



TESIS - SF142502

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT
LITHIUM FERRO PHOSPHATE/GRAFITE DENGAN
VARIASI FRAKSI BERAT *GRAFITE* MELALUI
PROSES *SOLID STATE***

Ali Mufid
1113201018

DOSEN PEMBIMBING
Dr. Mochammad Zainuri, M.Si

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN MATERIAL
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016



THESIS - SF142502

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF
COMPOSITE LITHIUM PHOSPHATE FERRO /
GRAFITE WITH VARIOUS OF WEIGHT FRACTION
GRAFITE BY SOLID STATE METHODS**

Ali Mufid
1113201018

SUPERVISOR
Dr. Mochammad Zainuri, M.Si

MAGISTER PROGRAM
STUDY ON MATERIAL SCIENCES
DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF MATHEMATIC AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh:

Ali Mufid

NRP 1113201018

Tanggal Ujian: 13 Januari 2016

Periode Wisuda: Maret 2016

Disetujui oleh:

1. Dr. M. Zainuri, M.Si

NIP 19640130 199002 1 001

(Pembimbing) 


2. Prof. Suminar Pratapa, M. Sc, Ph.D.

NIP. 19660224 199002 1 001

(Penguji I) 

3. Prof. Dr. Suasmoro, DEA

NIP. 19550210 198010 1 001

(Penguji II) 

Direktur Program Pascasarjana,




Prof. Ir. Djauhar Manfaat, M.Sc, Ph.D

NIP. 19601202 198701 1 001

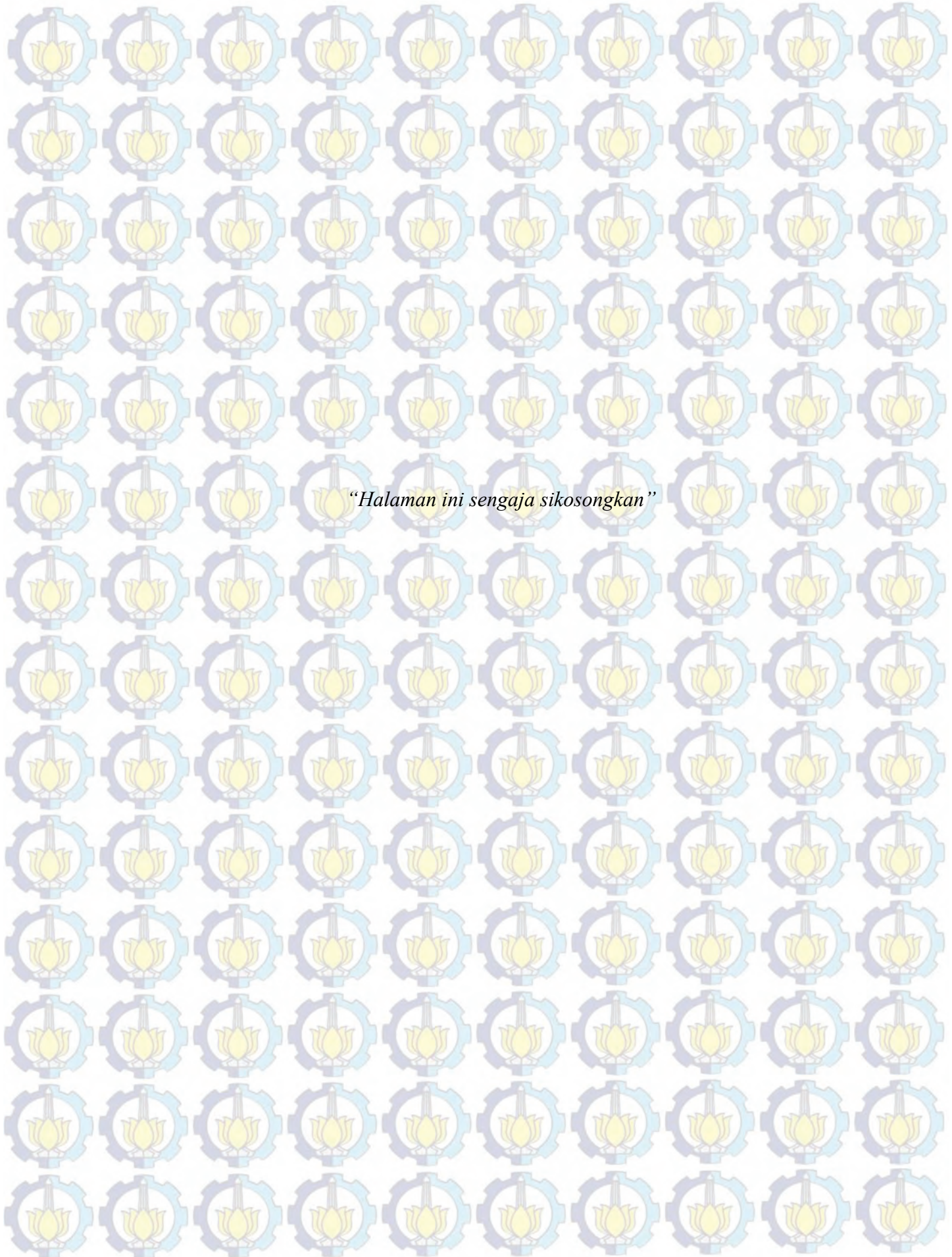
SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT *LITHIUM FERRO PHOSPHATE*/GRAFITE DENGAN VARIASI FRAKSI BERAT GRAFITE MELALUI PROSES *SOLID STATE*

Nama mahasiswa : Ali Mufid
NRP : 1113201018
Pembimbing : Dr. Mochamad Zainuri, M. Si.

ABSTRAK

Sintesis komposit *Lithium Ferro Phosphate*/Grafite (LFP/C) dengan variasi fraksi berat grafit 10%, 20% dan 30%, dengan metode *solid state* telah berhasil dilakukan. Pada penelitian ini digunakan batu besi dari Kabupaten Tanah Laut-Kalimantan Selatan sebagai prekursor Fe. Karakterisasi XRF dilakukan untuk mengetahui kandungan unsur-unsur di dalam batu besi. Batu besi mengandung unsure Fe 98.51% setelah separasi dan leaching. Prekursor (LFP/C) didapat dari serbuk besi Fe_3O_4 , Li_2CO_3 , $(NH_4)_2HPO_4$ dan Grafite (C) yang di milling planetary Ball Milling dengan kecepatan 300 rpm selama