 Buah	Menggerus powder
22	Milling Jar	2 Buah	Wadah mengaduk saat milling
23	Conventional Oven	1 Unit	Mengeringkan sampel
24	Lemari Lembar Katoda	1 Unit	Menyimpan Lembar Katoda

3.1.2 Bahan

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini ditunjukkan pada Tabel 3.1.2.

Tabel 3.1.2 Tabel Bahan yang Digunakan

No.	Nama Bahan	Jumlah	Fungsi
1.	Lithium Hydroxide Monohydrate ($LiOH \cdot H_2O$)	20gr	Bahan baku
2.	Phosporic Acid 85% (H_3PO_4)	35 mL	Bahan baku
3.	Cobalt (III) Oxide (Co_2O_3)	30 gr	Bahan baku
4.	Manganese Dioxide (MnO_2)	30 gr	Bahan baku
5.	N-methyl-2-pyrrolidone (MNP)	12 mL	Pelarut *Slurry*
6.	Polyvinylidene Fluoride (PVDF)	6 gr	Binder *Slurry*
7.	Sukrosa ($C_{12}H_{22}O_{11}$)	10 gr	Sumber Karbon
8.	Citric Acid ($C_6H_8O_7$)	5 gr	Sumber Karbon
9.	Tepung Tapioka ($C_6H_{10}O_5$)	2 gr	Sumber Karbon
10.	Karbon Super P	1 gr	Meningkatkan konduktivits
11.	Aquadest (H_2O)	60 mL	Pelarut
12.	Lithium Hexafluorophosphate solution 0.1M	5 mL	Elektrolit *Battery*
13.	Aseton	1 Botol	Larutan Pembersih
14.	Ethanol Teknis	1 Botol	Larutan Pembersih
15.	*Coin cell* parts	6 pasang	Bagian coin cell
16.	Anoda Lithium Metal	6 buah	Sebagai elektroda negatif
17.	Polymer Separator *Film* (Tebal 23μm)	Secukupnya	Separator
18.	Aluminium Thin *Film* Sheet	Secukupnya	Lapisan Katoda
19.	Cooking Aluminium Foil	Secukupnya	Alas/Tutup
20.	Tissue	Secukupnya	Pembersih
21.	Plastic Zip	Secukupnya	Menyimpan sampel serbuk

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Tahap Preparasi Sampel

Pada penelitian ini, sampel $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$ disintesis dengan variasi fraksi massa Mn (x = 0,9; 0,8 dan 0,7) didoping dengan Co (1-x = 0,1; 0,2 dan 0,3). Perhitungan stoikiometri (lihat pada lampiran) dari senyawa bahan baku pembentuk sampel (MnO_2, Co_2O_3, H_3PO_4 dan $LiOH \cdot H_2O$) menghasilkan massa masing-masing komposisi bahan baku yang dibutuhkan untuk mensintesis $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$ seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.2.1.

$$\mathbf{LiOH \cdot H_2O_{(s)} + Co_2O_{3\,(s)} + MnO_{2\,(s)} + H_3PO_{4\,(l)} \rightarrow LiMn_xCo_{1-x}PO_{4\,(s)} + O_{2\,(g)} + H_2O_{\,(g)}}$$

Tabel 3.2.1 Massa Bahan Baku $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$

Fraksi (wt%)		Bahan Baku				Massa Total
Mn	Co	MnO_2	Co_2O_3	H_3PO_4	$LiOH \cdot H_2O$	
0,9	0,1	7,4639 gr	0,7912 gr	9,3488 gr	1,3182 gr	18,9220 gr
0,8	0,2	6,6178 gr	1,5783 gr	9,3251 gr	1,2685 gr	18,7897 gr
0,7	0,3	5,7759 gr	2,3615 gr	9,3015 gr	1,5929 gr	19,0317 gr

3.2.2 Tahap Sintesis Powder

Pada tahap sintesis powder, masing-masing bahan baku yang sudah disiapkan dan ditimbang telah melalui tahap pencampuran, pemanasan, pelapisan karbon dan pengayakan hingga dihasilkan powder. Tahap pertama yang dilakukan adalah pencampuran bahan baku MnO_2, CoO_3 dan H_3PO_4 dengan cara di Milling menggunakan *Desk-Top Planetary Ball Miller SFM-1* selama 5 jam dengan perbandingan massa campuran dengan *zircon ball miller* sebesar 1:10. Setelah itu, campuran dimasukkan kedalam oven dengan suhu ±85^oC selama kurang lebih 1 hari untuk menghilangkan kadar air yang merupakan product sampingan pencampuran. Setelah kadar air hilang, campuran dipindahkan kedalam wadah cruicible yang selanjutnya melalui proses pemanasan awal. Proses pemanasan awal atau kalsinasi ini dilakukan pada alat furnace selama 7 jam pada temperatur 500^oC dan dibiarkan menurun hingga suhu ruang. Campuran yang telah dikalsinasi kemudian dicampur dengan bahan baku $LiOH \cdot H_2O$ dan *Organic* Karbon *Source* yang berfungsi sebagai karbon *coater*. Sumber karbon organic yang digunakan adalah Sukrosa ($C_{12}H_{22}O_{11}$), Tepung Tapioka ($C_6H_{10}O_5$) dan Citric Acid ($C_6H_8O_7$). Seluruh bahan dicampur dengan perbandingan massa campuran : karbon sukrosa : karbon tapioka adalah 88 : 10 : 2 dan kemudian diberi penambahan sumber karbon organic yang terakhir yaitu dari karbon citric acid sebesar 1/3 massa karbon keseluruhan. Dilakukan pula penambahan pelarut Aquadest (H_2O) sebesar 1/2 massa total keseluruhan. Rincian massa sumber karbon organic pada powder dapat dilihat pada Tabel 3.2.2.

Tabel 3.2.2. Massa Campuran dan Sumber Karbon Organik

Fraksi (wt%)		Setelah kalsinasi	Massa Sumber Karbon Organik			Pelarut Aquadest
Mn	Co	500^oC	Sukrosa	Tapioka	Asam Sitrat	
0,9	0,1	4,940 gr	1,3332 gr	0,2526 gr	0,5989 gr	4,2214 ml
0,8	0,2	4,766 gr	1,2862 gr	0,2437 gr	0,5778 gr	4,0711 ml
0,7	0,3	6,000 gr	1,6193 gr	0,3068 gr	0,7274 gr	5,1231 ml

Pencampuran dilakukan dengan cara di milling kembali menggunakan *Ball Miller* selama 3 jam dengan perbandingan massa campuran dengan *zircon ball miller* sebesar 1:10. Setelah itu, campuran dimasukkan kedalam oven dengan suhu ±85ºC selama kurang lebih 1 hari untuk menghilangkan kadar air yang digunakan sebagai pelarut dalam campuran. Setelah kadar air hilang, campuran di pindahkan kedalam wadah cruicible, dan selanjutnya melalui proses pemanasan akhir. Proses pemanasan akhir atau sintering ini dilakukan pada alat furnace selama 9 jam pada temperatur 750ºC dengan pemberian gas inert Nitrogen yang dialiri sebesar 0,2NL/min dan dibiarkan menurun hingga suhu ruang. Sebelum pemanasan dimulai, dilakukan pula flushing dengan menggunakan gas Nitrogen untuk menghilangkan udara luar yang masuk kedalam *tube furnace*.

Selanjutnya, campuran yang sudah bersuhu ±30ºC digerus menggunakan agate mortar dan diayak menggunakan filter net dengan ukuran 400 mesh atau 37 microns untuk memperkecil ukuran partikel. Proses ini dilakukan berulang-ulang untuk butir yang belum tersaring sehingga pada akhirnya menghasilkan serbuk powder yang halus.

3.2.3 Tahap Pembuatan *Slurry*

Setelah powder disintesis dan memiliki ukuran partikel lebih kecil dari 0,037mm, pembuatan *slurry* dilakukan dengan mencampurkan beberapa bahan pembentuk *slurry*, yaitu *Black* Karbon atau Karbon Super P yang berfungsi meningkatkan konduktivitas dan Polyvinylidene Fluoride atau PVDF yang berfungsi sebagai binder. Perbandingan massa komposisi powder : Karbon Super P : PVDF adalah 90 : 2 : 8 sehingga dihasilkan 1 gr bahan *slurry* dengan massa powder 0,9 gr, Karbon Super P 0,02 gr dan PVDF 0,08 gr. Serbuk powder dicampurkan terlebih dahulu dan diaduk menggunakan agate mortar sehingga tercampur dengan rata. Pembuatan *slurry* dilakukan pada wadah gelas beaker 10 ml dengan menggunakan *magnetic* stirrer berukuran paling kecil dan diputar pada *magnetic hot plate*. Langkah pertama yaitu pemberian larutan NMP sebanyak 1,5ml pada gelas beaker. Kemudian diletakkan diatas *magnetic hot plate* dengan pengaturan temperature 70ºC yang berputar dengan kecepatan 1,5 pada display. Setelah terdapatnya asap yang mengindikasikan larutan NMP mulai menguap, binder PVDF dimasukkan secara perlahan dan sedikit demi sedikit kedalam gelas beaker menggunakan spatula dan dipastikan larut pada pelarut NMP.

Binder PVDF berperan sebagai pengikat, menahan partikel-partikel serta membentuk ikatan adhesi yang baik. Setelah seluruh PVDF dimasukkan dan terlarut secara homogen pada larutan NMP, serbuk powder yang sebelumnya sudah dicampur dengan Karbon Super P dimasukkan secara perlahan dan sedikit demi sedikit agar menghindari terbentuknya gumpalan. Setelah seluruh bahan pembentuk *slurry* dimasukkan, kemudian didiamkan selama ±3-5 menit hingga diperoleh kekentalan yang tepat. Karena, *slurry* yang terlalu kental akan menyebabkan adanya retakkan pada lembar katoda, sedangkan *slurry* yang terlalu cair juga akan menyebabkan adanya porositas atau adanya area pada lembar katoda yang tidak terlapisi material aktif secara sempurna. Sementara menunggu *slurry* memiliki viskositas yang tepat, lembaran Aluminium *film* disiapkan.

3.2.4 Tahap Pembuatan Lembar Katoda

Aluminium *film* yang sudah disiapkan dipotong sesuai dengan ukuran area vacum automatic thin *film* coater, dan diletakkan di atasnya. Tombol vacum dinyalakan sehingga menyedot aluminium *film* dan meratakan permukaannya dengan sempurna. Alat penyebar *slurry* diatur ketebalannya menggunakan *Mr. Blade* dengan ketebalan 0,1 mm dan dibersihkan secara perlahan menggunakan aseton dan diletakkan di atas permukaan daerah awal penyebaran *slurry*. Aluminium *film* pun dibersihkan menggunakan aseton sehingga tidak ada satupun debu atau kotoran diatasnya. Kemudian, mesin diatur kecepatannya 0,5 cm/s pada display. Selanjutnya, *slurry* yang telah memiliki kekentalan yang pas dituangkan dan diratakan pada permukaan Aluminium *Film* menggunakan spatula. Setelah itu tombol RUN di switch on. Selama pengcoatingan berlangsung, *slurry* dipastikan menyebar secara merata sehingga tidak ada *slurry* yang terbuang. Setelah proses pengcoatingan selesai dan terbentuk lapisan *slurry* seperti pada, lembaran dikeringkan didalam dry box pada suhu 80°C hingga seluruh permukaan lembaran katoda kering dengan sempurna. Setelah kering, lembar katoda disimpan pada lemari lembar katoda yang telah diatur temperature dan tekanannya pada keadaan optimum

3.2.5 Tahap *Coin cell Assembly*

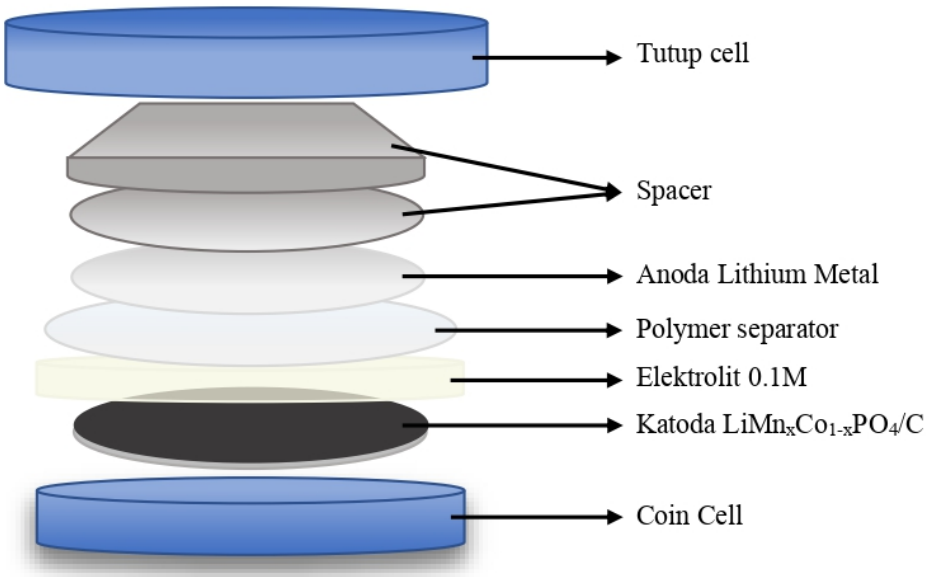
Pada tahap ini, *coin battery* akan dibuat dengan menggunakan beberapa lapisan *battery* part. Bagian dalam *coin cell battery* terdiri dari elektroda posotif, elektrolit, separator, elektroda negatif dan spacer.

Elektroda posotif atau katoda yang digunakan dalah katoda LMP/C yang telah dibuat pada penelitian ini, sedangkan elektroda negatif atau anoda yang digunakan merupakan Lithium Metal komersial. Sementara itu, separator yang digunakan adalah Polimer Separator *Film* yang memiliki ketebalan 25µm. Lembaran separator digunting sesuai dengan ukuran coin bed, yaitu berdiameter 19mm. Lembaran katoda yang telah dibuat pada penelitian ini di*press* dengan ketebalan 80% dari tebal saat pengcoatingan, yaitu 0,08mm (80micron) dan kemudian digunting lebih kecil dari ukuran coin bed, yaitu berdiameter 16mm. Proses pengguntingan lembar katoda bersamaan dengan pengguntingan lembaran Aluminium *film* agar massa katoda LMP/C dapat diketahui. Untuk mengetahuinya yaitu dengan cara mengurangi massa lembar katoda dengan massa aluminium *film*. Dengan itu, diperoleh massa katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$ pada masing-masing sampel. Adapun beberapa massa katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$ dari sampel yang digunakan ditunjukkan seperti pada Tabel 3.4.5. Selanjutnya, dua buah spacer, tutup dan *coin cell* disiapkan terlabih dahulu. Kemudian direndam pada aseton untuk menghilangkan segala jenis debu dan kotoran.

Tabel 3.4.5. Massa powder pada lembar katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$

Fraksi (%wt)		Katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$	Bahan Aktif $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$	Bahan Aktif $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$
Mn	**Co**	**(100%)**	**(90%)**	**((90%) 88%)**
0,9	0,1	0,0120	0,01080	0,0095040
0,8	0,2	0,0119	0,01070	0,0094248
0,7	0,3	0,0136	0,01224	0,0107712

Setelah data massa katoda LMP/C didapat, selanjutnya adalah proses perakitan/*assembly* yang berlangsung didalam glove box berlingkungan gas Argon. Tahap pertama yang perlu dilakukan adalah memasukkan seluruh coin *battery* parts kedalam glove box melalui vacuum chamber. Vacum chamber pada glove box yang digunakan berada pada sebelah kanan mesin blove box. Setelah dimasukkan, kemudian divacum untuk menghilangkan gas-gas di udara seperti gas O_2, maupun gas lainnya yang ikut masuk kedalam vacuum chamber. Setelah seluruh coin parts berada di dalam glove box, maka dilakukan perakitan coin *battery* dengan bantuan pinset/pencapit. Elektrolit yang digunakan adalah Lithium Hexafluorophosphate solution 0.1M sebanyak 30µL menggunakan mikro pipet. Coin *battery* dirakit sesuai dengan urutan perakitan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.2.5



Gambar 3.2.5. Urutan perakitan *coin cell battery*

Setelah seluruh bagian dirakit, maka dilakukan pengkompaksian dengan menggunakan Crimping Hydrolic Mechine hingga menghasilkan *coin cell* yang padat dan tertutup secara sempurna dan menghasilkan baterai ½ cell.

3.3 Karakterisasi Bahan

3.3.1 *X-Ray Diffraction (XRD)*

Karakterisasi bahan dengan menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui dan menganalisis komposisi fasa, parameter kisi dan tipe struktur suatu bahan. Adapun panjang gelombang yang digunakan pada penelitian ini adalah Cu K-α_1 (0.541862 Å) dengan rentang sudut 2θ dari 10° – 90°. Pengujian XRD sampel powder $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$ dilakukan menggunakan XRD Rigaku SmartLab 3kW dengan tegangan 40 kV, arus 30mA dan data step 0,01 di Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong.

3.3.2 *Scanning Electron Microscope – Electron Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)*

Karakterisasi bahan dengan menggunakan SEM dilakukan untuk mengidentifikasi morfologi permukaan sampel dan mikrostruktur material LMP/C pada lembar katoda. Pengujian SEM-EDS dilakukan di Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI Serpong menggunakan Hitachi SU-3500 dengan perbesaran 1000×, 10.000×, 50.000× dan 75.000×.

3.3.3 *Particle Size Analyzer* (PSA)

Pengujian PSA dilakukan dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel dan distribusinya. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan metode basah dengan menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material yang akan diuji. Pengukuran dilakukan menggunakan alat Zetasizer Nano di Lab Zat Padat Departemen Fisika ITS Surabaya.

3.3.4 *Cyclic voltammetry (CV)*

Pengujian *Cyclic voltammetry* dilakukan untuk mempelajari mekanisme dan laju proses reduksi dan oksidasi (redoks) serta untuk mengetahui koefisien difusi ion Li^+ dari sampel yang digunakan dengan menganalisa puncak anodic dan katodik. Pengujian dilakukan menggunakan alat dan software WonAtech WBCS 3000 Korea dengan pemberian *scan rate* 0,1C atau sebesar 50 μV/s dengan rentang teganan cut off 3,0 – 4,9 V sebanyak 3 siklus. Pegujian CV dilakukan di Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong.

3.3.5 *Charge – Discharge (CD)*

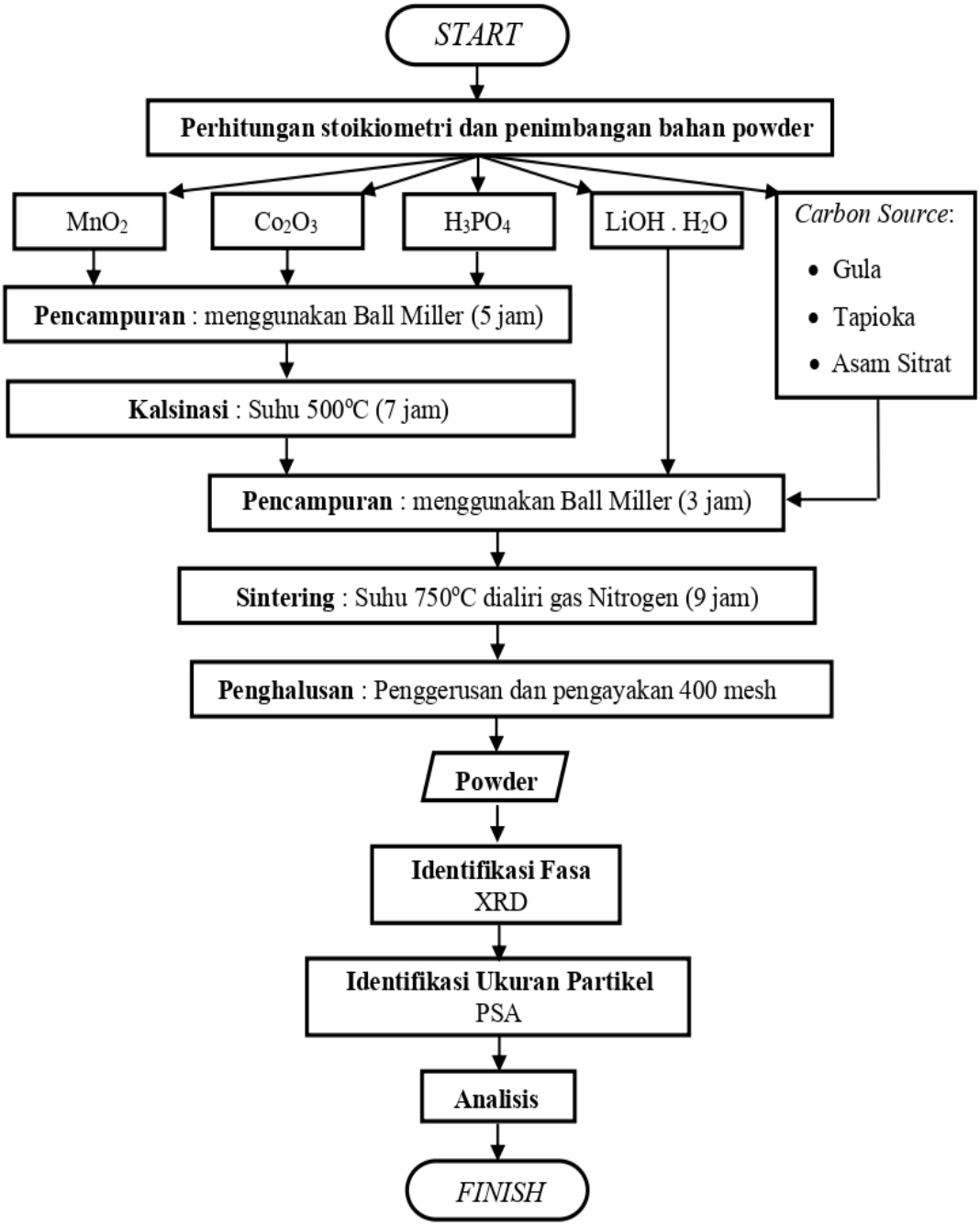
Pengujian Charge – Discharge dilakukan untuk menentukan nilai charging *capacity* dan *discharging capacity* dari baterai. Pengujian dilakukan menggunakan alat dan software WBCS 3000 dengan pemberian C-rate 0,1C (50 μV/s) sebanyak 3 siklus. Pegujian CV dilakukan di Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong.

3.3.6 *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Pengujian EIS dilakukan untuk mempelajari sifat elektrokimia seperti konduktivitas, resistansi, rapat arus dan koefisien difusi ion Li^+. Pengukuaran impedansi baterai akan memberikan informasi seberapa besar rangkaian elektroda menghambat aliran electron (arus). Pengujian EIS dilakukan menggunakan alat LCR Hioki 3522 dengan tegangan 0,2V, rentang frekuensi 0,1 – 20k Hz dan waktu delay 1 sekon. Pegujian EIS dilakukan di Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong.

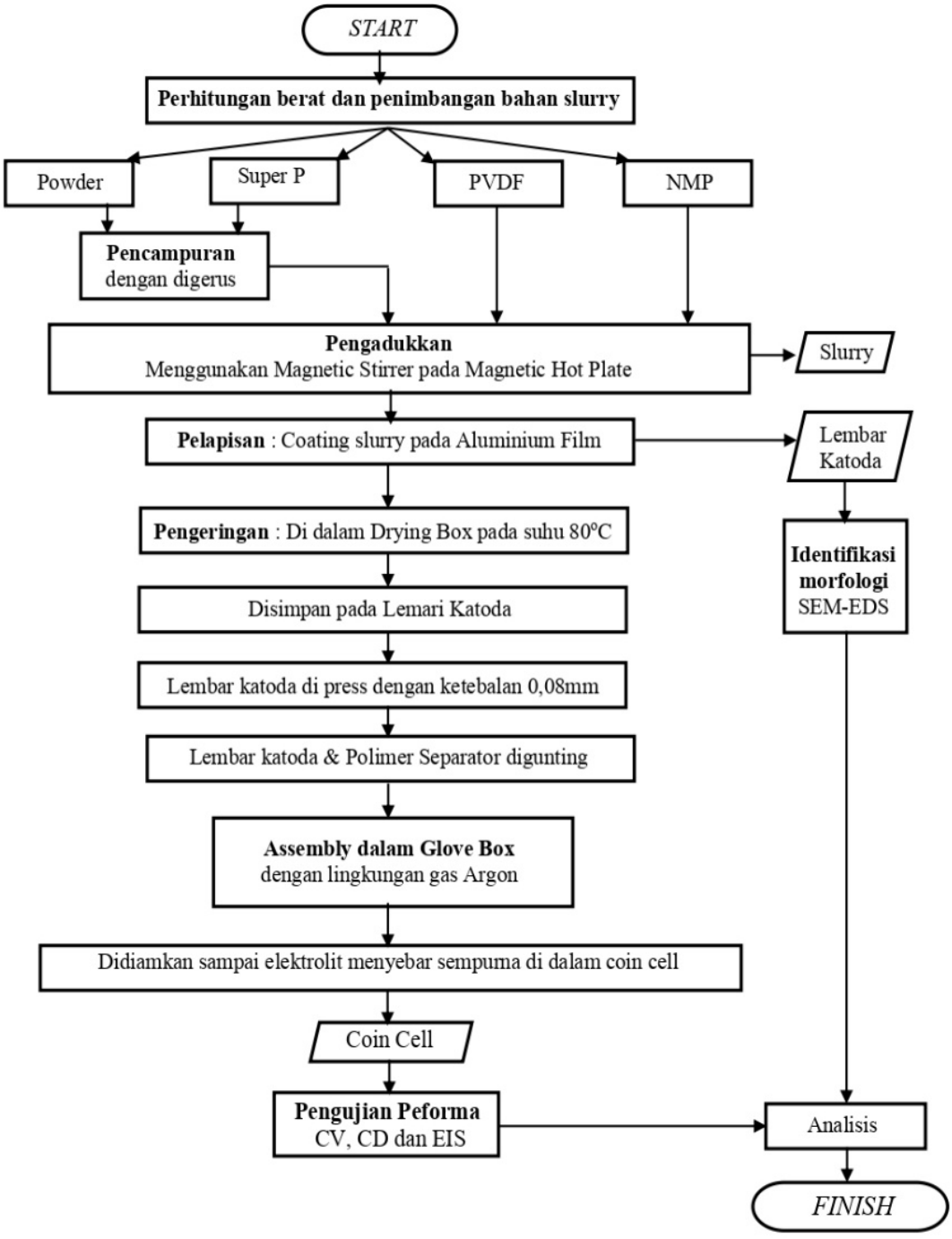
3.4 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Sintesis Material Aktif $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$



Gambar 3.4.1. Flowchart Sintesis $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$/C

3.4.2 Sintesis Sel Elektroda Positif dan Perakitan Baterai

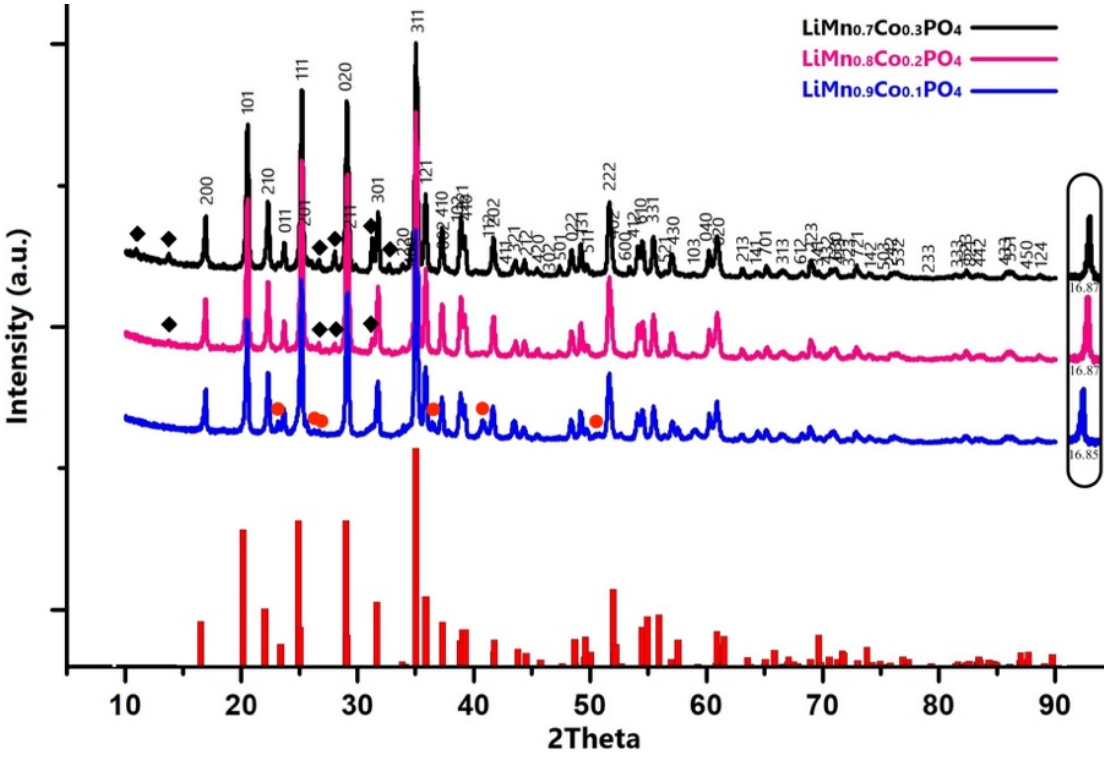


Gambar 3.4.2. Flowchart Sintesis Katoda dan Baterai

BAB IV
ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Struktur Komposit $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$ dengan *X-Ray Difractometer* (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan pada sampel $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$ (LMP/C) dengan variasi doping ion Co (1-x = 0,3; 0,2 dan 0,1). Data yang diperoleh dari karakterisasi XRD berupa pola difraksi yang menunjukkan hubungan antara intensitas dengan sudut 2θ dalam rentang sudut 10° – 90° menggunakan Cu K-α_1 (0.541862 Å). Pengujian XRD dilakukan untuk mengidentifikasi fasa kristalin yang terbentuk. Analisa secara kualitatif dilakukan menggunakan *software HighScore Plus* dan secara kuantitatif dilakukan menggunakan *software Rietica*. Pola difraksi yang diperoleh ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Pola difraksi sampel komposit $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$ dengan 1-x = 0,3; 0,2 dan 0,1.

Gambar 4.1 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel komposit katoda LMP/C dengan variasi doping ion Co (1-x=0,3; 0,2 dan 0,1). Hasil XRD dianalisa melalui pencocokan puncak-puncak difraksi dan didapat bahwa pada seluruh sampel telah teridentifikasi fasa utama kristalin

Lithiophilite ($LiMnPO_4$) dengan struktur kristal olivine*. Fasa utama yang terbentuk pada sampel LMP7 dan LMP8 adalah olivine Lithiophilite $LiMnPO_4$* dengan fasa sekunder Tetralithium diphosphate $Li_4O_7P_2$** (yang ditandai dengan diamond hitam). Intensitas puncak fasa sekunder $Li_4O_7P_2$ terlihat lebih tinggi seiring dengan bertambahnya doping Co. Teramatinya fasa sekunder $Li_4O_7P_2$ pada sampel LMP7 dan LMP8 dapat dikarenakan oleh penambahan doping Co yang memicu terbentuknya fasa $Li_4O_7P_2$. Pada sampel LMP9, fasa utama yang terbentuk adalah olivine Lithiophilite $LiMnPO_4$* dengan fasa sekunder 4[4-(4-Formylphenoxy) butoxy] benzaldehyde $C_{18}H_{18}O_4$*** (yang ditandai dengan lingkaran merah). Teramatinya fasa sekunder $C_{18}H_{18}O_4$ pada sampel LMP9 dapat terjadi karena konsentrasi oksigen yang tinggi saat proses karbonisasi.

Pada Gambar 4.1, terlihat bahwa pola difraksi eksperimen mengalami pergeseran sudut 2θ terhadap fasa olivine Lithiophilite $LiMnPO_4$ murni tanpa doping apapun*. Hal ini mengindikasikan bahwa $LiMnCoPO_4/C$ telah berhasil disintesis dengan doping ion Co^{+2} menggunakan metode *solid-state reaction*. Proses pendopingan ion Co tidak memengaruhi struktur olivine $LiMnPO_4$ karena ion Co^{2+} hanya menggantikan situs Mn^{2+} pada struktur olivine. Namun, terjadi pergeseran sudut puncak-puncak pola difraksi yang disebakan oleh perbedaan ukuran jari-jari ion Co^{+2} yang lebih kecil daripada ion Mn^{+2}, dimana ionic radius Mn^{+2} (6-koordinat tetrahedral) pada olivine $LiMnPO_4$ adalah 81pm dan ionic radius Co^{+2} (6-koordinat tetrahedral) pada olivine $LiCoPO_4$ adalah 79pm. Harapannya, dengan mendoping ion Mn^{+2} dengan ion Co^{+2} akan mempermudah dan memperpendek panjang lintasan atau *pathway* dan akan mereduksi volume cell sehingga dapat meningkatkan konduktivitas elektrik $LiMnPO_4$.

Fasa-fasa yang telah diidentifikasi kemudian diolah lebih lanjut dan dilakukan analisis secara kuantitatif dengan metode *Rietveld* menggunakan *software Rietica*. Dari hasil pengolahan yang dilakukan, dapat diidentifikasi persentase komposisi fasa dan nilai parameter kisi fasa olivine pada masing-masing sampel untuk melihat perubahan dimensi kristal. Analisa dilakukan menggunakan kode CIF-9011037 untuk fasa olivine $LiMnPO_4$, CIF-2005920 untuk $Li_4O_7P_2$ dan CIF-2237200 untuk $C_{18}H_{18}O_4$. Tabel 4.1.1 merupakan hasil analisa kuantitatif menggunakan metode *Reitveld* dengan *software Rietica* yang menunjukkan nilai prosentase fraksi berat setiap fasa dan Tabel 4.1.2 menunjukkan parameter kisi fasa $LiMnPO_4$ dari masing-masing sampel.

* [PDF No. 96-901-1038]
** [PDF No. 96-200-5921]
*** [PDF No. 96-223-7201]

Tabel 4.1.1. Data Prosentase Fraksi Berat Setiap Fasa Komposit LMP/C

Sampel	Fraksi Berat (wt%)		
	$LiMnPO_4$ [96-901-1038]	$Li_4O_7P_2$ [96-200-5921]	$C_{18}H_{18}O_4$ [96-223-7201]
LMP7	61,02	38,98	-
LMP8	62,72	37,28	-
LMP9	92,25	-	7,75

Tabel 4.1.2. Data Parameter Kisi dan Volume Sel Kristal LMP/C

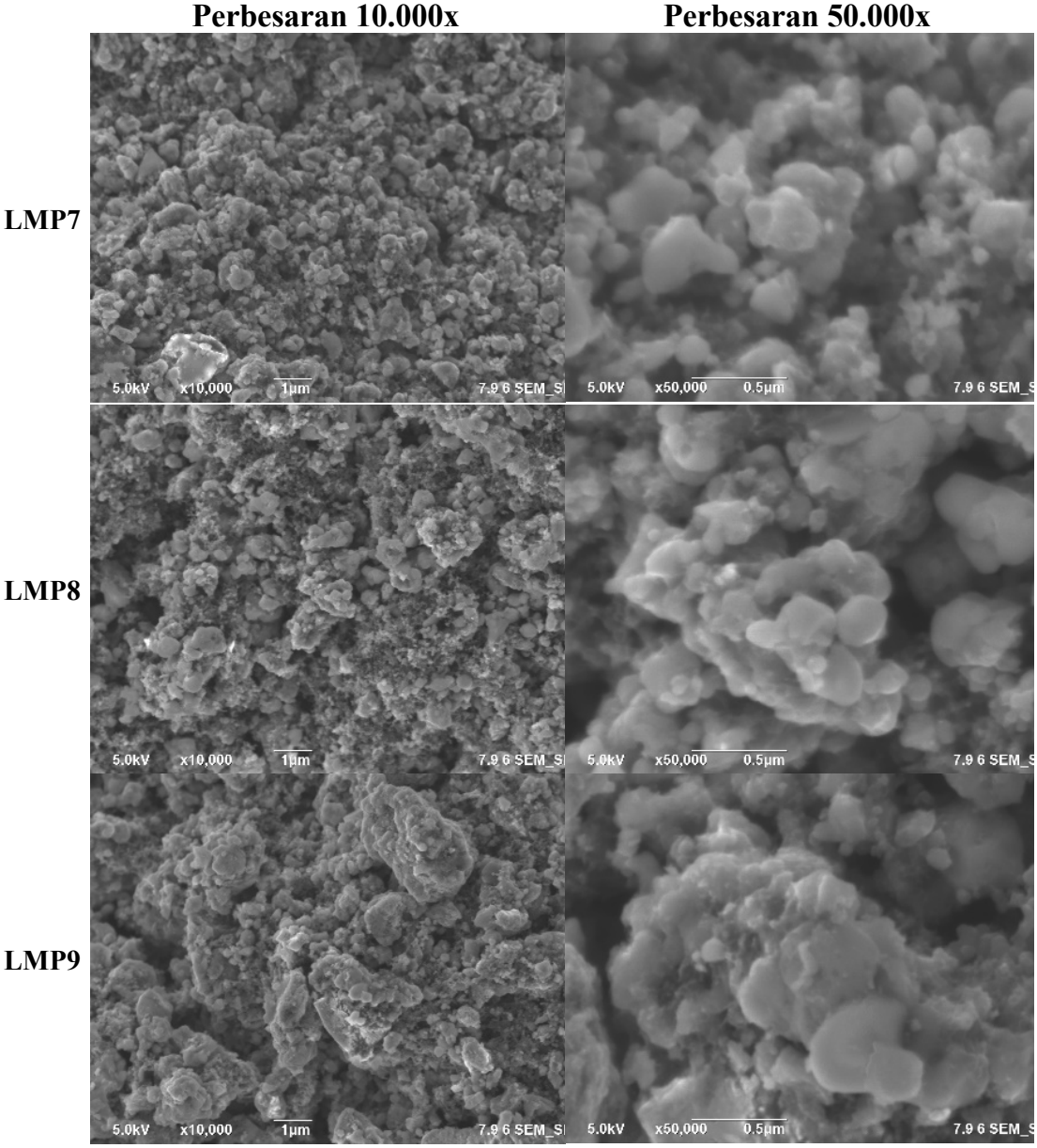
Sampel	Parameter Kisi $LiMnPO_4$			Volume cell V ($Å^3$)
	a (Å)	b (Å)	c (Å)	
LMP7	6,1473	10,5103	4,7575	307,381866
LMP8	6,1490	10,5111	4,7590	307,613098
LMP9	6,1459	10,5111	4,7639	307,748718

Pada Tabel 4.1.1 terlihat bahwa sampel LMP7 memiliki prosentase $LiMnPO_4$ yang paling kecil. Hal ini pun terlihat dari pola difraksi pengukuran pada Gambar 4.1 yang menjukkan puncak fasa sekunder $Li_4O_7P_2$ pada sampel LMP7 lebih tinggi. Tabel 4.1.2 memperlihatkan adanya perubahan dimensi orde kristalin akibat dari variasi doping Co. Hal ini menunjukkan bahwa ion Co^{2+} telah berhasil menggantikan situs Mn^{2+}. Keberhasilan doping ion Co^{2+} terhadap Mn^{2+} ini diindikasikan dari berkurangnya *volume cell* seiring dengan peningkatan konsentrasi doping Co. Hal tersebut dikarenakan oleh jari-jari ion Co^{2+} yang lebih kecil dibandingkan jari-jari ion Mn^{2+}. Semakin besar konsentrasi ion Co^{2+} maka semakin kecil parameter kisinya dan mempengaruhi besar volume sel dari masing-masing sampel.

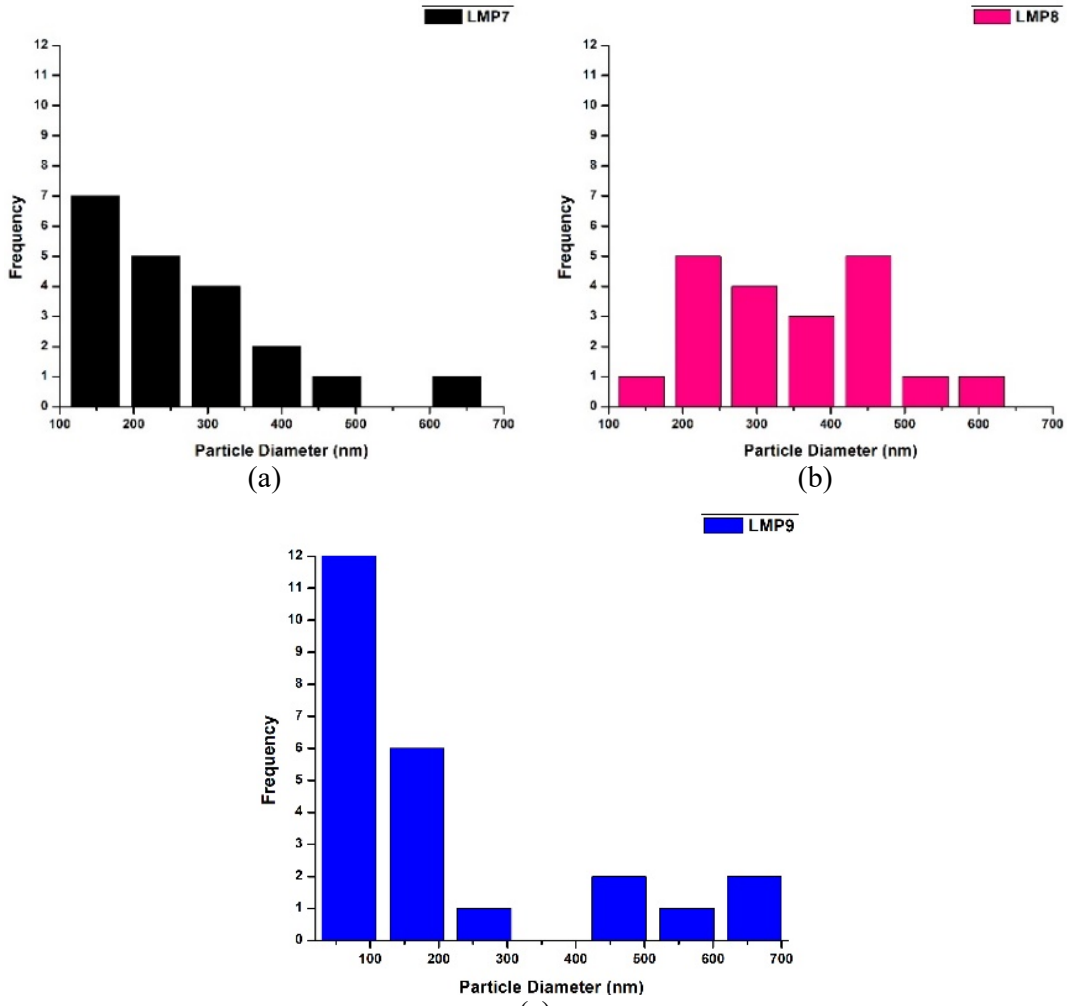
4.2 Analisis Morfologi dengan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS)

Karaktersiasi SEM-EDS dilakukan pada lembaran katoda dengan material aktif LMP7, LMP8 dan LMP9. Hasil yang diperoleh dari pengujian SEM berupa morfologi sampel dan data ukuran partikel. Untuk mengidentifikasi distribusi komposisi atom secara kualitatif dan kuantitatif dilakukan uji EDS. Pengujian SEM-EDS dilakukan di Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI Serpong menggunakan Hitachi SU-3500

dengan perbesaran 1000×, 10.000×, 50.000× dan 75.000×. Morfologi hasil pengujian SEM untuk ketiga sampel dengan perbesaran 10.000× dan 50.000× ditunjukkan pada Gambar 4.2.1. Hasil karakterisasi SEM diolah dengan menggunakan *software ImageJ* untuk memperoleh rata-rata ukuran partikel dengan mengukur 20 butir partikel acak yang teramati pada perbesaran 50.000×. Data yang diperoleh berupa grafik histogram yang menunjukkan hubungan antara frekuensi (jumlah partikel) terhadap ukuran diameter partikel dalam orde nano (nm). Histogram tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.2.2.



Gambar 4.2.1. Morfologi hasil pengujian SEM dengan perbesaran 10k dan 50k.



Gambar 4.2.2. Grafik histogram distribusi diameter partikel pada Katoda LMP/C (a) LMP7; (b) LMP8 dan (c) LMP9.

Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2.1, secara morfologi permukaan sampel LMP7, LMP8 dan LMP9 memiliki dimensi partikel cenderung berbentuk bulat dengan ukuran partikel yang irregular. Hal ini menunjukkan bahwa partikel beraglomerasi dengan tingkat aglomerasi yang berbeda-beda. Pada sampel LMP7, partikel beraglomerasi dengan ukuran serupa dan merata pada permukaan, sedangkan pada sampel LMP8 dan LMP9 ukuran aglomerasi beragam. Secara morfologi LMP9 memiliki aglomerasi partikel yang cukup besar, namun LMP9 memiliki banyak partikel berukuran sangat kecil yang tersebar disekelilingnya. Morfologi pada Gambar 4.2.1 menunjukkan bahwa penambahan doping Co mempengaruhi kehomogenitasan aglomerasi partikel. Hal ini terlihat bahwa aglomerasi partikel LMP7 terlihat paling homogen diantara

sampel lainnya. Kehomogenitasan aglomerasi yang teramati ini juga berkaitan dengan data kuantitatif hasil XRD (Tabel 4.1) yang menunjukkan bahwa homogenitas meningkat seiring bertambahnya berkurangnya fasa olivine LMP. Secara umum, adanya aglomerasi pada seluruh sampel dapat disebabkan karena metode sintesis yang digunakan. Prosedur metode *solid state* yang panjang dan kompleks dengan *milling* dan pembakaran pada suhu tinggi yang berulang menyebabkan bertambahnya pertumbuhan partikel atau *grain growth* dan aglomerasi (Zhang, Araez, & Hector, 2018).

Histogram pada Gambar 4.2.2 menunjukkan bahwa keseluruhan partikel berorde nano. Rata-rata ukuran diameter partikel dari 20 sampel pengukuran yang dilakukan ditunjukkan pada Tabel 4.2.

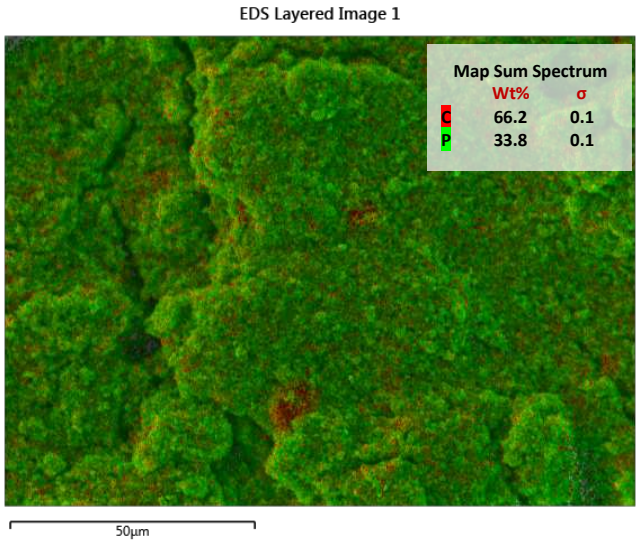
Tabel 4.2. Data ukuran partikel pengujian SEM

Sampel	Rata-Rata diameter partikel (nm)
LMP7	309
LMP8	380
LMP9	251

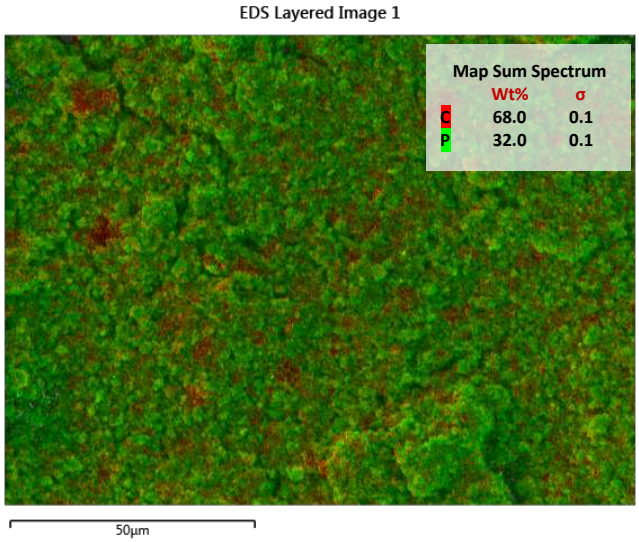
Rata-rata ukuran partikel terkecil dimiliki oleh sampel LMP9 yaitu 380nm dan rata-rata ukuran partikel terbesar adalah sampel LMP8 yaitu 251nm. Variasi doping Co pada LMP tidak menunjukkan adanya perubahan ukuran partikel, karena pendopingan hanya merubah ukuran kristal dalam orde kristalin dan tidak berpengaruh terhadap ukuran partikel dalam orde mikron. Data ukuran partikel dari pengujian SEM dengan bentuk sampel lembaran ini didukung dengan data ukuran partikel dari pengujian PSA dengan bentuk sampel serbuk (Tabel 4.3).

Penambahan karbon sebagai pelapis pada permukaan butir LMP diharapkan dapat mempermudah difusi ion Li^+. Dari pengujian SEM-EDS, seluruh permukaan LMP telah terlapisi oleh karbon. Hal ini ditandai dengan persebaran karbon yang merata pada permukaan sampel. Gambar 4.2.3 menunjukkan *mapping* persebaran unsur karbon dan phosphate. Terlihat bahwa distribusi karbon dan phosphate yang paling merata adalah pada sampel LMP7 dan kemudian pada sampel LMP8, sedangkan, sampel LMP9 terlihat kasar dan terdapat gumpalan-gumpalan karbon yang teramati pada permukaan. Hasil semi kuantitatif menunjukkan bahwa prosentase karbon meningkat seiring bertambahnya prosentase olivine LMP (Tabel 3.1).

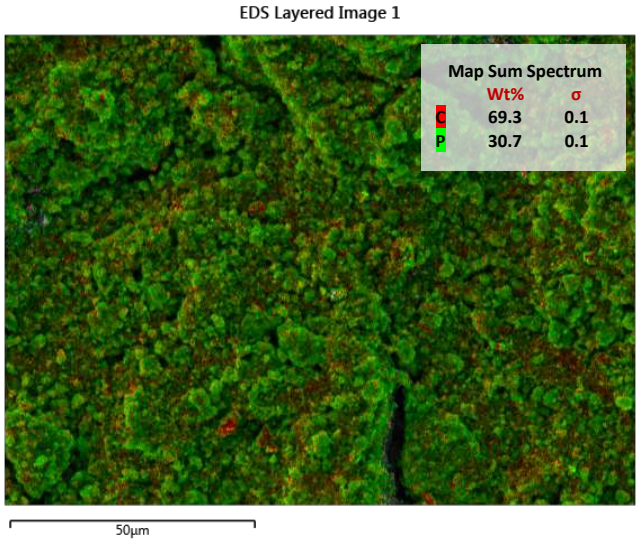
LMP7



LMP8



LMP9



Gambar 4.2.3. Hasil *Mapping* SEM-EDS dari sampel komposit katoda

LMP9 memiliki prosentase karbon terbesar, yaitu sebesar 69,3%. Hal ini berkaitan dengan teramatinya fasa karbon ($C_{18}H_{18}O_4$). Selain itu, *mapping* pengujian EDS menunjukkan bahwa distribusi karbon dan phosphate meningkat seiring bertambahnya doping Co. Distribusi karbon dan phosphate yang merata pada sampel LMP7 dan LMP8 menandakan bahwa karbon telah melapisi permukaan fase olivine $LiMnPO_4$ dan $Li_4O_7PO_2$ secara sempurna, sedangkan pada sampel LMP9, tekstur terlihat kasar dan terdapat karbon yang masih dominan pada area tertentu. Hal ini disebabkan karena teramatinya gumpalan karbon, yaitu fasa $C_{18}H_{18}O_4$ yang teridentifikasi pada sampel LMP9 oleh pengujian XRD (Tabel 4.1.1.).

4.3 Analisis ukuran partikel dengan *Particle Size Analyzer* (PSA)

Pengujian PSA dilakukan pada serbuk material aktif LMP7, LMP8 dan LPM 0,9 menggunakan metode basah yaitu dengan mendispersikan serbuk pada larutan air sabun yang merupakan surfaktan dengan struktur kimia anionik yang dapat digunakan untuk menstabilkan dispersi partikel nano dalam larutan. Pengujian dilakukan menggunakan alat Zetasizer Nano di Lab Zat Padat Departemen Fisika ITS Surabaya. Berdasarkan hasil pengukuran yang dilakukan, diperoleh data ukuran pertikel seperti pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Data ukuran partikel hasil pengujian PSA

Sampel	Pengulangan (nm)	Rata-rata (nm)
LMP7	979,4	961,26
	941,0	
	958,0	
	955,3	
	972,6	
LMP8	1359	1382
	1399	
	1462	
	1378	
	1313	
LMP9	632,0	612,66
	627,4	
	585,3	
	630,2	
	588,4	

Dari Tabel 4.3, ukuran partikel rata-rata terkecil dimiliki oleh sampel LMP9 yaitu sebesar 612,66 nm, sedangkan ukuran partikel rata-rata terbesar dimiliki oleh sampel LMP8. Hal ini menunjukkan bahwa LMP9 memiliki tingkat aglomerasi yang paling kecil dan LMP8 memiliki tingkat aglomerasi yang paling besar pada medium pelarut. Data ukuran partikel dari pengujian PSA ini didukung oleh data ukuran partikel secara morfologi dari pengujian SEM dengan bentuk sampel serbuk (Tabel 4.2). Tingkat keaglomerasian partikel pada pengujian PSA dengan sampel serbuk menggunakan metode basah sejalan dengan hasil pengujian SEM dengan sampel lembaran dimana pelarut pada *slurry* yang digunnakan adalah *N-Methyl-2-pyrrolidone* (NMP). Terlihat bahwa data partikel yang teramati oleh PSA memiliki skala nilai yang lebih besar dibandingkan dengan data partikel hasil morfologi SEM. Pengukuran ukuran partikel dengan SEM menunjukkan data yang lebih akurat. Hal ini dapat disebabkan oleh jenis pelarut yang digunakan dan metode pelarutan yang tidak digetarkan terlebih dahulu dengan menggunakan *ultrasonic cleaner* sehingga ukuran partikel yang terdispersi ke dalam media pelarut masih besar.

4.4 Analisis Performa Siklik dengan *Cyclic voltammetry* (CV)

Pengujian CV dilakukan pada baterai setengah sel dengan sel elektroda LMP7, LMP8 dan LMP9 dengan pemberian *scan rate* 0,1C atau sebesar 50 μV/s pada rentang tegangan *cut off* 3,0 – 4,9 Volt untuk setiap variasi. Hasil dari pengujian ini berupa data tegangan dan arus dalam bentuk grafik yang disebut *cyclicvoltammogram*. Data hasil pengukuran diolah menggunakan *software WBCS 3000,* untuk mengetahui tegangan puncak anodik-katodik. Dari data tersebut dilakukan perhitungan *working voltage,* potensial reversebilitas serta koefisien difusi yang dimiliki oleh masing-masing sampel yang kemudian ditampilkan dengan menggunakan *software Origin 8 Pro*.

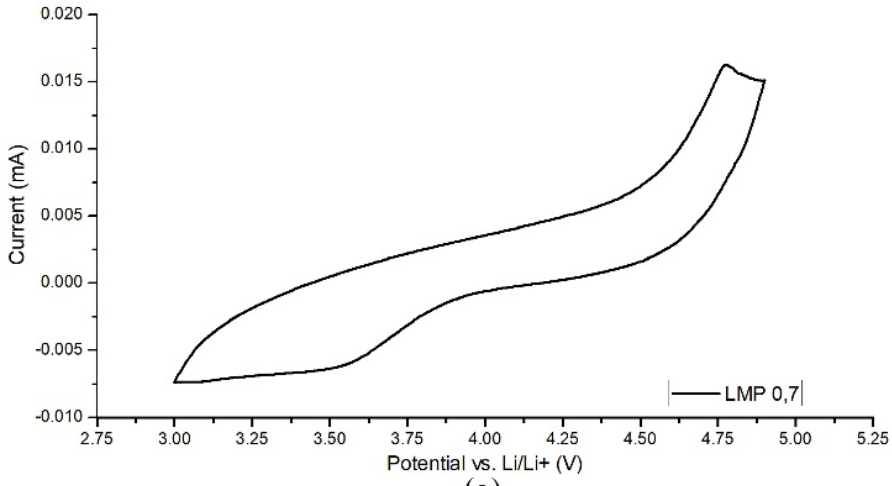
Grafik CV yang diperoleh menunjukkan proses redoks yang terjadi ketika tegangan input dialirkan ke dalam rangkaian baterai. Proses ini diindikasikan dari keberadaan puncak oksidasi pada daerah arus positif dan keberadaan puncak reduksi pada daerah arus negatif. Pada saat charging terjadi proses oksidasi melalui mekanisme interkalasi dimana ion-ion Li^+ bergerak dari katoda berdifusi menuju ke anoda. Reaksi ini memenuhi persamaan :

$$\mathbf{Mn_xCo_{1-x}PO_4/C + \mathit{x}Li^+ + \mathit{x}e^- \rightarrow \mathit{x}LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C + (1-\mathit{x})Mn_xCo_{1-x}PO_4/C}$$

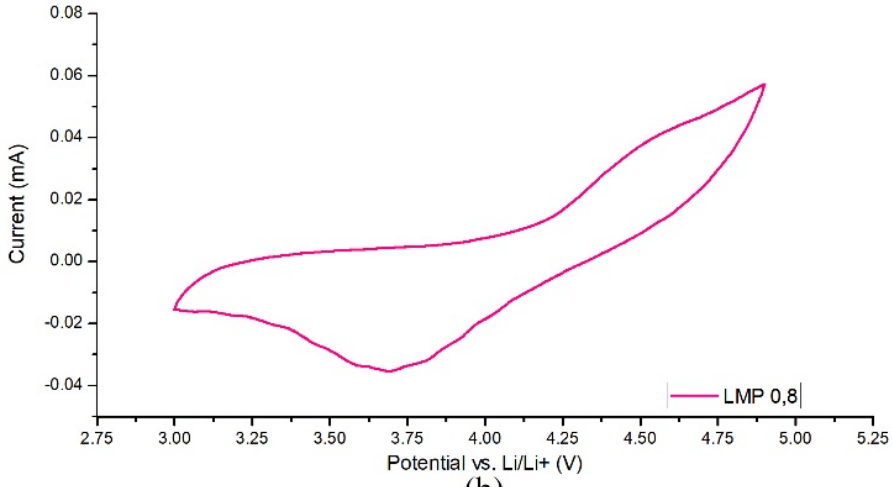
Sedangkan, pada saat *discharging* terjadi proses reduksi dengan terjadinya mekanisme de-interkalasi dimana ion-ion Li^+ bergerak dari anoda kembali ke katoda. Reaksi ini memenuhi persamaan :

$$LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C - xLi^+ - xe^- \rightarrow xMn_xCo_{1-x}PO_4/C + (1-x)LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$$

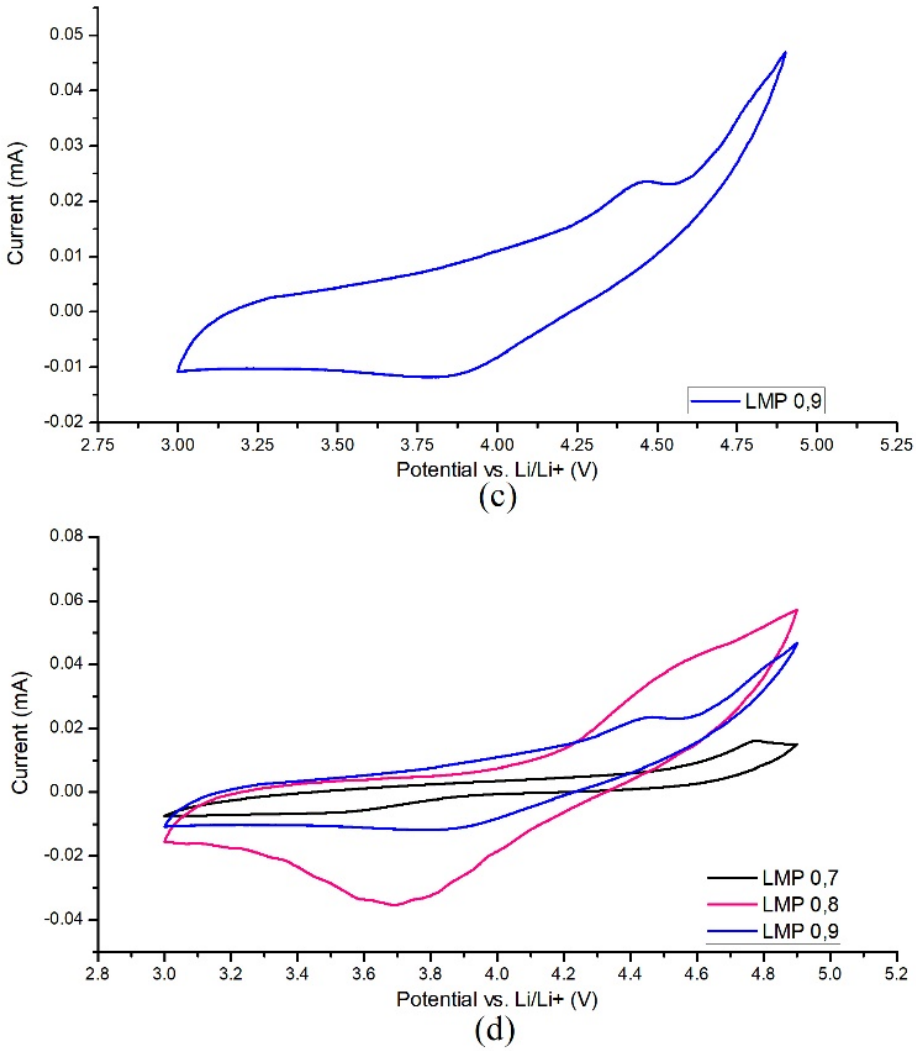
Gambar 4.4 merupakan kurva data hasil pengujian CV yang menunjukkan hubungan antara tegangan (V) sebagai input dan arus (mA) sebagai output. Grafik pada gambar terebut menunjukkan bahwa terdapat dua pasang puncak anodik dan katodik yang bersifat reversible. Pada puncak anodik terjadi proses charging dan reaksi yang terjadi adalah reaksi oksidasi, sedangkan puncak katodik terbentuk karena adanya reaksi reduksi.



(a)



(b)



Gambar 4.4. Kurva *Cyclic Voltammogram* hasil pengujian CV dengan *scan rate* 50 µV/s pada baterai dengan katoda (a) LMP7; (b) LMP8 dan (c) LMP9

Dari grafik CV yang diperoleh, selisih potensial dari peristiwa oksidasi dan reduksi menunjukkan seberapa besar potensial reversibilitas material aktif pada katoda yang digunakan. Rentang potensial redoks dari ketiga sampel pada penelitian ini berada di 3,5 – 4,7 Volt. Nilai ini serupa dengan rentang nilai tegangan karakteristik dari material olivine $LiMnPO_4$ (Kavan & Heyrovsky, 2010) yang berada di 3,5 – 4,1 Volt. Nilai *Working Voltage* yang diperoleh dari ketiga sampel pada penelitian ini, memiliki kecenderungan nilai yang sedikit lebih tinggi jika dibandingkan dengan penelitian sebelumnya tanpa doping Cobalt (Fujimoto, Kuwata, Matsuda, & Kang, 2015) dengan tegangan 4,13 Volt. Hasil pengujian CV ditunjukkan seperti pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Data profil hasil pengujian *Ciclic voltammetry*

Sampel	Potensial Redoks (V)		ΔE Reversebilitas (V)	*Working Potential* (V)	i_p oksidasi (A)	D_{Li}^+ (cm^2/s)
	E_p^a	E_p^c				
LMP7	4,77	3,56	1,21	4,16	1.63×10^{-5}	8.68×10^{-4}
LMP8	4,52	3,85	0,67	4,18	3.87×10^{-5}	4.91×10^{-3}
LMP9	4,46	3,70	0,76	4,08	2.36×10^{-5}	1.83×10^{-3}

Proses oksidasi terjadi pada arus anodic yaitu ketika tegangan input dialirkan ke dalam rangkaian baterai atau proses charging. Scan maju dilakukan pada sampel LMP7 dan mencapai puncak arus tertinggi yaitu puncak oksidasi yang berada di potensial 4,77 Volt dan kemudian arus menurun hingga mencapai tegangan *cut off* di 4,9 Volt. Arah scan maju kemudian berbalik negatif untuk melakukan proses *discharging*. Pada proses scan mundur ini terjadi proses reduksi pada arus katodik hingga mencapai puncak arus negatif tertinggi yaitu puncak reduksi yang berada di potensial 3,56 Volt. Arus negatif kemudian menurun hingga mencapai tegangan *cut off* di 3,0 Volt.

Jarak antara interkalasi maksimum (E_p^a) dan deinterkalasi maksimum (E_p^c) atau selisih potensial (ΔE) mengindikasikan cepat lambatnya transfer Li^+ melalui dalam elektrolit, dimana ΔE kecil menandakan bahwa proses transfer Li^+ terjadi dengan cepat. Tabel 4.4 menunjukkan kecepatan transfer Li^+ dipengaruhi oleh koefisien difusi D_{Li}^+, dimana semakin besar koefisien difusi maka akan mempercepat proses transfer Li^+.

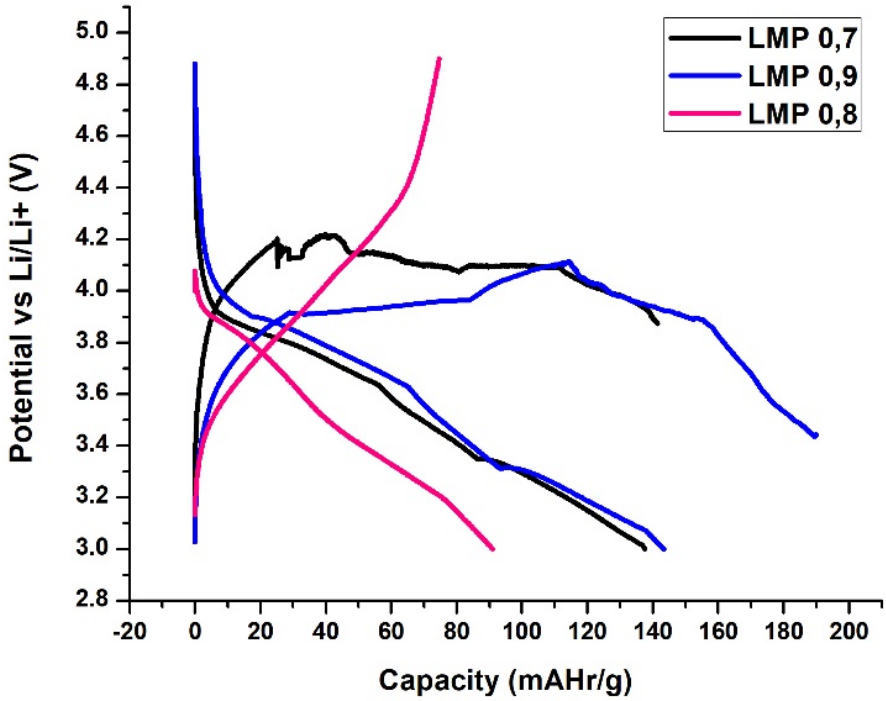
Pada sampel LMP7 selisih yang diperoleh adalah 1,21 Volt, sedangkan *Working Voltage* atau pertengahan antara E_p^a dan E_p^c yang diperoleh dari pengujian CV pada sampel ini berada pada potensial 4,165 Volt. Kemudian pada sampel LMP8 puncak arus tertinggi yaitu puncak oksidasi yang berada di potensial 4,52 Volt. Puncak arus negatif tertinggi yaitu puncak reduksi untuk sampel ini berada di potensial 3,85 Volt. Selisih potensial (ΔE) yang diperoleh yaitu 0,67 Volt dan *Working Voltage* tertinggi yaitu 4.18 Volt, sedangkan pada sampel LMP9 puncak oksidasi berada di potensial 4,46 Volt dan puncak reduksi untuk sampel ini berada di potensial 3,7 Volt. Selisih potensial (ΔE) yang diperoleh yaitu 0,76 Volt dengan *Working Voltage* terendah 4.08 Volt. Berdasarkan Tabel 3.2 dan Tabel 3.3, ukuran partikel yang semakin besar menyebabkan *Working Voltage* yang dimiliki menjadi semakin besar. Hal

ini mengindikasikan bahwa semakin besar ukuran partikel maka tegangan input yang dibutuhkan pun semakin besar.

Melalui pehitungan dengan menggunakan persamaan Randles-Sevcik yang ditunjukkan oleh Persamaan 2.3, koefisien difusi ion Li^+ (D_{Li^+}) baterai dengan katoda LMP8 memiliki koefisien difusi yang paling tinggi dengan nilai 4.91×10^{-3} cm^2/s, sedangkan baterai dengan katoda LMP7 memiliki koefisien difusi yang paling rendah yaitu 8.68×10^{-4} cm^2/s.

4.5 Analisis Kapasitas Muatan Spesifik melalui *Charge – Discharge* (CD)

Pengujian *charge-disharge* dilakukan untuk mengetahui kemampuan material aktif pada baterai dalam menyimpan energi. Pengujian dilakukan pada baterai setengah sel dengan sel katoda LMP7, LMP8 dan LMP9. Pada pengujian ini tegangan dicatat setiap detiknya dan diolah menggunakan *software WBCS 3000* dan diperoleh grafik hubungan antara tegangan dengan kapasitas muatan spesifik yaitu sebagai fungsi *charge-discharge capacity* (mAh/gram) pada tegangan cut off 3,0 – 4,9 Volt yang disebut sebagai grafik *charge-discharge*.



Gambar 4.5. Grafik hasil pengujuan *charge-discharge* 0,1C pada baterai $LiMn_{0x}Co_{1-x}PO_4/C$: (a) LMP7; (b) LMP8 dan (c) LMP9

Pada pengujian charge/discharge ini terjadi mekanisme interkalasi dan deinterkalasi ion lithium. Pada saat proses charging ion-ion lithium berinterkalasi masuk ke *host* di sel anoda, sedangkan ketika proses *discharging* ion-ion lithium kembali ke sel katoda melalui mekanisme de-interkalasi. Pada saat proses charging dimulai, yaitu pada saat diberi input tegangan mulai dari 3 Volt, ion–ion Lithium mulai berpindah dari katoda melalui media elektrolit dan melewati separator hingga sampai ke anoda. Hingga mencapai kondisi maksimum dimana seluruh ion lithium telah bermigrasi ke anoda pada tegangan 4,9 Volt. Sejumlah ion lithium yang berada pada anoda ini menunjukkan kapasitas penyimpanan baterai dalam satuan mAHr/gram, dimana semakin banyak ion lithium yang tersimpan maka semakin *besar* charging *capacity* yang dimiliki oleh baterai.

Gambar 4.5 menunjukkan kurva CD dengan *scan rate* 0,1C. Terlihat bahwa *working potential* hasil pengujian CD ini berkisar antara 3,8 – 3,9 Volt. Bila dibandingkan dengan *working potential* hasil pengujian CV, nilai ini mengalami penurunan. Hal ini dapat disebabkan karena telah terjadi perubahan fasa setelah melalui sejumlah siklus proses charging dan *discharging*. Hal ini dapat jelas taramati dari bentuk grafik CD yang kurang mulus, yang menandakan bahwa kondisi baterai kurang sabil. Maka dari itu, terdapat kemungkinan terjadinya perubahan fasa olivine $LiMnPO_4$ menjadi fasa sekunder sehingga dapat menyebabkan proses transfer ion lithium terganggu.

Pada penelitian ini, baterai dengan sampel LMP7 memiliki bentuk grafik yang tidak mulus. Hal ini pun berkaitan dengan koefisien difusi ion lithium yang buruk yang dimiliki oleh LMP7 (dari pengujian CV). Baterai dengan katoda LMP8 memiliki grafik yang paling sempurna dengan bentuk yang mulus dengan koefisien difusi ion lithium paling besar. Nilai kapasitas spesifik hasil pengujian *Charge – Discharge* dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Data Kapasitas Spesifik Sampel $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$

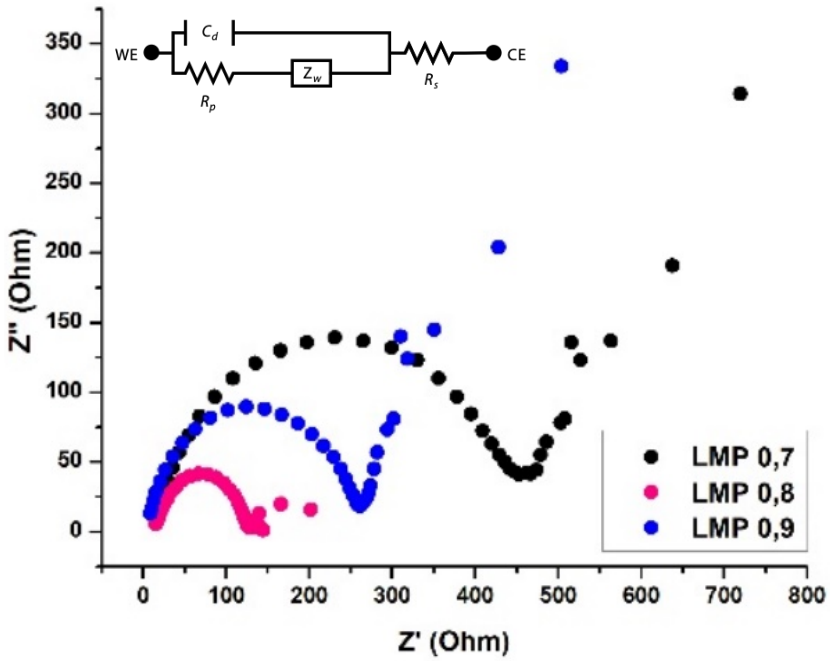
Sampel	Specific Capacity (mAHr/g)		|Δ Charge/Discharge Capacity| (mAHr/g)
	Charge	Discharge	
LMP7	141,40	137,66	3,74
LMP8	74,68	90,98	16,30
LMP9	190,12	143,41	46,71

Dari tabel diatas dapat terlihat bahwa kapasitas *charging* terbesar dimiliki oleh baterai dengan katoda LMP9, namun masih memiliki selisih

kapasitas yang besar. Kapasitas *charging* terendah dimiliki oleh baterai dengan katoda LMP8 dengan selisih kapasitas yang cukup tinggi, sedangkan selisih kapasitas yang paling kecil dimiliki oleh sampel baterai dengan katoda LMP7. Seiring dengan bertambahnya prosentase fasa sekunder $Li_4O_7P_2$, selisih kapasitas mengecil dan teramatinya fasa sekunder $C_{18}H_{18}O_4$ memperbesar selisih kapasitas spesifik. Selisih kapasitas spesifik pada setiap siklus berhubungan dengan *lifetime cycle* atau siklus masa pemakaian baterai, dimana semakin kecil selisih kapasitas spesifik maka semakin kecil kemungkinan kapasitas baterai habis dan semakin besar siklus yang dapat dimiliki oleh baterai selama masa pemakaian (stabil).

4.6 Analisis sifat elektrokimia dengan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Pengujian EIS dilakukan pada baterai setengah sel dengan sel elektroda LMP7, LMP8 dan LMP9. Hasil dari pengujian ini berupa data nilai impedansi *real* dan *imaginer* yang kemudian diolah dengan menggunakan *software Origin 8 Pro* dan memberikan grafik yang berupa kurva kurva *semicircle* atau *Nyquist plot* dimana impedansi *real* (Z') sebagai sumbu-x dan impedansi *imaginer* (Z'') sebagai sumbu-y seperti yang disajikan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Kurva *Semicircle* hasil pengujian EIS pada baterai $LiMn_{0x}Co_{1-x}PO_4/C$

Data yang diperoleh memberikan nilai *low intercept* atau resistansi electron (R_e) yang tampak pada frekuensi tinggi dan nilai *high intercept* atau resistansi *charge-transfer* (R_{ct}) yang tampak pada frekuensi rendah. Nilai ini digunakan untuk menentukan konduktivitas listrik total dari masing-masing sampel. Pada grafik hasil pengujian EIS, nilai konduktifitas elektrik ditentukan oleh nilai konduktivitas pada R_e dan R_{ct}, sedangkan nilai konduktivitas ionik ditentukan oleh garis linear ke atas yang terbentuk setelah R_{ct} pada grafik *semicircle*. Nilai konduktivitas ionik dipengaruhi oleh nilai koefisien difusi yang dapat dihitung dari hasil pengujian *cyclic voltammetry* (CV).

Dengan mengetahui nilai Resistivitas R_e dan R_{ct} dari data EIS, maka telah dilakukan perhitungan konduktivitas listrik total yang dimiliki oleh masing-masing sampel dengan ketebalan 80 μm atau 0,008 cm dan luas penampang 2,0106193 cm^2. Nilai konduktivitas elektrik (σ_{total}) dari baterai dengan material katoda $LiMn_{0x}Co_{1-x}PO_4$ pada masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6. Konduktivitas listrik baterai $LiMn_{0x}Co_{1-x}PO_4$

Sampel	$R_e\Omega$	$R_{ct}\Omega$	σ_e (S/cm)	σ_{ct} (S/cm)	σ_{total} (S/cm)
LMP7	8,5638	261,54	4.65×10^{-4}	1.52×10^{-5}	4.80×10^{-4}
LMP8	15,391	130,75	2.59×10^{-4}	3.04×10^{-5}	2.89×10^{-4}
LMP9	18,930	41,221	2.10×10^{-4}	9.65×10^{-5}	3.07×10^{-4}

Dari Tabel 4.6 terlihat bahwa penambahan doping Co meningkatkan konduktifitas elektrik. Sampel LMP7 memiliki nilai konduktivitas elektrik tertinggi yaitu 4.65×10^{-4} S/cm dan sampel LMP9 memiliki konduktifitas elektrik terrendah yaitu 2.10×10^{-4} S/cm. Namun, penambahan doping menurunkan nilai konduktifitas ionik secara signifikan. Sampel LMP7 memilikikonduktifitas ionic terendah yaitu 1.52×10^{-5} S/cm dan LMP9 memiliki konduktifitas elektrik tertinggi yaitu 9.65×10^{-5} S/cm. Dengan begitu, secara keseluruhan konduktifitas total tertinggi dimiliki oleh sampel LMP7 dengan nilai konduktifitas total 4.80×10^{-4} S/cm.

Pada Gambar 4.6, secara kualitatif sampel LMP9 memiliki konduktivitas ionic yang paling tinggi. Hal ini ditunjukkan dari kemiringan atau gradien garis linear (setelah kurva *semicircle*) yang lebih

kecil dibandingkan sampel lainnya. Garis linear yang terbentuk setelah kurva *semicircle* merupakan nilai impedansi *wargburg* yang menunjukkan resistansi transfer ion pada baterai. Oleh karena itu, semakin kecil nilai impedansi wargbug atau semakin tegak garis linearnya menunjukkan bahwa konduktivitas ioniknya semakin tinggi. Konduktivitas ionic yang tinggi pada sampel LMP9 ini berhubungan dengan tingginya nilai kapasitas spesifik baterai yang ditunjukkan pada Tabel 4.5.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Penambahan doping Co menghambat pertumbuhan fasa olivine $LiMnPO_4$ dan memicu pertumbuhan fasa sekunder $Li_4O_7P_2$, serta menghasilkan persebaran karbon dan fosfat yang merata dan homogen pada permukaan sampel.
2. Penambahan doping Co pada LMP tidak menunjukkan adanya perubahan nilai koefisien difusi. Variasi doping Co 0,2 pada katoda LMP/C memiliki nilai koefisien difusi ion Li^+ terbesar dengan nilai sebesar $4{,}91\times10^{-3}$ cm^2/s. Variasi doping Co 0,1 pada katoda LMP/C memiliki nilai koefisien difusi ion Li^+ terkecil dengan nilai sebesar 8.64×10^{-4} cm^2/s.
3. Penambahan doping Co pada LMP tidak menunjukkan adanya perubahan nilai kapasitas spesifik. Kapasitas spesifik baterai LMP/C dengan doping Co 0,1 adalah sebesar 190 mAHr/g saat charging dan 143 mAHr/g saat *discharging*, baterai LMP/C dengan doping Co 0,2 adalah sebesar 74 mAHr/g saat charging dan 90 mAHr/g saat *discharging*, serta baterai LMP/C dengan doping Co 0,3 adalah sebesar 141 mAHr/g saat charging dan 137 mAHr/g saat *discharging.*
4. Penambahan doping Co pada baterai LMP meningkatkan nilai konduktifitas elektrik namun juga menurunkan nilai konduktifitas ionic baterai LMP. Secara keseluruhan, baterai dengan variasi doping Co 0,3 pada katoda LMP/C memiliki konduktivitas total yang paling tinggi dengan nilai sebesar 4.80×10^{-4} S/cm dan memiliki performa terbaik diantara variasi doping lainnya.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian pada tugas akhir ini, terdapat beberapa saran yang dapat dilakukan pada penelitian selanjutnya, yaitu:

1. Disarankan agar proses pembakaran menggunakan tube furnace yang bersih sehingga meminimalisir adanya bahan pengotor atau teramatinya puncak-puncak difraksi yang tidak diinginkan.

2. Disarankan agar menggunakan anoda lithium metal yang bersih dan belum teroksidasi dengan mengatur ligkungan gas di dalam glove box agar tidak memiliki kandungan oksigen.
3. Disarankan agar sebelum pengujian PSA digunakan metode pelarutan yang digetarkan terlebih dulu dengan menggunakan *ultrasonic cleaner*, sehingga partikel lebih terdispersi ke dalam media pelarut.

DAFTAR PUSTAKA

A.M. Bond, R. C. (2010). *Electroanalytical Methods: Guide to Experiments and Applications.* (P. D. Scholz, Ed.) New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg . doi:10.1007/978-3-642-02915-8

Abbas, A. (1997). Pengembangan Material untuk Baterai Padat dengan Elektrolit Berbasis Perak.

Alfa Aesar. (2019). Retrieved July 2019, from H30253 Karbon *black*, Super P® Conductive, 99+% (metals basis): https://www.alfa.com/en/catalog/H30253/

American Elements. (2019, July 12). Retrieved from https://www.americanelements.com/cobalt-iii-oxide-1308-04-9

Andrea, D. (2010). *Battery Management System for Large Lithium-Ion Battery Packs.* (13-987-1-60807-104-3, Ed.) Artech House.

Beiser, A. (2003). *Concepts of Modern Physics - 6th ed.* New York: McGraw-Hill.

Bragg, L., Phillips, D., & Lipson, H. (1975). *The Development of X-Ray Analysis.* London: Bell.

Broadhead, J., & Kuo, H. (1994). Electrochemical principles and *reaction*s . In D. Linden, *Handbook of Batteries* (pp. 2.1-2.35). USA: McGraw Hill, Inc.

Brundle, R., Charles A. Evans, J., & Wilson, S. (1992). *Encyclopedia of Materials Characterization: Surfaces, Interfaces, Thin Films/C.* Stoneham, MA: Butterworth-Heinemann.

Dell, M., & Rand, D. A. (2001). *Understanding Batteries.* 0-85404-605-4, UK: The Royal Society of Chemistry Paperbacks.

Elgrishi, N., Rountree, K. J., McCarthy, B. D., Rountree, E. S., Eisenhart, T. T., & Dempsey, J. L. (2018). A Practical Beginner's Guide to *Cyclic voltammetry*. *J. Chem. Educ., 95*, 197-206.

Frost, R. L., Xi, Y., Scholz, R., López, A., Belotti, F. M., & Chaves, M. L. (2013). Raman and Infrared Spectroscopoc Characterization of the Phosphate Mineral Lithiophilite-LiMnPO4. *Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements, 188*(11), 1526-1534.

Fujimoto, D., Kuwata, N., Matsuda, Y., & Kang, F. (2015). Fabrication of solid-state thin-*film* batteries using LiMnPO4 thin *film*s. *Thin Solid Films 579 (ELSEVIER)*, 81-88.

Goodenough, J. B., & Kim, Y. (2014). Challenes for Rechargeable Li Batteries. *Chem. Mater., 22*, 587-603.

Hannan, M. A., Lipu, M. S., Hussain, A., & Mohamed, A. (2017). A Review of Lithium-Ion *Battery* State of Charge Estimation and Management System in Electric Vehicle Applications: Challenges and Recommendations Renew. *Sustain. Energy Rev., 78*, 834-854.

Hautier, G., Jain, A., Ong, S. P., Kang, B., Moore, C., Doe, R., & Ceder, G. (2011). Phosphates as Lithium-Ion *Battery* Cathodes: An Evaluation Based on High Throughput ab Initio Calculations. *J. Chem. Mater., 23*(15), 3495-3508.

Herrara, J. O., Montes, H. C., Fuentes, L. E., & Contretas, L. A. (2015). LiMnPO4: Revies on Sythesis and Electrochemical Properties. *Scientific Research: J. of Mater. Sci. and Chem. Eng., 3*, 54-64.

Inniciello, L., Biwolè, P. H., & Achard, R. (2018). Electric Viechels Batteries Thermal Management Systems Employing Phase Change Materials. *J. Power Sources, 378*, 383-403.

Jaskula, B. W. (2013). Lithium: U.S. Geological Survery Mineral Commodity Summaries. *USGS National Minerals Information Center*, 94-95.

Kavan, L., & Heyrovsky, J. (2010). *Activation of Phosphate Olivines LiMPO4 (M = Fe, Mn) by Functionalized* Karbon *Nanotubes: Application for Cathode Materials of Li-Ion Battery.* (978-1-4398-3419-0, Ed.) Czech Republic: Clean Technology.

Khalfaouy, R. E., Turan, S., Derminci, K. B., Savici, U., Addaou, A., Laajeb, A., & Lahsini, A. (2019). Nickel-Substituted LiMnPo4/C Olivine Cathode Material: Combustion Synthesis. Characterization and Electrochemical Perfomances. *Ceramics International*, S0272-8842(19)31463-4.

Klink, S. (2013). In-Depth Analysis of Irreversible Process in Lithium Ion Batteries. *A Dissertation of Faculty of Chemistry and Biochemistry University of Bochum : Bochum*.

Koontz, R. F., & Lucero, R. D. (2002). *Water Activated Batteries.* United States of America: McGraw-Hill inc.

Kumar, P. R., Venkateswarlu, M., Misra, M., Mohanty, A., & Satyanarayana, N. (2011). Karbon Coated LiMnPO5 Nanorods for Lithium Batteries. *J. Electrochem. Society, 158*(3), A227-A230.

Kwon, N. H., Makanda, D. M., & Fromm, K. M. (2018). A Review: Karbon Additives in LiMnPO4- and LiCoO2-Based Cathode Comosites for Lithium Ion Batteries. *Batteries, 4*, 50.

Lee, Y. (2009). *Nanostructured Electrodes for Lithium Ion Batteries using Biological Scaffolds.* Massachusetts: Massachusetts Institute of Thechnology.

Liu, C., Neale, Z. G., & Cao, G. (2016). Understanding Electrochemical Potentials of Cathode Materials in Rechargeable Bateries. *Elsevier: Materials Today, 19*(2).

Ma, J., & Qin, Q. Z. (2005). Electrochemical Performance of Nanocrystalline LiMPo4 thin-*film*s prepared by Electrostatic Spray Deposition. *J. Power Sources, 148*, 66-71.

Mandi. (2014). Preparation and Electrohemical Performance of La3+ and Fco-Doped Li4Ti5O12 anode material for lithium – ion batteries. *J. Power Sources, 163*, 296-303.

Marongiu, A., F, N., Waag, W., Garmendia, M., & Sauer, D. U. (2016). Comprehensive Study of the Influence of aging on the Hysteresis Behavior of a Lithium Iron Phosphate Cathode-Based Lithium Ion *Battery* - An Experimental Investigation of The Hysteresis. *Appl. Energy, 171*, 629-645.

Mehrens, M. W. (2014). Lithium Metal Phospates as Cathode Materials for Li-Ion Batteries Status and Future Prespectives. *Cenference International Surles Olivines Pour Batteries Recherheables OREBA 1.0 In Honor of Dr. Michel Armand* . Montréal.

Mehrens, M. W. (2014). Lithium Metal Phospates as Cathode Materials for Li-Ion Batteries Status and Future Prespectives. *Conférence internationale sur les olivines pour batteries rechargeables OREBA 1.0 In Honor of Dr. Michel Armand.* Montréal.

Meng, J., Luo, G., & Gao, F. (2016). Lithium Polymer *Battery* State-of-Charge Estimation Based on Adaptive Unscented Kalman Filter and Support Mechine. *IEEE Trans. Power Electron., 31*, 2226-2238.

Neorochim, L. (2015). Synthesis and Characterization of Lithium Manganese Oxide with Different Ratio of Mole on Lithium Recovery Process from Geothermal Fluid of Lumpur Sidoarjo. *J. Mater. Sci. Chem. Eng, 3*, 56-62.

Oh, K. Y., Samad, N. A., Kim, Y., Siegel, J. B., Stefanopoulou, A. G., & Epureanu, B. I. (2016). A Novel Phenomenological Multi-

physics Model of Li-ion *Battery* Cells. *J. Power Sources, 326*, 447-458.

Park, M., Zhang, Chung, M., Less, G. B., & Sastry, A. M. (2010). A Review of Conduction Phenomena in Li-Ion Batteries. *J. Power Resources, 195*, 7904-7929.

Phandi, A., Nanjundaswamy, K., & Goodeenough, J. B. (1997). Phospho-olivines as Posotif Electrode Materials for Rechargeable Lithium Batteries. *J. Elec. Chem. Soc*, 1188.

Rahmawati, & Fitria. (2008). "“Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS).”. *I.*

Sallman, R. E. (2000). *Metalurgi Fisik Modern & Rekayasa Material Ed. 6.* Jakarta: Erlangga.

Sanusi, A. (2010). Synthesis and Characterization of LiMPO4 (M=Mn, Ni and Fe) Olivine Materials. Kuala Lumpur, Malaysia.

Satyavani, T. V., & A. S. Kumar, P. S. (2015). A Review : Method of Synthesis and Performance Improvement of Lithium Iron Phosphate for High Rate Li-Ion Batteries . *J. Eng. Sci. Tech*, 178-188.

Subhan, A. (2011). Fabrikasi dan Krakterisasi Li4Ti5O12 untuk Bahan Anoda Baterai Lithium Keramik. *Thesis Universitas Indonesia*.

The Materials Project. (n.d.). Retrieved July 2019, from LiMnPO4: https://materialsproject.org/materials/mp-18997/#synthesis-descriptions

Triwibowo. (2011). *Triwibowo,2011."Rekayasa Bahan LixTiMnyFex(PO4)3 sebagai katoda Solid Promer Battery (SPB) Lithium.* Depok: Universitas Indonesia.

Viantyas, Dita, & Zainuri, M. (2014). “Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Konduktivitas Listrik Pada Li1.3Ti1.7Al0.3(PO4)3 (LTAP) Dengan Menggunakan Bahan Elektrolit Padat Metode Liquid Mixing. *J. Sains dan Seni Pomits, 3(2)*, 44-49.

Wikipedia. (2018, Augustus 5). Retrieved July 2019, from N-Methyl-2-pyrrolidone: https://en.wikipedia.org/wiki/N-Methyl-2-pyrrolidone

Wikipedia. (2018, November 29). Retrieved July 2019, from https://id.wikipedia.org/wiki/Litium_hidroksida

Wikipedia. (2018, November 5). Retrieved July 2019, from https://id.wikipedia.org/wiki/Asam_fosfat

Wikipedia. (2018, September 2). Retrieved July 2019, from https://id.wikipedia.org/wiki/Mangan_dioksida

Wikipedia. (2019, January 2). Retrieved 2019 July, from https://id.wikipedia.org/wiki/Sukrosa

Wikipedia. (2019, July 10). Retrieved July 2019, from Tapioka: https://id.wikipedia.org/wiki/Tapioka

Wikipedia. (2019, July 26). Retrieved July 2019, from Polyvinylidene fluoride: https://en.wikipedia.org/wiki/Polyvinylidene_fluoride

Wikipedia. (2019, June 23). Retrieved July 2019, from https://id.wikipedia.org/wiki/Litium

Wikipedia. (2019, March 16). Retrieved July 2019, from Curdlan: https://en.wikipedia.org/wiki/Curdlan

Wikipedia. (2019, May 22). Retrieved July 2019, from https://id.wikipedia.org/wiki/Asam_sitrat

Witri Nuraeni, I. D. (2013). VERIFIKASI KINERJA ALAT *PARTICLE SIZE ANALYZER* (PSA). *Seminar Nasional Sains dan Teknolgi Nuklis PTNBR - BATAN.* Bandung: Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri - BATAN.

Yu, Y., Denis, W., Christopher, F., Wolfgang, W., Kazunori, D., Takao, I., Shin, F. (2007). Study od LiFePO4 by *Cyclic voltammetry*. *J. Electrochemical Soc.*, A253-A257.

Zaspel, C., Grigereit, T., & Drumheller, J. (1995). Soliton Contribution to the Electron Para*magnetic* Resonance Linewidth in the Two-Dimensional Antiferro*magnetic*. *Physical Review Letters, 74*, 544-765.

Zhang, M., Araez, N. G., & Hector, A. L. (2018). Understanding and Development of Olivine LiCoPO4 Cathode Materials for Lithium-ion Batteries. *J. Mater. Chem, 6*, 14483.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

LAMPIRAN A
Perhitungan Stoikiometri

1. Perhitungan Massa Bahan Baku $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$

Persamaan Reaksi Stoikiometri

$LiOH.H_2O + MnO_2 + Co_2O_3 + H_3PO_4 \rightarrow LiMn_xCo_{1-x}PO_4 + H_2O + O_2$

❖ **Perhitungan Mr bahan baku**

$$\begin{aligned} \text{Mr } 2MnO_2 &= 2\,(54{,}93 + 2 \cdot 16) \\ &= 173{,}86\ {}^{gr}/_{mol} \\ \text{Mr } Co_2O_3 &= (2 \cdot 58{,}93 + 3 \cdot 16) \\ &= 165{,}86\ {}^{gr}/_{mol} \\ \text{Mr } 2LiOH \cdot H_2O &= 2\,(6{,}93 + 2 \cdot 16 + 3 \cdot 1{,}008) \\ &= 83{,}908\ {}^{gr}/_{mol} \\ \text{Mr } 2H_3PO_4 &= 2(3 \cdot 1{,}008 + 30{,}97 + 4 \cdot 16) \\ &= 195{,}988\ {}^{gr}/_{mol} \end{aligned}$$

❖ **Perhitungan massa bahan baku**

- Menghitung massa bahan baku $2MnO_2$ untuk 15gram $LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4$

$$\frac{2 \cdot \text{Ar}_{\text{Mn}} \cdot 1}{\text{Mr}_{2MnO_2}} \times \text{Massa}_{2MnO_2} = \frac{2 \cdot \text{Ar}_{\text{Mn}} \cdot 0{,}9}{\text{Mr}_{LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4}} \times \text{Massa}_{LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4}$$

$$\frac{2\,(54{,}93)1}{173{,}87} \times \text{Massa}_{2MnO_2} = \frac{2\,(54{,}93)0{,}9}{\text{Mr}_{LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4}} \times 15$$

$$\text{Massa}_{2MnO_2} = 7{,}4639\ gram$$

- Menghitung massa bahan baku Co_2O_3 untuk 15gram $LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4$

$$\frac{1 \cdot \text{Ar}_{\text{Co}} \cdot 2}{\text{Mr}_{Co_2O_3}} \times \text{Massa}_{Co_2O_3} = \frac{2 \cdot \text{Ar}_{\text{Co}} \cdot 0{,}9}{\text{Mr}_{LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4}} \times \text{Massa}_{LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4}$$

$$\frac{2\,(58{,}93)1}{165{,}86} \times \text{Massa}_{Co_2O_3} = \frac{2\,(58{,}93)\ 0{,}1}{\text{Mr}_{LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4}} \times 15$$

$$\text{Massa}_{Co_2O_3} = 0{,}7912\ gram$$

- Menghitung massa bahan baku $LiOH.H_2O$ untuk 15gram $LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4$

$$\frac{2 \cdot \text{Ar}_{\text{Li}} \cdot 1}{\text{Mr}_{2LiOH.H_2O}} \times \text{Massa}_{2LiOH.H_2O} = \frac{2 \cdot \text{Ar}_{\text{Li}} \cdot 1}{\text{Mr}_{LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4}} \times \text{Massa}_{LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4}$$

$$\frac{2\,(6{,}93)1}{83{,}908} \times \text{Massa}_{2\text{LiOH.H}_2\text{O}} = \frac{2\,(6{,}93)\,1}{\text{Mr}_{\text{LiMn}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{PO}_4}} \times 15$$

$$\text{Massa}_{2\text{LiOH.H}_2\text{O}} = 1{,}3182\ gram$$

- Menghitung massa bahan baku $2H_3PO_4$ untuk 15gram $LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4$

$$\frac{2 \cdot \text{Ar}_{\text{PO}_4} \cdot 1}{\text{Mr}_{2\text{H}_3\text{PO}_4}} \times \text{Massa}_{2\text{H}_3\text{PO}_4} = \frac{2 \cdot \text{Ar}_{\text{PO}_4} \cdot 1}{\text{Mr}_{\text{LiMn}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{PO}_4}} \times \text{Massa}_{\text{LiMn}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{PO}_4}$$

$$\frac{2\,(94{,}97)1}{195{,}988} \times \text{Massa}_{2\text{H}_3\text{PO}_4} = \frac{2\,(94{,}97)\,1}{\text{Mr}_{\text{LiMn}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{PO}_4}} \times 15$$

$$\text{Massa}_{2\text{H}_3\text{PO}_4} = 9{,}3488\ gram$$

Langkah perhitungan yang serupa dilakukan pula untuk $LiMn_{0,8}Co_{0,2}PO_4$ dan $LiMn_{0,7}Co_{0,3}PO_4$. Kemudian hasil perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Tabel A1.

Tabel A1. Massa Bahan Baku

Fraksi		Massa Bahan Baku			
Mn	**Co**	**$2LiOH.H_2O$**	**$2MnO_2$**	**Co_2O_3**	**H_3PO_4**
0,9	0,1	1,3182 gr	7,4639 gr	0,7912 gr	9,3488 gr
0,8	0,2	1,2685 gr	6,6178 gr	1,5783 gr	9,3251 gr
0,7	0,3	1,5929 gr	5,7759 gr	2,3615 gr	9,3015 gr

2. Perhitungan massa coating Karbon

❖ Contoh perhitungan massa sumber karbon pada 4,94gram 100% $LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4/C$

- **10% Sukrosa ($C_{12}H_{22}O_{11}$)**

$$\frac{\text{Berat karbon}_{\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}}}{10\%} = \frac{Berat_{\text{LiMn}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{PO}_4/C}}{88\%}$$

$$\text{Berat karbon}_{\text{C}_{12}\text{O}_{22}\text{H}_{11}} = \frac{4{,}94 \times 10\%}{88\%}$$

$$= 0{,}5614\ gram$$

$$\frac{1 \cdot \text{Ar}_{\text{C}} \cdot 12}{\text{Mr}_{\text{C}_{12}\text{O}_{22}\text{H}_{11}}} \times \text{Berat C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11} = \text{Berat karbon}_{\text{C}_{12}\text{O}_{22}\text{H}_{11}}$$

$$\frac{1\,(12{,}011)\,12}{342{,}3060} \times \text{Berat C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11} = 0{,}5614$$

$$\text{Berat C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11} = 1{,}3332\ gram$$

- **2% Tepung Tapioka ($C_6H_{10}O_5$)**

$$\frac{\text{Berat karbon}_{C_6H_{10}O_5}}{2\%} = \frac{Berat_{LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4/C}}{88\%}$$

$$\text{Berat karbon}_{C_6H_{10}O_5} = \frac{4{,}94 \times 2\%}{88\%}$$

$$= 0{,}1123\ gram$$

$$\frac{1 \cdot \text{Ar}_C \cdot 6}{\text{Mr}_{C_6H_{10}O_5}} \times \text{Berat } C_6H_{10}O_5 = \text{Berat karbon}_{C_6H_{10}O_5}$$

$$\frac{1\ (12{,}011)\ 6}{507{,}132} \times \text{Berat } C_6H_{10}O_5 = 0{,}1364$$

$$\text{Berat } C_6H_{10}O_5 = 0{,}2526\ gram$$

- **Asam sitrtat ($C_6H_8O_7$)**

$$Massa\ Karbon_{C_6H_8O_7} = \frac{0{,}5614 + 0{,}1123}{3}$$

$$= 0{,}2245\ gram$$

$$\frac{1 \cdot \text{Ar}_C \cdot 6}{\text{Mr}_{C_6H_8O_7}} \times \text{Berat } C_6H_{10}O_5 = \text{Berat karbon}_{C_6H_{10}O_5}$$

$$\frac{1\ (12{,}011)\ 6}{192{,}066} \times \text{Berat } C_6H_{10}O_5 = 0{,}2245$$

$$\text{Berat } C_6H_{10}O_5 = 0{,}5989\ gram$$

Langkah perhitungan yang serupa dilakukan pula untuk $LiMn_{0,8}Co_{0,2}PO_4$ dan $LiMn_{0,7}Co_{0,3}PO_4$. Kemudian hasil perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Tabel A2.

Tabel A2

Fraksi		Massa $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$	Massa Sumber Karbon		
Mn	Co		Sukrosa	Tapioka	Asam Sitrat
0,9	0,1	4,940 gr	1,3332	0,2526	0,5989
0,8	0,2	4,766 gr	0,1083	0,2437	0,5778
0,7	0,3	6,000 gr	0,1364	0,3068	0,7274

LAMPIRAN B
Pola Difraksi Hasil Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

Tabel B1. Data Pola Difraksi Sampel $LiMn_{0.7}Co_{0.3}PO_4$

Pos. [°2Th.]	Rel. Int. [%]	d-spacing [Å]	$LiMnPO_4$ [96-901-1038]	$Li_4O_7P_2$ [96-200-5921]
10.8668	1.35	8.13506	-	✓
13.6778	2.99	6.46888	-	✓
16.8726	22.87	5.25049	✓	-
20.4802	71.59	4.33304	✓	✓
22.2102	33.24	3.99927	✓	✓
23.6328	12.35	3.76167	✓	-
25.0994	92.56	3.54509	✓	-
26.6379	4.85	3.34373	-	-
27.9552	8.7	3.18908	-	✓
29.0337	84.97	3.07303	✓	-
31.2257	16.57	2.86212	-	✓
31.6896	31.56	2.82127	✓	✓
33.7771	2.06	2.65153	✓	-
35.0163	100	2.56048	✓	-
35.7458	39.83	2.50988	✓	✓
37.1924	23.4	2.41551	✓	✓
38.7764	28.42	2.32041	✓	✓
39.1744	16.31	2.29775	✓	✓
41.6171	18.53	2.16835	✓	✓
43.5316	6.77	2.07732	✓	✓
44.312	6.27	2.04253	✓	✓
45.3644	2.49	1.99756	✓	✓
47.3203	4.26	1.91946	✓	✓
48.3572	13.63	1.88069	✓	✓
49.1426	17.51	1.85246	✓	✓

49.632	4.89	1.83533	✓	-
51.5472	42.85	1.77155	✓	✓
53.3872	3.35	1.71475	-	✓
54.0364	16.45	1.69567	✓	✓
54.4361	19.07	1.68416	✓	✓
55.3492	22.55	1.65852	✓	✓
56.3598	1.7	1.63115	✓	✓
56.9291	12.75	1.61619	✓	✓
60.1587	13.45	1.53691	✓	✓
60.8563	22.21	1.52096	✓	✓
63.025	4.76	1.47374	✓	✓
64.2842	1.93	1.44787	✓	✓
65.0826	6.06	1.43203	✓	✓
66.3469	2.44	1.40777	✓	✓
68.1301	2.25	1.37521	✓	-
68.9218	10.27	1.36133	✓	-
70.6775	4.27	1.33175	✓	-
71.0472	4.33	1.32573	✓	-
72.1544	1.21	1.30809	✓	-
72.8293	6.93	1.29762	✓	-
73.9106	2.06	1.28129	✓	-
76.0282	1.79	1.25078	✓	-
81.3316	1.45	1.18208	✓	-
82.3208	3.64	1.17037	✓	-
83.4701	0.92	1.15715	✓	-
85.7345	3.4	1.13229	✓	-
88.6065	2.28	1.10286	✓	-

Tabel B2. Data Pola Difraksi Sampel $LiMn_{0.8}Co_{0.2}PO_4$

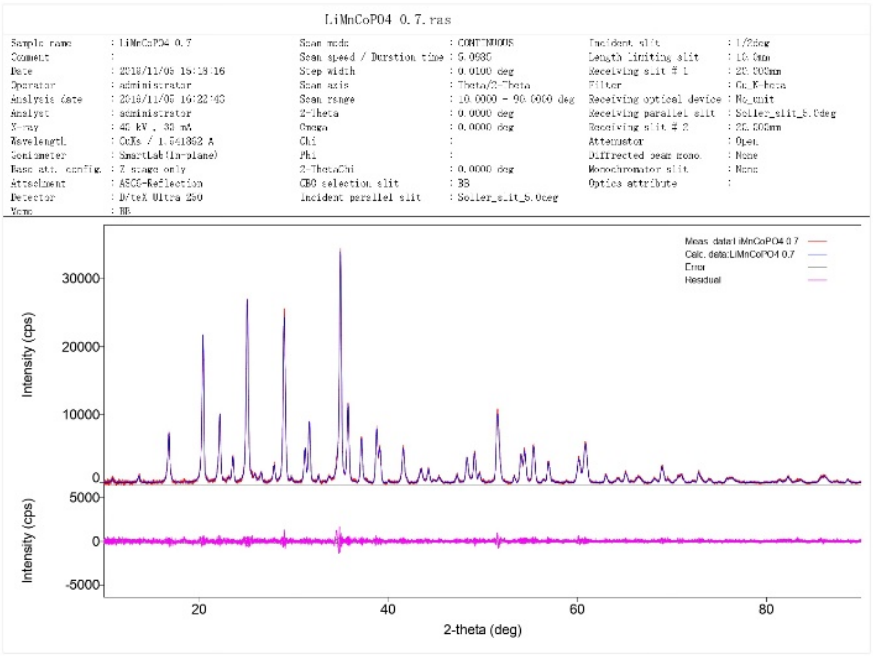
Pos. [°2Th.]	Rel. Int. [%]	d-spacing [Å]	$LiMnPO_4$ [96-901-1038]	$Li_4O_7P_2$ [96-200-5921]
13.6808	0.87	6.46744	-	✓
16.8738	17.67	5.25012	✓	-
20.4593	58.25	4.33742	✓	✓
22.2686	23.8	3.98892	✓	✓
23.6369	9.45	3.76101	✓	-
25.0773	68.67	3.54817	✓	-
26.5869	2.19	3.35002	-	-
27.9324	2.4	3.19163	-	✓
29.0715	63.94	3.06912	✓	-
31.2105	4.79	2.86348	-	✓
31.7203	25.01	2.81861	✓	✓
33.7861	1.34	2.65085	✓	-
34.9563	100	2.56474	✓	-
35.8069	31.84	2.50574	✓	✓
37.2296	18.45	2.41319	✓	✓
38.8129	22.33	2.31831	✓	✓
39.1883	14.05	2.29696	✓	✓
41.6736	12.34	2.16554	✓	✓
43.5218	5.36	2.07777	✓	✓
44.301	5.16	2.04301	✓	✓
45.396	2.19	1.99624	✓	✓
47.2508	1.11	1.92212	✓	✓
48.3262	10.41	1.88183	✓	✓
49.1439	14.23	1.85241	✓	✓
49.7352	2.65	1.83176	✓	-
51.5827	33.45	1.77042	✓	✓
54.0561	13.52	1.6951	✓	✓
54.4567	14.81	1.68357	✓	✓

55.4132	17.67	1.65676	✓	✓
56.4016	1.42	1.63005	✓	✓
57.017	8.25	1.61391	✓	✓
58.8114	1.35	1.56887	✓	✓
60.1894	12.31	1.5362	✓	-
60.8897	17.95	1.5202	✓	✓
62.9735	3.48	1.47482	✓	✓
64.2772	1.71	1.44801	✓	✓
65.1098	4.38	1.4315	✓	✓
66.3011	1.73	1.40864	✓	✓
68.1841	1.96	1.37425	✓	-
68.9729	6.94	1.36044	✓	-
70.7035	3.84	1.33133	✓	-
71.0699	3.37	1.32536	✓	-
72.1644	1.21	1.30793	✓	-
72.8618	4.57	1.29712	✓	-
73.8714	1.9	1.28187	✓	-
74.8944	0.43	1.26688	✓	-
75.7765	2.11	1.25431	✓	-
76.3228	1.68	1.24668	✓	-
78.2996	0.5	1.22008	✓	-
81.3073	1.08	1.18237	✓	-
82.2965	3.01	1.17065	✓	-
83.6486	1.2	1.15513	✓	-
85.7076	2.48	1.13258	✓	-
88.6021	1.6	1.1029	✓	-

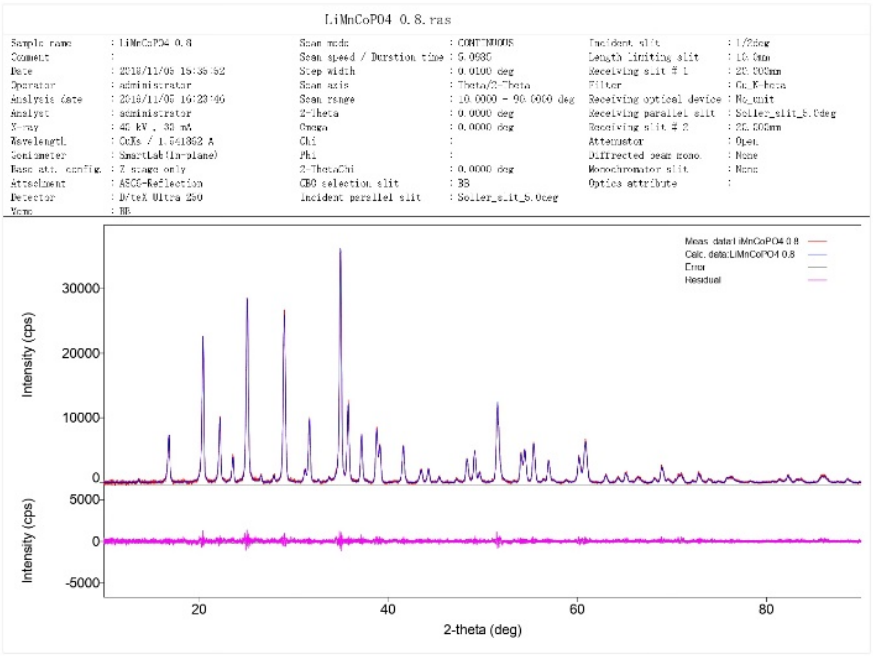
Tabel B3. Data Pola Difraksi Sampel $LiMn_{0.9}Co_{0.1}PO_4$

Pos. [°2Th.]	Rel. Int. [%]	d-spacing [Å]	$LiMnPO_4$ [96-901-1038]	$C_{18}H_{18}O_4$ [96-223-7210]
16.8577	18.14	5.25512	✓	✓
20.4459	50.77	4.34023	✓	-
22.2518	27.56	3.99189	✓	✓
23.1457	3.58	3.83972	-	✓
23.6606	7.36	3.75731	✓	✓
25.1146	72.71	3.54297	✓	✓
25.565	4.19	3.48157	-	✓
26.5703	0.6	3.35208	-	✓
29.0242	68.56	3.07401	✓	✓
31.7133	22.91	2.81922	✓	✓
33.8669	4.17	2.6447	✓	✓
34.9701	100	2.56376	✓	✓
35.7646	32.03	2.5086	✓	✓
36.4273	4.11	2.46447	-	-
37.2231	17.22	2.41359	✓	✓
37.7446	1.81	2.38144	✓	✓
38.7865	21.88	2.31983	✓	✓
39.1602	14.01	2.29855	✓	✓
40.6688	8.29	2.2167	-	✓
41.5453	15.81	2.17193	✓	-
43.2985	6.76	2.08796	-	✓
44.1653	4.38	2.04898	✓	✓
45.3746	1.73	1.99714	✓	✓
48.3021	9.85	1.88271	✓	✓
49.1016	12.36	1.85391	✓	✓
49.6348	3.99	1.83524	✓	✓
50.6091	0.78	1.80216	-	✓
51.5218	34.1	1.77237	✓	✓

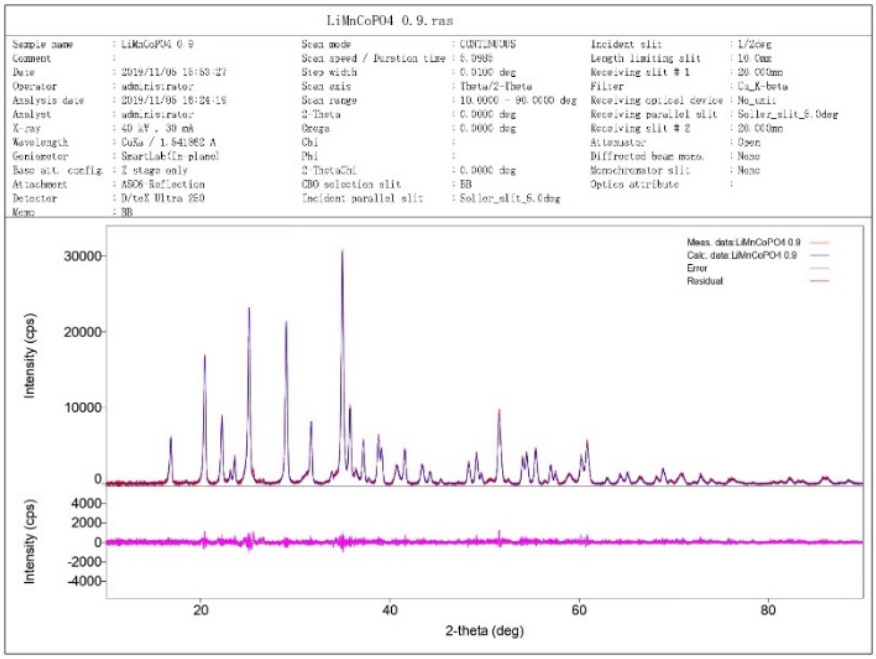
52.508	1.95	1.74137	✓	✓
54.0065	13.41	1.69654	✓	✓
54.4583	14.6	1.68353	✓	✓
55.4026	17.59	1.65705	✓	✓
56.3715	1.06	1.63084	✓	✓
56.9369	9.09	1.61598	✓	✓
57.4552	4.82	1.60263	✓	✓
58.8929	3.14	1.56689	✓	✓
60.2142	12.32	1.53563	✓	-
60.8855	17.41	1.5203	✓	-
62.9496	2.97	1.47532	✓	-
64.2998	4.48	1.44756	✓	-
65.1136	5.37	1.43142	✓	-
66.3178	2.79	1.40832	✓	-
68.1347	3.52	1.37512	✓	-
68.8644	7.18	1.36232	✓	-
70.8616	3.49	1.32874	✓	-
72.805	4.24	1.29799	✓	-
73.8948	1.72	1.28152	✓	-
75.834	2.01	1.2535	✓	-
76.2586	1.72	1.24757	✓	-
78.2892	0.26	1.22022	✓	-
80.5808	0.49	1.19119	✓	-
81.3497	0.87	1.18187	✓	-
82.206	2.3	1.17171	✓	-
83.4684	0.46	1.15717	✓	-
85.6829	2.66	1.13284	✓	-
86.3147	2.58	1.12616	✓	-
88.4562	1.67	1.10435	✓	-



Gambar B1. *Profil Card* XRD sampel $LiMn_{0,7}Co_{0,3}PO_4$



Gambar B2. *Profil Card* XRD sampel $LiMn_{0,8}Co_{0,2}PO_4$



Gambar B3. *Profil Card* XRD sampel $LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4$

1. Profil $LiMnPO_4$

			Parameter Kisi	
Nama	:	Lithiophilite		
COD	:	9011037	a	6.1000 Å
Space group	:	Pnmb (62) – Orthonombic	b	10.4600 Å
Publikasi	:	Geller, S.; Durand, J. L.	c	4.7440 Å
		Acta Crystallographica, 13, 325-331,	V	302.70 $Å^3$
		(1960)	Z	4

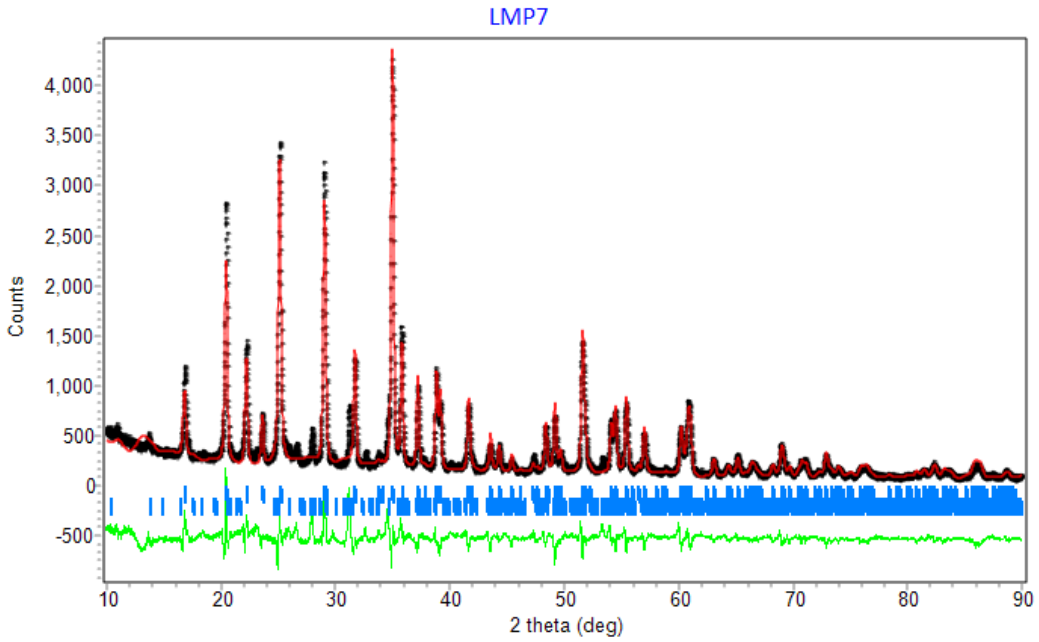
2. Profil $Li_4O_7P_2$

			Parameter Kisi	
Nama	:	Tetralithium diphosphate		
COD	:	2005920	a	8.5613 Å
Space group	:	P–1(2) – Triclinic	b	7.1100 Å
Publikasi	:	Daidouh, A.; Veiga, M. L.; Pico, C.;	c	5.1851 Å
		Martinez-Ripoll, M. Section C, Acta	V	184.99 $Å^3$
		Crystallographica, 53, 167-169 (1997)	Z	2

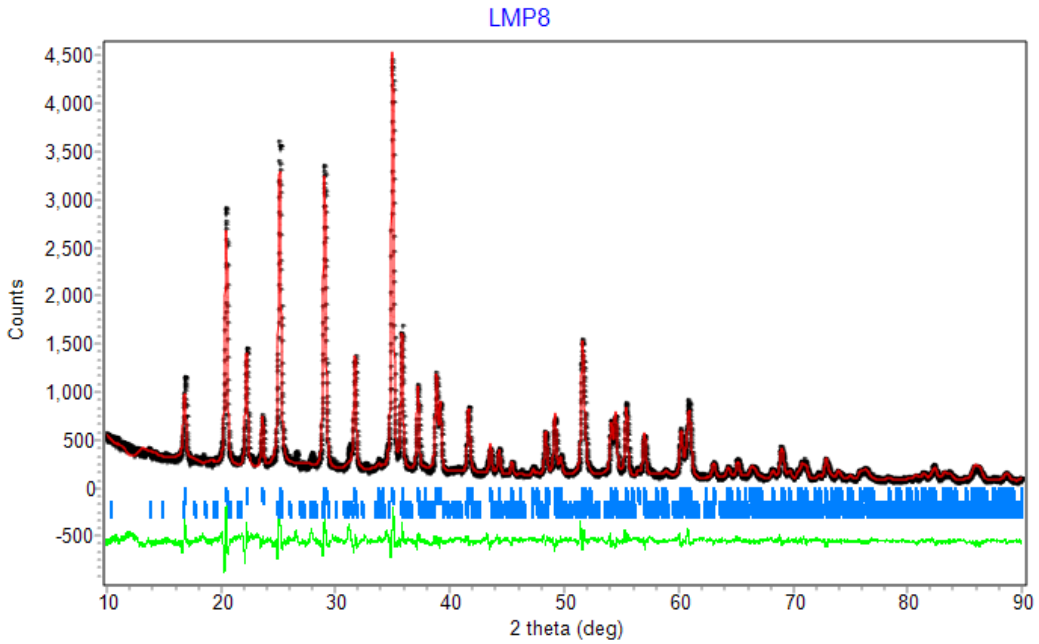
3. Profil $C_{18}H_{18}O_4$

			Parameter Kisi	
Nama	:	4[4-(4-Formylphenoxy) butoxy] benzaldehyde		
COD	:	2237200	a	4.4969 Å
Space group	:	P–1(2) – Triclinic	b	7.9507 Å
Publikasi	:	Balić, Tomislav; Marković, Berislav;	c	11.00679 Å
		Balić, Ivana. Acta Crystallographica	V	374.87 $Å^3$
		Section E, 69, o126, (2013)	Z	1

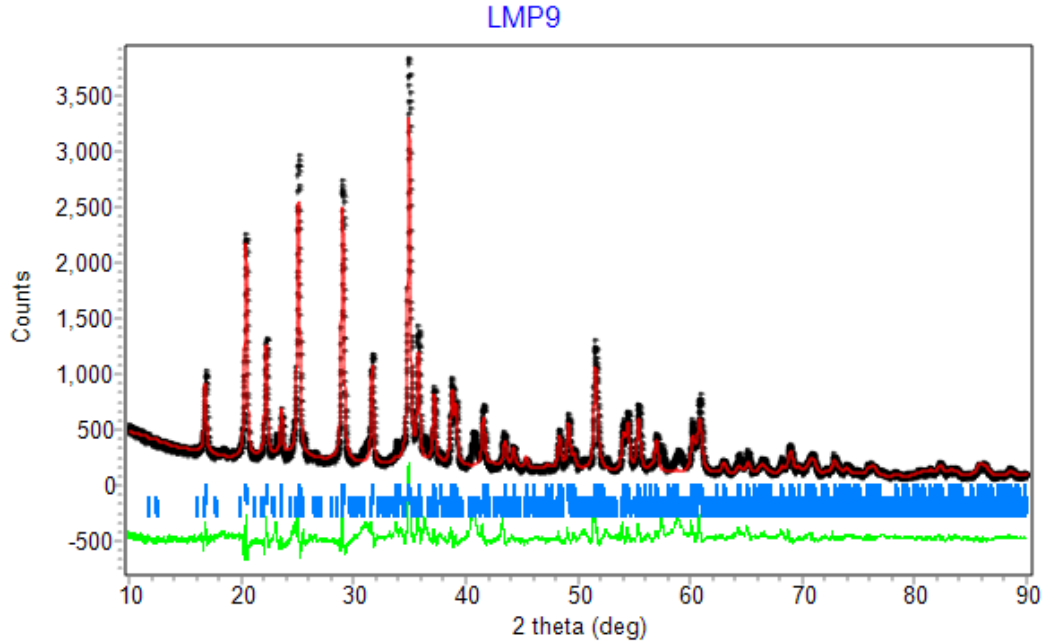
LAMPIRAN C
Hasil Pengolahan *Rietveld* data XRD menggunakan *software Rietica*



Gambar C1. Hasil Rietica sampel $LiMn_{0,7}Co_{0,3}PO_4/C$



Gambar C2. Hasil Rietica sampel $LiMn_{0,8}Co_{0,2}PO_4/C$



Gambar C2. Hasil Rietica sampel $LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4/C$

Tabel C1. Profil Hasil Rietveld sampel $LiMn_{0,7}Co_{0,3}PO_4/C$

Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin		N-P
						Unwght	Wght	
1	11.51	14.86	91.85	15.26	5.68	***	0.222	7995

SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCLC	SUMYBSSQ	GOF	CONDITION
0.2853×10^{6}	0.2478×10^{7}	0.2620×10^{7}	0.2478×10^{7}	0.6841×10^{1}	0.8946×10^{6}

DERIVED BRAGG R-FACTOR = 5.01 DERIVED BRAGG R-FACTOR = 5.91

Tabel C2. Profil Hasil Rietveld sampel $LiMn_{0,8}Co_{0,2}PO_4/C$

Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin		N-P
						Unwght	Wght	
1	7.83	9.94	17.69	9.64	5.75	***	0.518	7997

SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCLC	SUMYBSSQ	GOF	CONDITION
0.1892×10^{6}	0.2417×10^{7}	0.2389×10^{7}	0.2417×10^{7}	0.2983×10^{1}	0.1000×10^{1}

DERIVED BRAGG R-FACTOR = 2.39 DERIVED BRAGG R-FACTOR = 1.92

Tabel C3. Profil Hasil Rietveld sampel $LiMn_{0,9}Co_{0,1}PO_4/C$

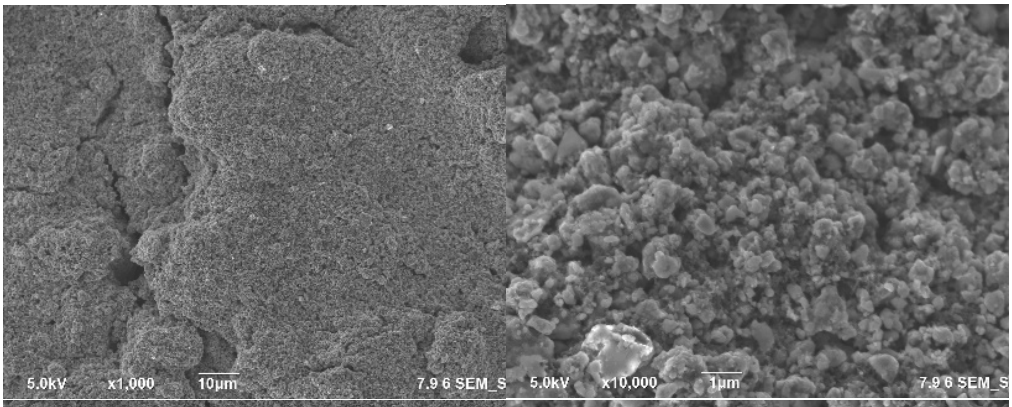
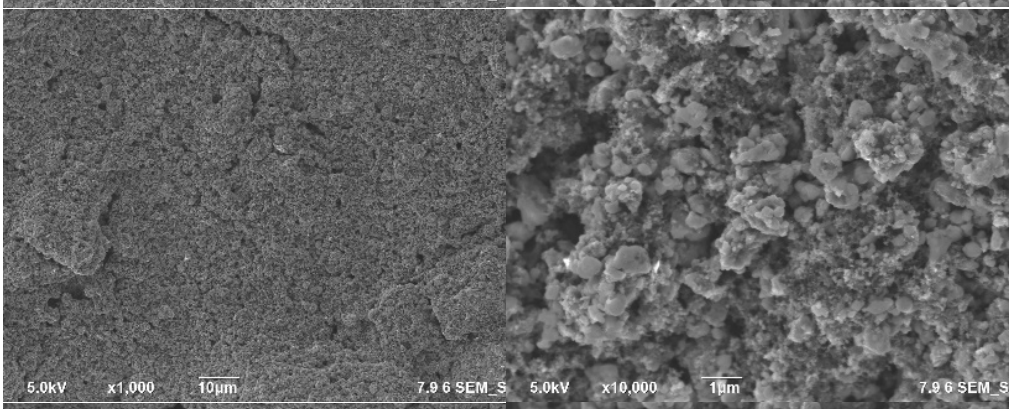
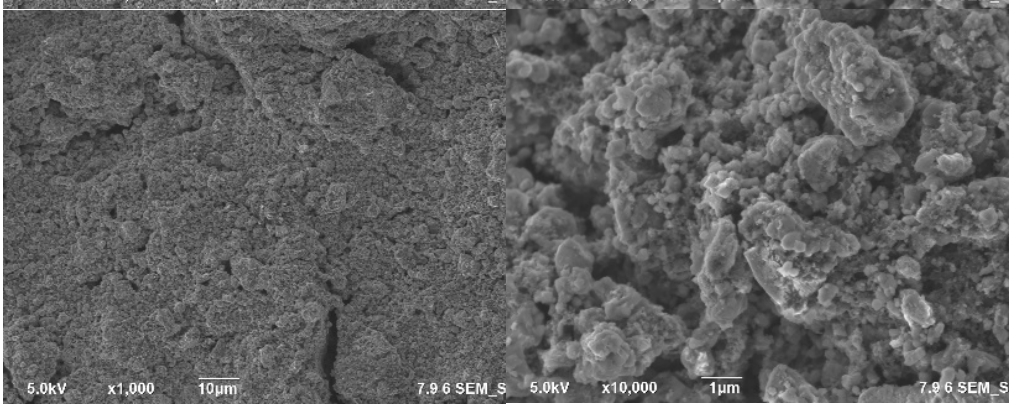
Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin		N-P
						Unwght	Wght	
1	11.37	15.16	6.87	15.75	5.81	***	0.228	7998

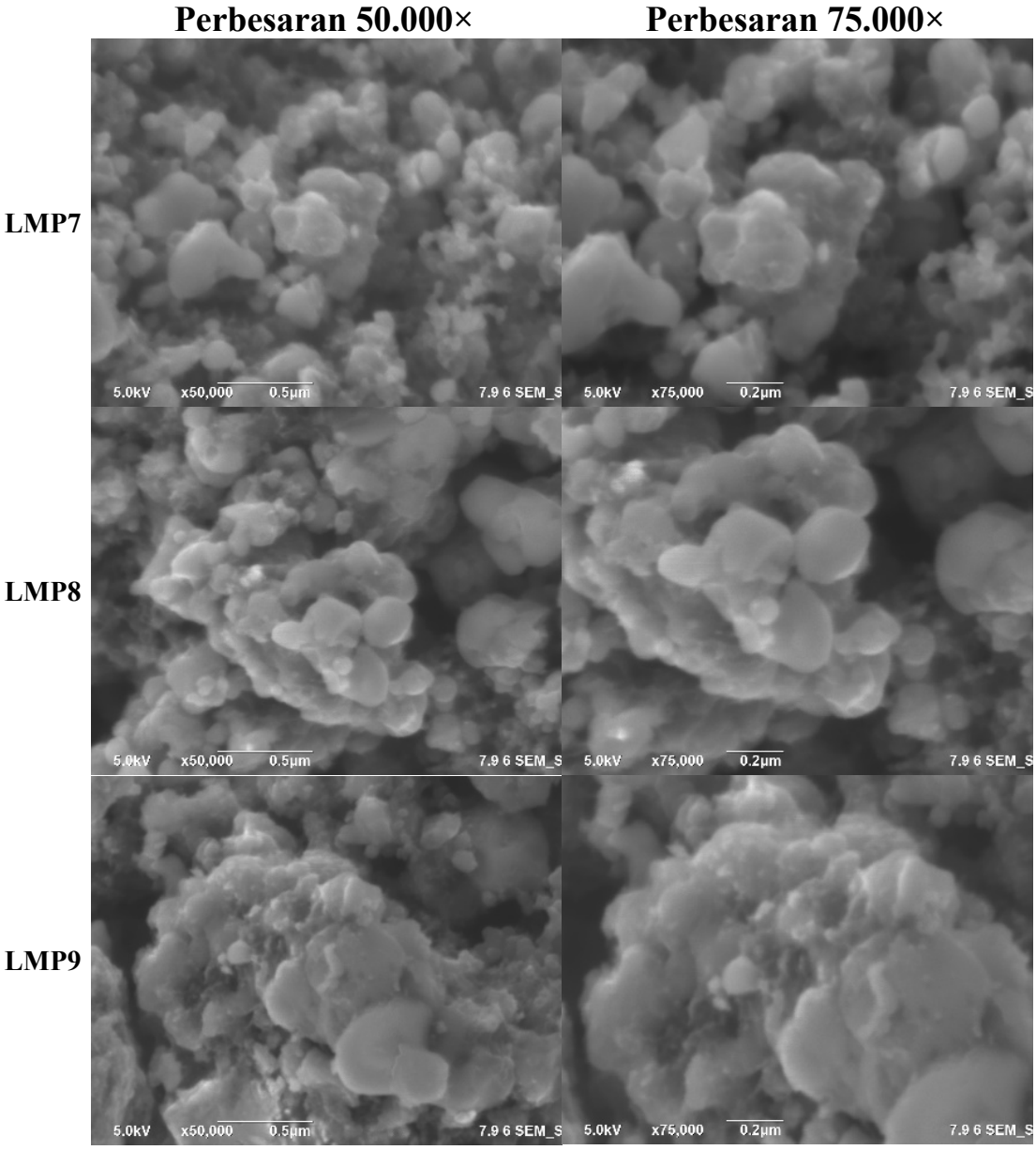
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCLC	SUMYBSSQ	GOF	CONDITION
0.2699×10^{6}	0.2373×10^{7}	0.2293×10^{7}	0.22373×10^{7}	0.6816×10^{1}	0.0000×10^{0}

DERIVED BRAGG R-FACTOR = 6.12 DERIVED BRAGG R-FACTOR = 5.72

LAMPIRAN D
Morfologi Hasil Pengujian SEM-EDS Lembar Katoda LMP/C

1. Hasil Pengujian SEM

	Perbesaran 1000×	Perbesaran 10.000×
LMP7		
LMP8		
LMP9		



Gambar D1. Morfologi Hasil Pengujian SEM Lembar Katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$

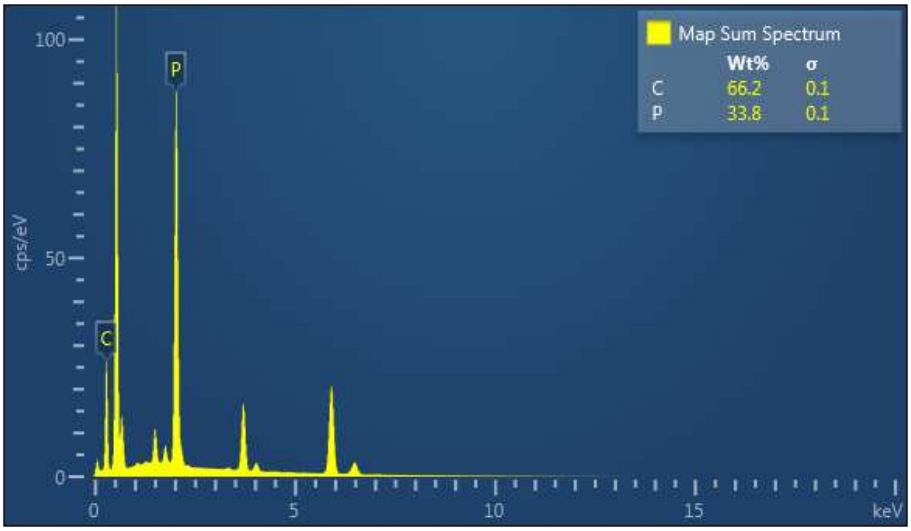
2. Data Distribusi Ukuran Partikel menggunakan *software ImageJ*

Tabel D1. Data Distribusi Partikel Pengujian SEM

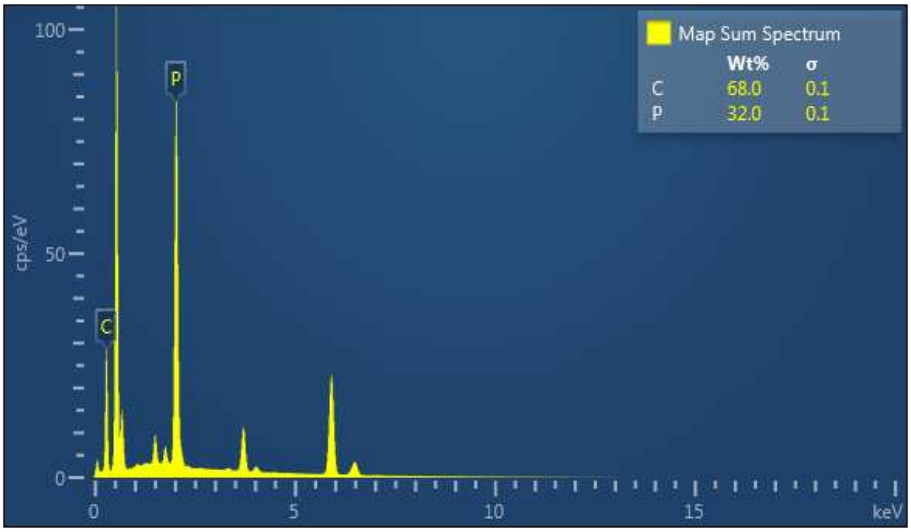
Count	**LMP7**		**LMP8**		**LMP9**	
	Angle	***Length (µm)***	***Angle***	***Length (µm)***	***Angle***	***Length (µm)***
1	0.462	0.5	0	0.5	0.462	0.5
2	77.005	0.161	-116.565	0.144	46.112	0.587
3	55.222	0.353	52.125	0.276	57.131	0.312
4	60.534	0.463	104.207	0.329	31.747	0.759
5	30.033	0.447	13.069	0.464	-4.97	0.559
6	38.66	0.387	-73.94	0.554	56.821	0.125
7	10.574	0.308	-120.466	0.477	43.112	0.260
8	29.745	0.358	-43.431	0.416	-74.181	0.251
9	-51.483	0.253	19.722	0.681	117.35	0.132
10	38.234	0.169	-145.275	0.496	96.34	0.073
11	103.958	0.719	-173.454	0.248	48.24	0.151
12	-76.891	0.302	79.695	0.406	18.435	0.140
13	54.941	0.281	-116.565	0.352	-64.058	0.166
14	-137.121	0.154	26.878	0.330	90	0.198
15	-139.591	0.392	-150.673	0.412	77.692	0.227
16	78.111	0.157	-96.263	0.333	-114.146	0.128
17	36.384	0.190	-53.746	0.225	110.556	0.069
18	11.004	0.148	70.758	0.453	95.711	0.122
19	91.469	0.157	-70.408	0.253	95.711	0.122
20	53.791	0.280	-70.408	0.253	-141.582	0.149
Mean		**0.309**		**0.380**		**0.251**

3. Spektrum Hasil Pengujian EDS

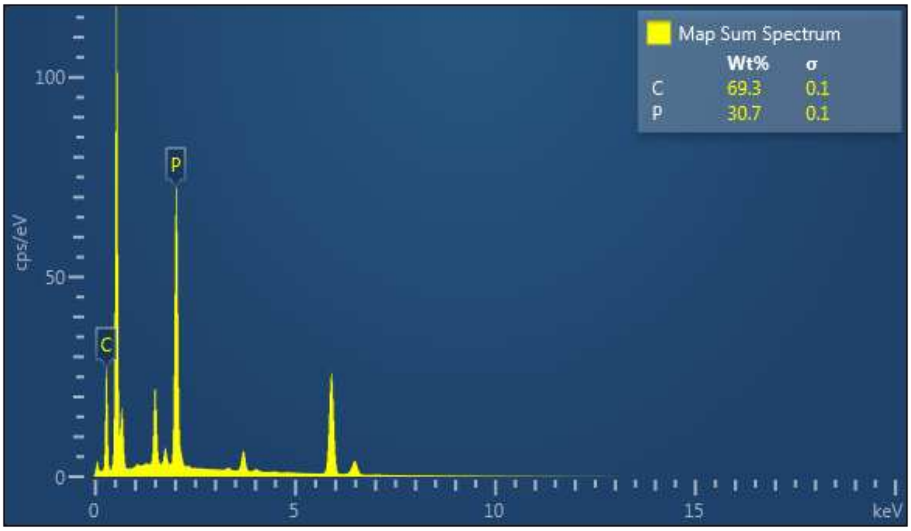
LMP7



LMP8

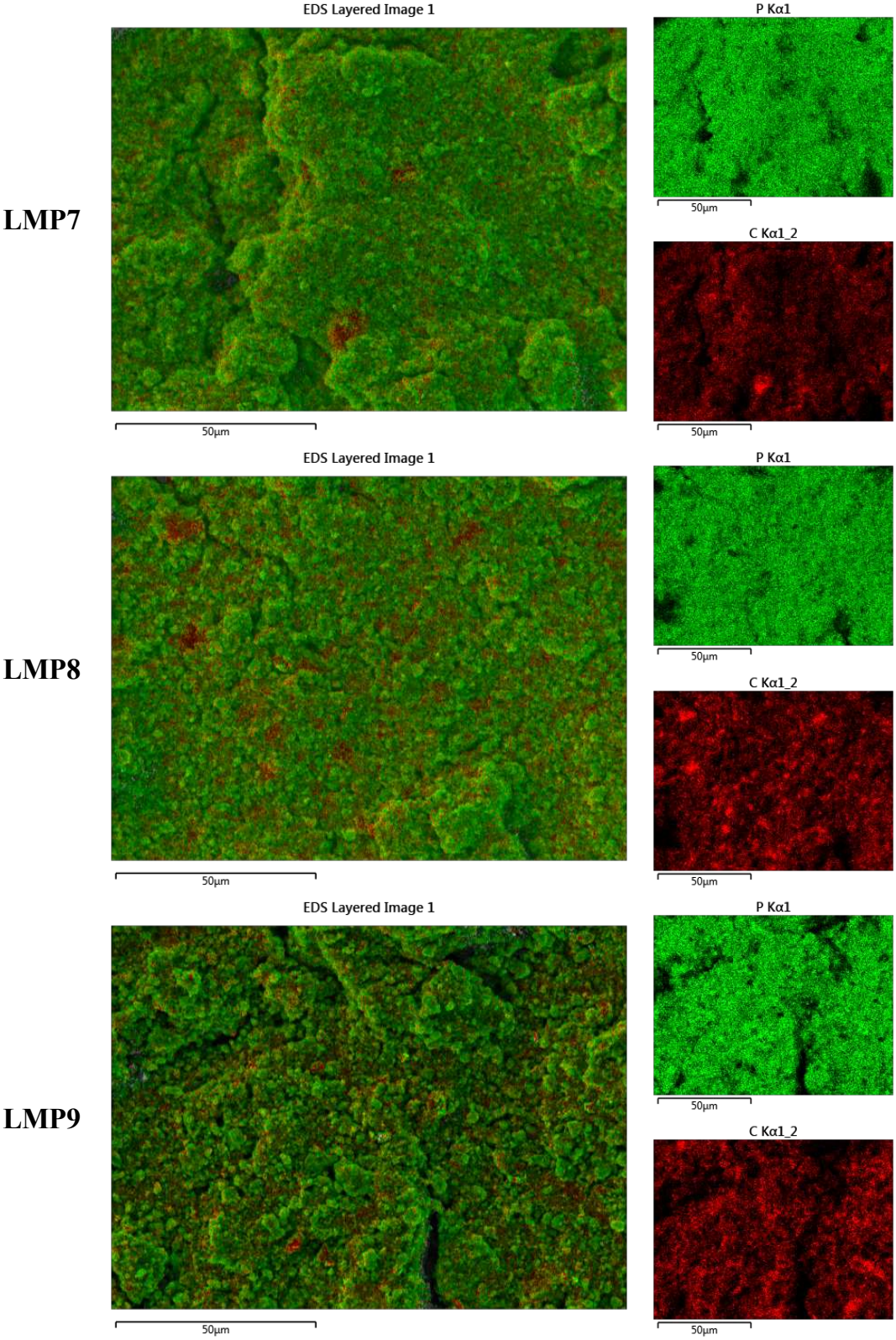


LMP9



Gambar D2. Spektrum EDS Lembar Katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$

4. *Mapping* Spektrum unsur Phospate dan Karbon (SEM-EDS)



Gambar D3. *Mapping* Spektrum P dan C pada Lembar Katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$

LAMPIRAN E
Hasil Pengujian PSA Komposit $LiMn_xCo_{1-x}PO_4/C$

1. Profil Sampel LMP7

Size Distribution Report by Intensity
v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name:	LMP7 1
SOP Name:	mansettings.nano
General Notes:	

File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	6	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

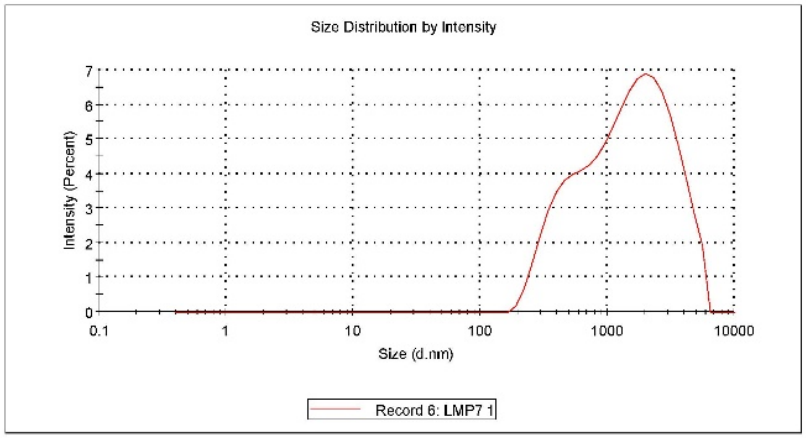
System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	475.5	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	6

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	979.4	**Peak 1:**	1776	100.0	1289
PdI:	0.462	**Peak 2:**	0.000	0.0	0.000
Intercept:	0.910	**Peak 3:**	0.000	0.0	0.000

Result quality : Good



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP7 2
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

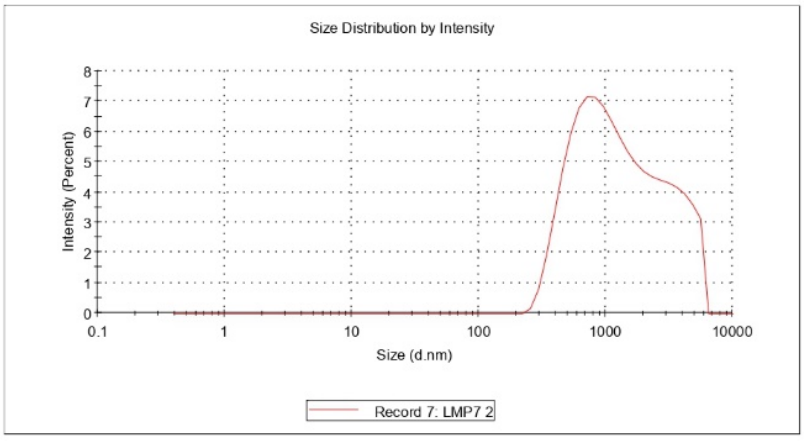
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	7	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	475.5	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	6

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	941.0	**Peak 1:**	1708	100.0	1372
PdI:	0.445	**Peak 2:**	0.000	0.0	0.000
Intercept:	0.895	**Peak 3:**	0.000	0.0	0.000
Result quality :	Good				



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP7 3
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

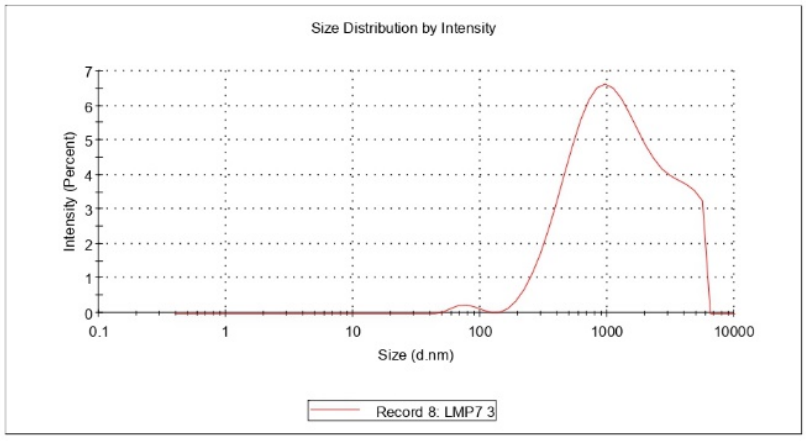
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	8	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	476.5	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	6

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	958.0	**Peak 1:**	1692	99.0	1379
PdI:	0.452	**Peak 2:**	78.39	1.0	16.76
Intercept:	0.897	**Peak 3:**	0.000	0.0	0.000
Result quality :	Good				



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP7 4
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

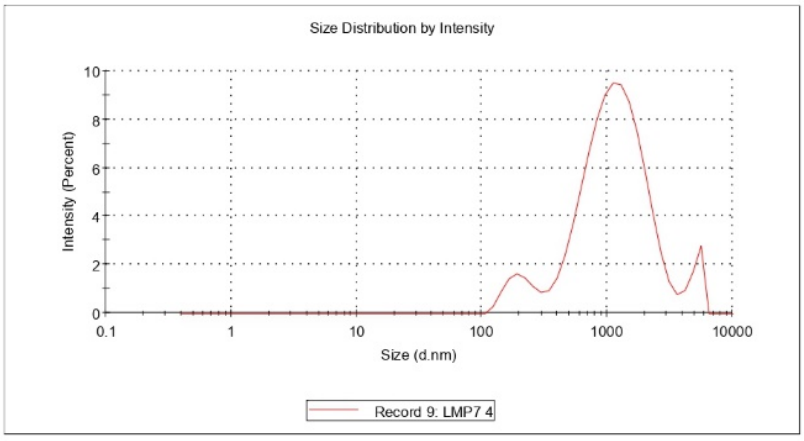
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	9	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	485.9	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	6

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	955.3	**Peak 1:**	1256	86.3	640.7
PdI:	0.450	**Peak 2:**	204.3	7.6	49.01
Intercept:	0.898	**Peak 3:**	4886	6.1	708.5
Result quality :	Good				



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP7 5
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	10	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

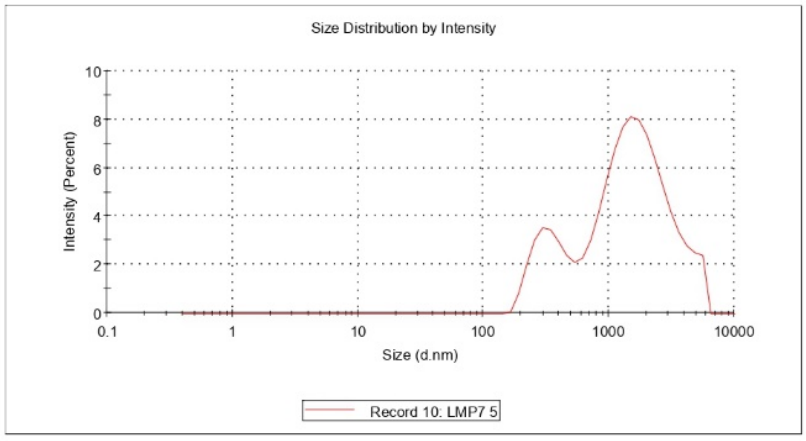
System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	475.3	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	6

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	972.6	**Peak 1:**	1976	80.1	1195
PdI:	0.485	**Peak 2:**	343.5	19.9	98.61
Intercept:	0.894	**Peak 3:**	0.000	0.0	0.000

Result quality : Good



2. Profil Sampel LMP8

Size Distribution Report by Intensity
v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name:	LMP8 1
SOP Name:	mansettings.nano
General Notes:	

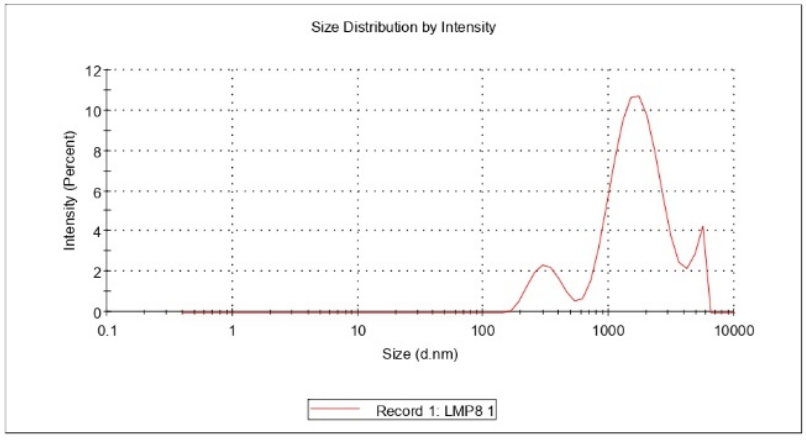
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	1	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	267.5	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	5

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	1359	**Peak 1:**	1801	79.5	789.0
PdI:	0.522	**Peak 2:**	324.0	11.5	87.34
Intercept:	0.890	**Peak 3:**	4994	9.1	570.9
Result quality :	Good				



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP8 2
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

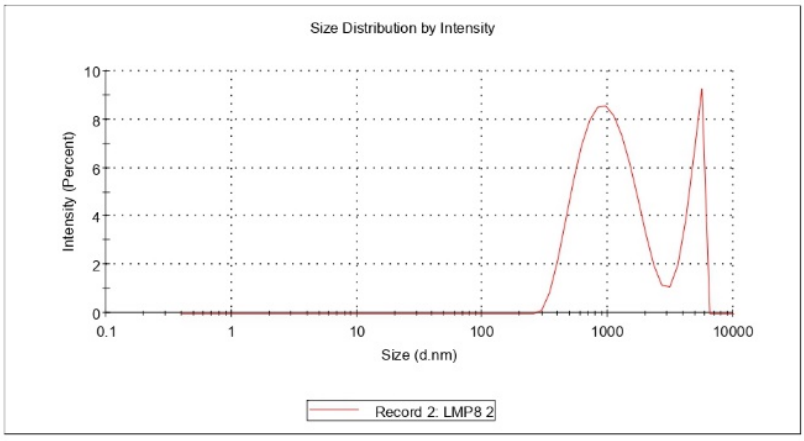
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	2	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	254.3	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	5

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	1399	**Peak 1:**	1076	77.5	557.3
PdI:	0.468	**Peak 2:**	4807	22.5	762.1
Intercept:	0.891	**Peak 3:**	0.000	0.0	0.000
Result quality :	Good				



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP8 3
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	3	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

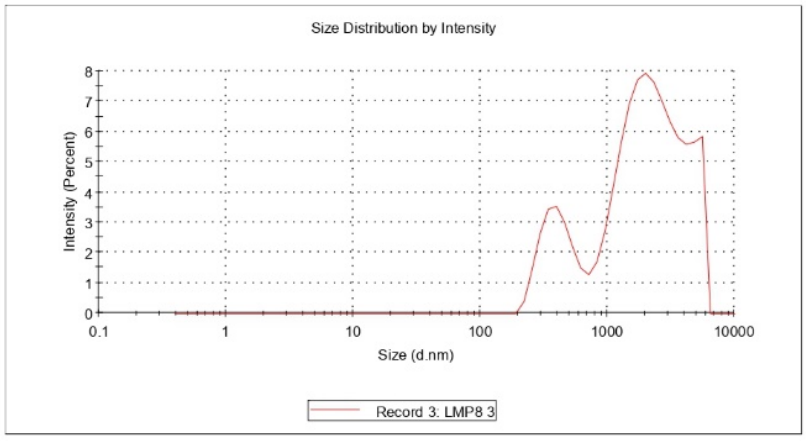
System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	262.0	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	5

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	1462	**Peak 1:**	2212	65.8	957.1
PdI:	0.461	**Peak 2:**	421.4	18.2	127.8
Intercept:	0.886	**Peak 3:**	4846	16.0	579.0

Result quality : Refer to quality report



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP8 4
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

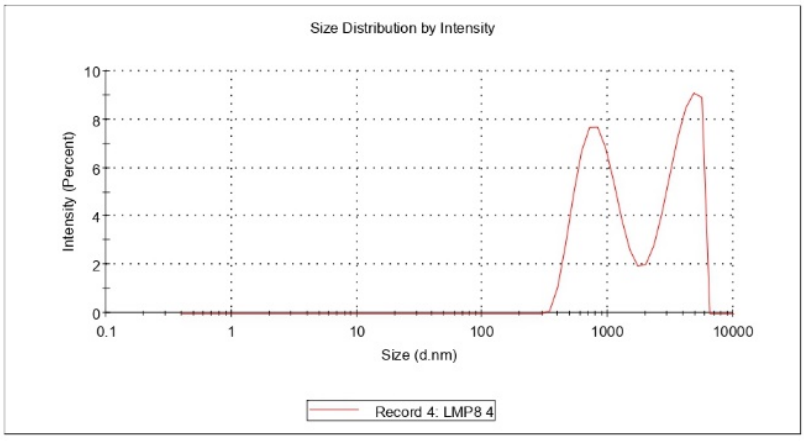
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	4	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	255.9	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	5

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	1378	**Peak 1:**	871.4	50.6	322.4
PdI:	0.508	**Peak 2:**	3907	49.4	1153
Intercept:	0.885	**Peak 3:**	0.000	0.0	0.000
Result quality :	Good				



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP8 5
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

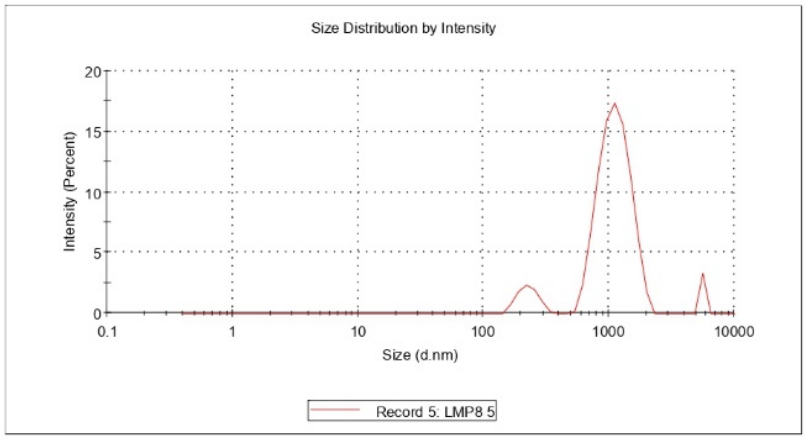
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	5	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	237.1	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	5

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	1313	**Peak 1:**	1135	88.7	310.5
PdI:	0.596	**Peak 2:**	227.9	8.0	41.08
Intercept:	0.910	**Peak 3:**	5560	3.3	6.104e-5
Result quality :	Good				



3. Sampel LMP9

Size Distribution Report by Intensity
v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name:	LMP9 1
SOP Name:	mansettings.nano
General Notes:	

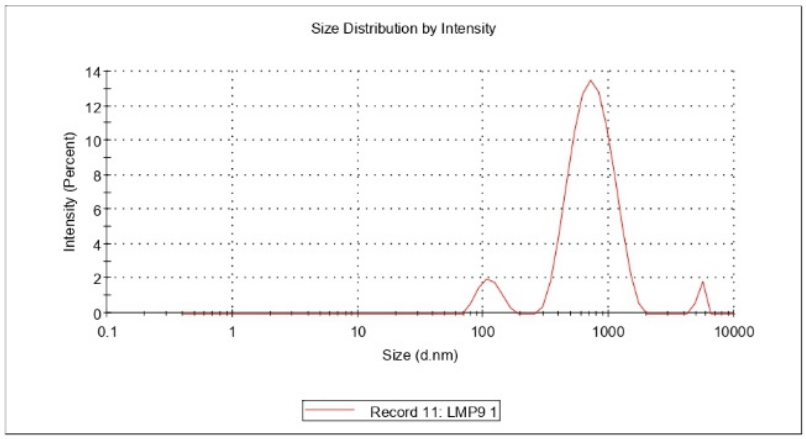
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	11	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	233.8	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	6

Results

			Size (d.nm):	**% Intensity:**	**St Dev (d.n...**
Z-Average (d.nm):	632.0	**Peak 1:**	767.3	90.2	278.8
PdI:	0.439	**Peak 2:**	112.7	7.3	21.69
Intercept:	0.923	**Peak 3:**	5377	2.4	324.3
Result quality :	Good				



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP9 2
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

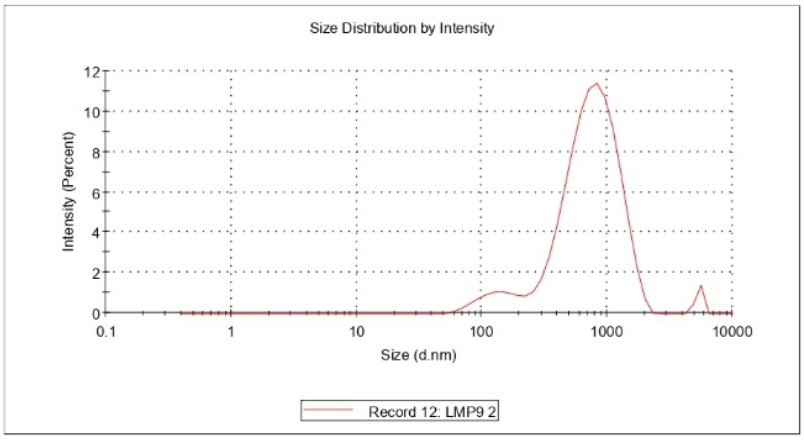
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	12	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	225.5	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	6

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	627.4	**Peak 1:**	821.5	90.9	359.0
PdI:	0.434	**Peak 2:**	140.7	7.3	45.37
Intercept:	0.928	**Peak 3:**	5380	1.8	322.8
Result quality :	Good				



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP9 3
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

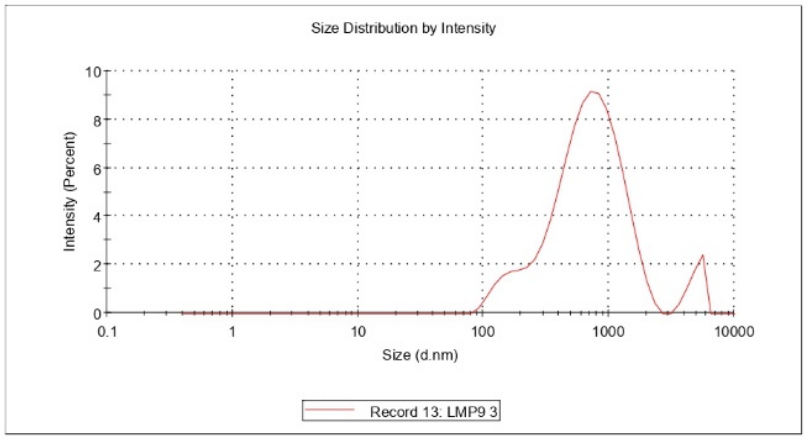
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	13	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	218.2	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	6

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	585.3	**Peak 1:**	748.2	94.4	429.9
PdI:	0.423	**Peak 2:**	4922	5.6	643.1
Intercept:	0.922	**Peak 3:**	0.000	0.0	0.000
Result quality :	Good				



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP9 4
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

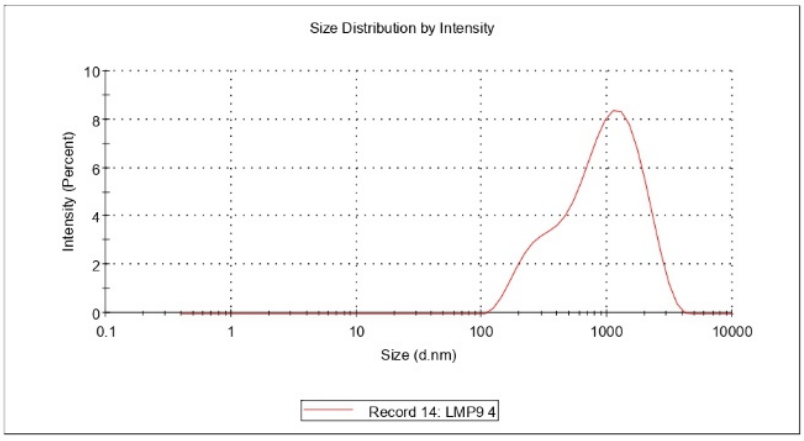
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	14	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	236.1	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	6

Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	630.2	**Peak 1:**	1062	100.0	685.4
PdI:	0.429	**Peak 2:**	0.000	0.0	0.000
Intercept:	0.920	**Peak 3:**	0.000	0.0	0.000
Result quality :	Good				



Size Distribution Report by Intensity

v2.2

Malvern

Sample Details

Sample Name: LMP9 5
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

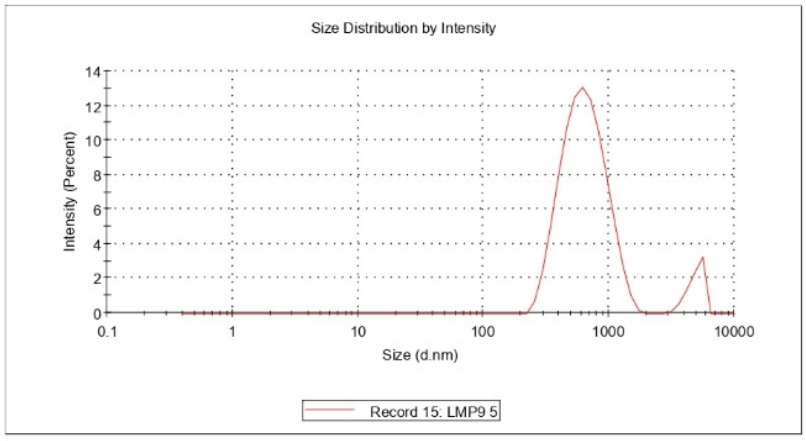
File Name:	Rheina 2019.dts	**Dispersant Name:**	Water
Record Number:	15	**Dispersant RI:**	1.330
Material RI:	1.33	**Viscosity (cP):**	0.8872
Material Absorbtion:	0.500	**Measurement Date and Time:**	Wednesday, November 27, 2...

System

Temperature (°C):	25.0	**Duration Used (s):**	60
Count Rate (kcps):	216.4	**Measurement Position (mm):**	0.65
Cell Description:	Disposable sizing cuvette	**Attenuator:**	6

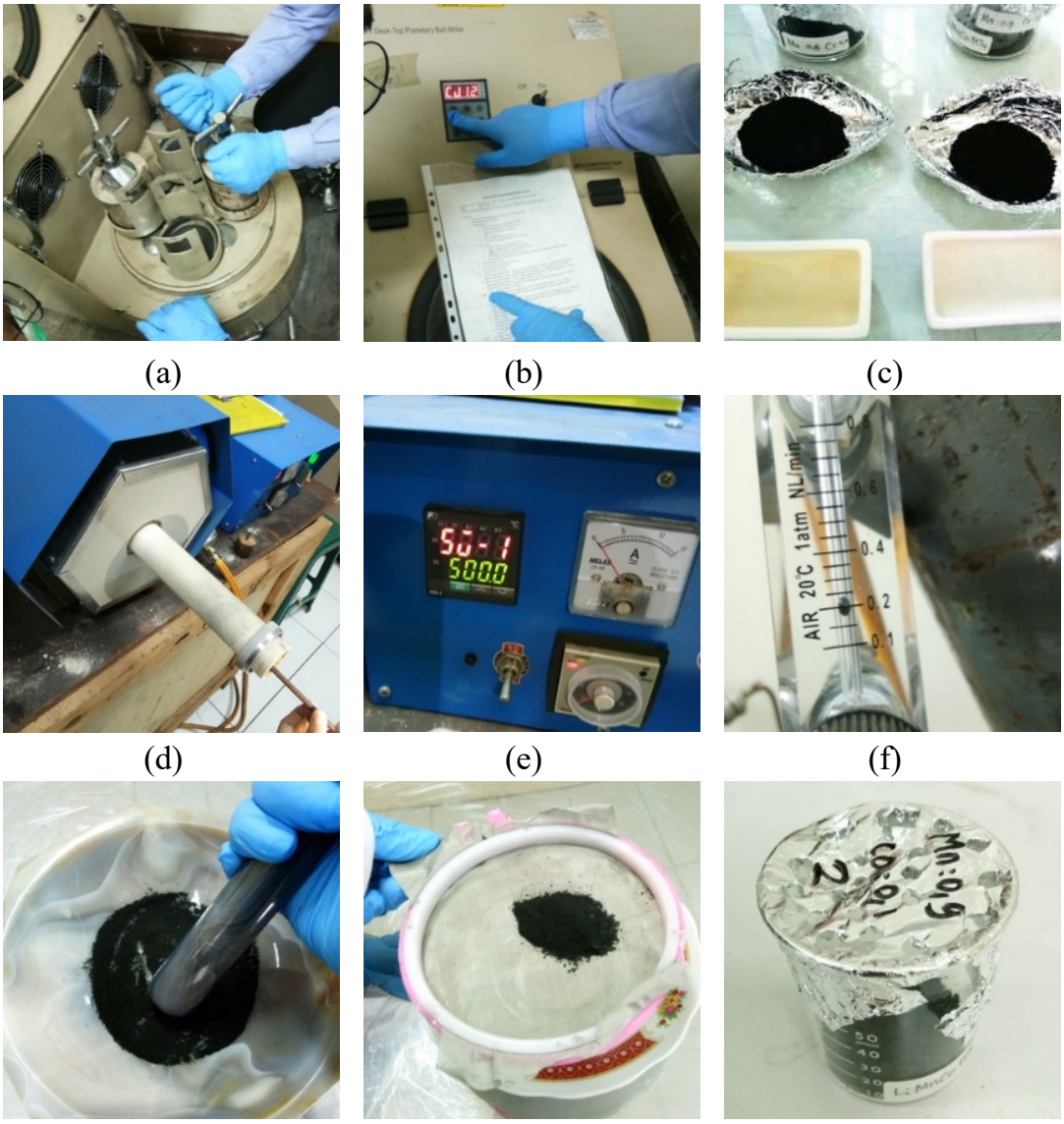
Results

			Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm):	588.4	**Peak 1:**	666.8	92.4	259.7
PdI:	0.389	**Peak 2:**	4893	7.6	678.0
Intercept:	0.927	**Peak 3:**	0.000	0.0	0.000
Result quality :	Good				



LAMPIRAN F
Dokumentasi

1. Sintesis *Powder*



(a) (b) (c)

(d) (e) (f)

(g) (h) (i)

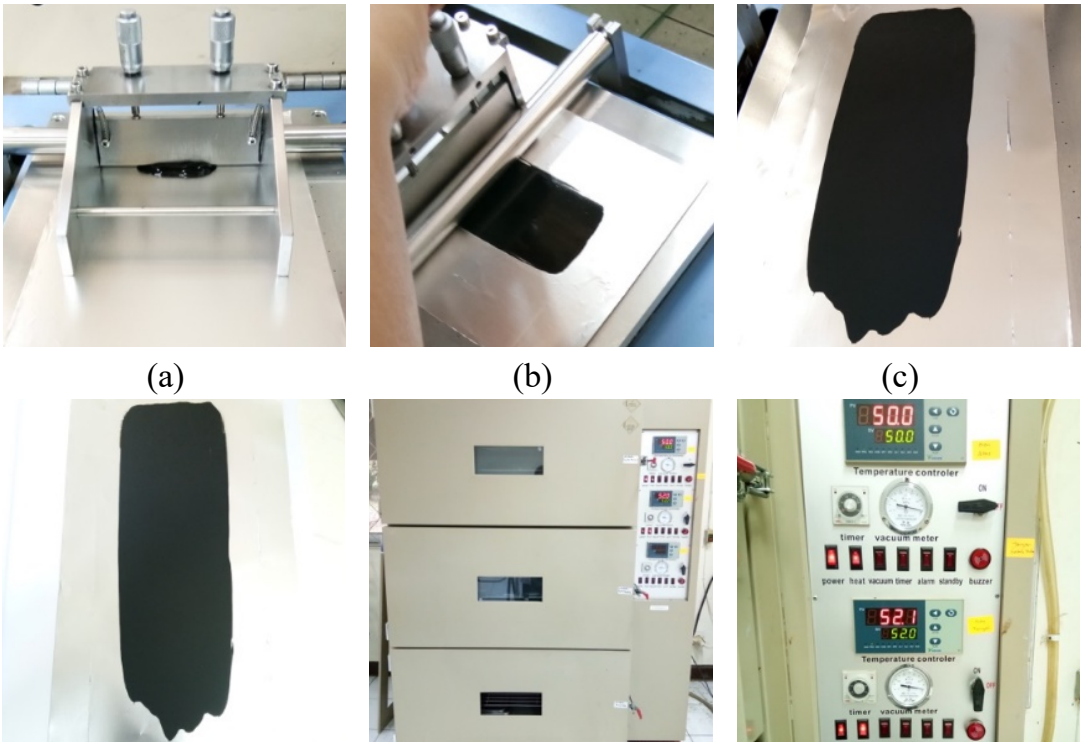
Gambar F1. Proses sintesis *powder* $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$; (a) Proses *Ball Milling*; (b) mengatur waktu dan kecepatan putar; (c) sampel pra-kalsinasi; (d) memasukkan sample kedalam tube furnace; (e) mengatur taktu, lama dan temperatur pemanasan; (f) mengatur aliran gas nitrogen sebesar 0,2 NL/min; (g) penggerusan butiran sample; (h) pengayakan 400mesh untuk memperkecil ukuran partikel; dan (i) hasil pengayakkan yang disimpan dalam gelas beaker.

2. Pembuatan *Slurry*

(a) (b) (c)

Gambar F2. Proses pembuatan *slurry*; (a) pemanasan MNP; (b) PVDF terlarut secara homogen dan (c) *Slurry* LMP/C siap *coating*.

3. Pembuatan Lembar Katoda

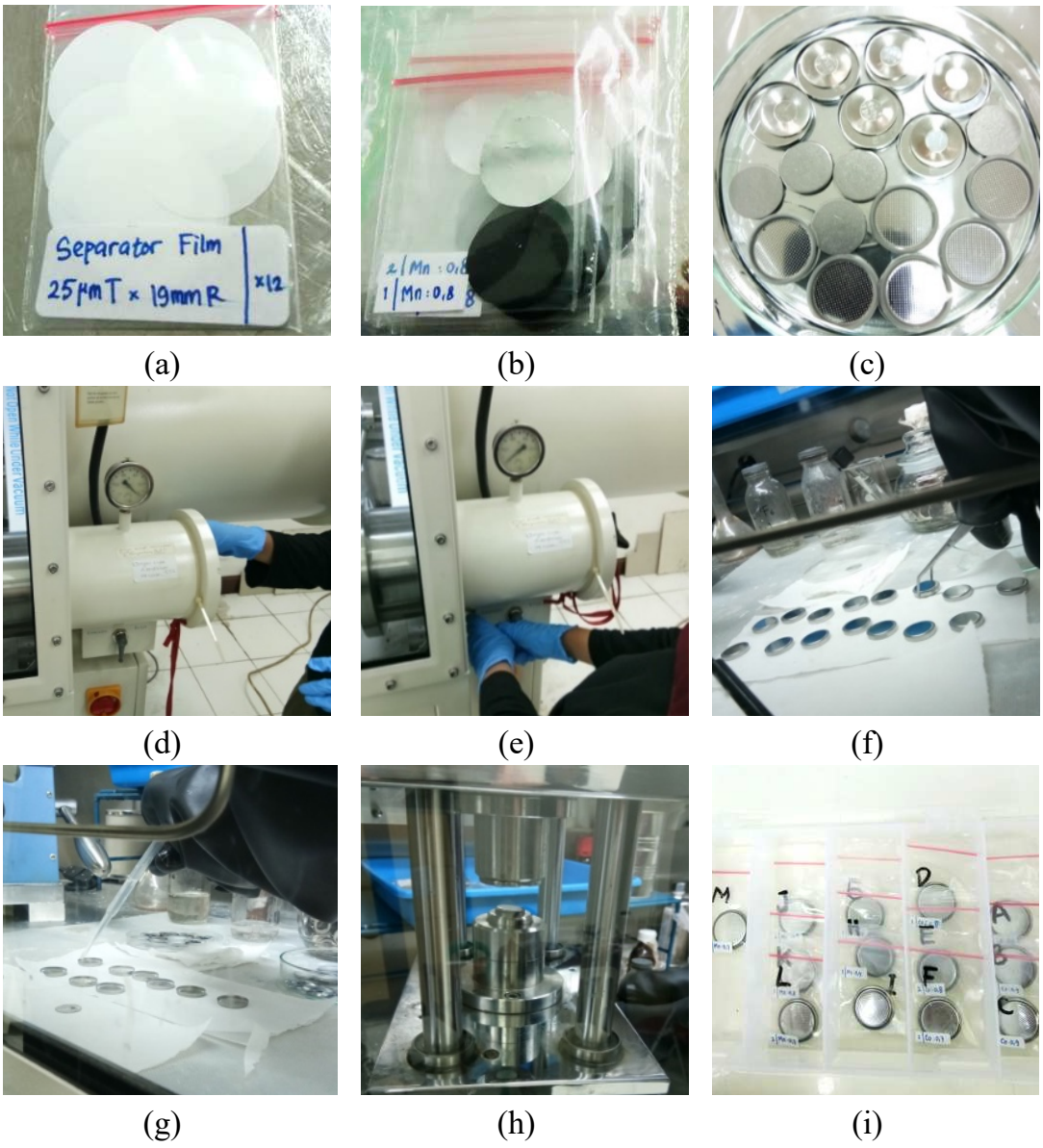


(a) (b) (c)

(d) (e) (f)

Gambar F3. Proses pembuatan lembar katoda; (a) Penempatan *slurry* pada awal penyebaran diatas *Aluminium Film*; (b) Perataan slurry; (c) *Slurry* $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$ basah; (d) Lembar Katoda LMP/C yang sudah kering; (e) Lemari penyimpan lembaran; (f) Pengaturan lingkungan di dalam lemari.

4. Perakitan Baterai Koin Sel



(a) (b) (c)

(d) (e) (f)

(g) (h) (i)

Gambar F4. Proses *assembly coin cell battery*; (a) *Polymer separator* 19mm; (b) Lembaran katoda $LiMn_xCo_{1-x}PO_4$ 16mm; (c) Coin cell parts dibersihkan dengan aseton; (d) Memasukkan coin parts kedalam *vacum chamber glove box*; (e) memvacum *chamber*; (f) perakitan *coin batte*ry; (g) pemberian elektrolit 0,1M; (h) pengkompaksian menggunakan *crimping hydrolic*; (i) *coin battery*.

5. Peralatan dan Bahan

Timbangan Digital AND GR-200

Magnetic Hot Plate IKA C-MAG HS7

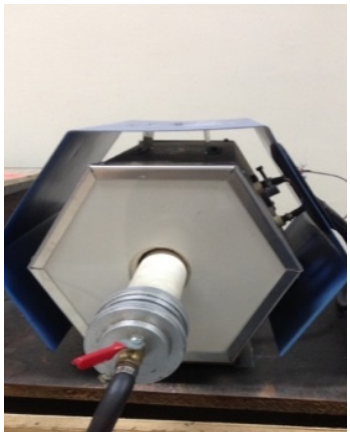
DeskTop Planetary Ball Miller SFM-1

Automatic Thin Film Coater MSK AFA III MTI

Hydrolic Crimper MSK-110

13 Blades Metric Feeler Gauge LIPRO 8901-02

Crucible



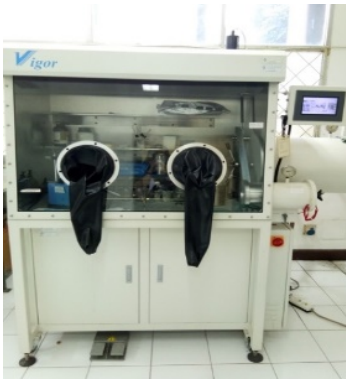
Tube Furnace PPF-1000

Filter Tool 400 mesh

Drying Box MTI

Magnetic Stirrer

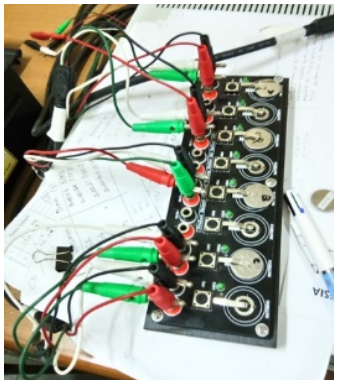
Blower Cleaning XTEGO



Glove Box

Lemari Lembar Katoda

Spatula



CV

Gelas Beaker (10ml)

Micro pipet

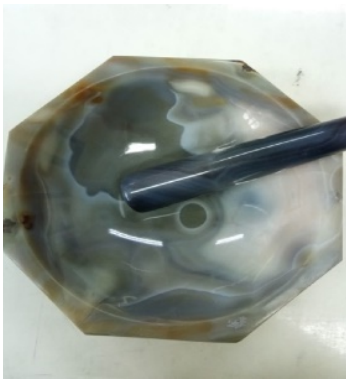
Kuas

Gelas Beaker (50ml)

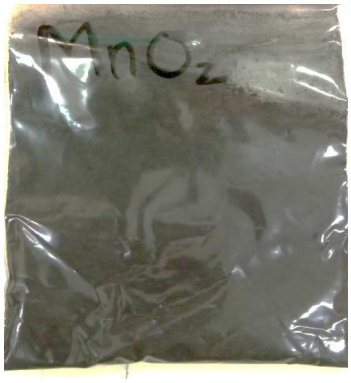
Conventional Oven

Zicron *Miller Ball*

Lemari Lembar Katoda



Agate Mortar

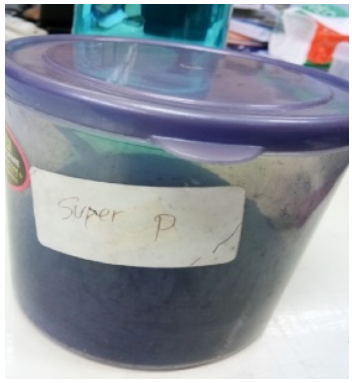


Manganese Dioxide (MnO_2)

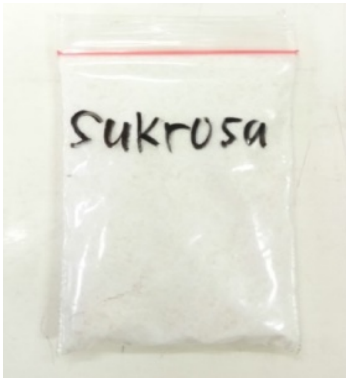
Citric Acid ($C_6H_8O_7$)

Cobalt (III) Oxide (Co_2O_3)

Tepung Tapioka ($C_6H_{10}O_5$)

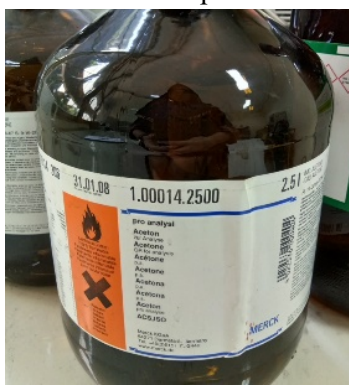


Carbon Super P

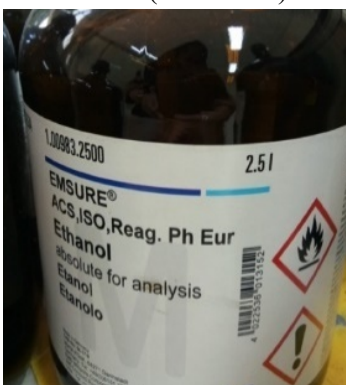


Sukrosa ($C_{12}H_{22}O_{11}$)

Coin cell parts



Aseton



Ethanol

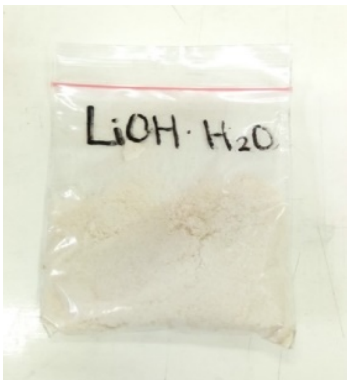
Aluminium Thin Film Sheet

N-methyl-2-pyrrolidone (MNP)

Polyvinylidene Fluoride (PVDF)

Lithium Hexafluorophosphate *solution* 0.1M

Polymer Separator Film (Thicknes: 23µm)



Lithium Hydroxide Monohydrate ($LiOH \cdot H_2O$)

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BIODATA PENULIS

Nama lengkap penulis yaitu Rheina Aurely Shavira. Penulis dilahirkan di Bandung pada tanggal 24 Juni 2000. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Ayah penulis bernama R. Didid Dwiyanto dan Ibu penulis bernama Aty Trisnawaty. Alamat tempat tinggal penulis yaitu Nusa Loka U4/20, Sektor 14.5 BSD, Kota Tangerang Selatan. Penulis berdomisili di Jl. Raya Mulyosari No.31-33, Kota Surabaya. Penulis telah menempuh Pendidikan formal di TK Kartika Bandung, SDN 2 Kota Serang, SMPN 11 Kota Tangerang Selatan dan SMAN 3 Kota Tangerang Selatan. Penulis mengikuti program Akselerasi di bangku SMA periode 2014-2016. Setelah lulus dari SMA pada tahun 2016, penulis diterima di Jurusan Fisika Fakultas Sains ITS dan terdaftar sebagai mahasiswa dengan NRP 01111640000083.

Selama duduk di bangku kuliah, penulis aktif mengikuti kegiatan perkuliahan dan aktif di UKM Paduan Suara Mahasiswa ITS. Penulis pernah aktif sebagai anggota PSDMus di PSM ITS. Selama menempuh perkuliahan, penulis telah mengikuti beberapa kegiatan PSM seperti konser, *job* dan lomba Paduan Suara. Di Departemen Fisika ITS, penulis mengambil bidang minat studi Material. Penulis pernah menjadi asisten laboratorium. Kerja Praktek dan penelitian penulis dilakukan di Pusat Penelitian Fisika (P2F) Lembaga Ilmu Penelitian Indonesia (LIPI) Serpong, Tangerang.

E-mail : rheinsss2000@gmail.com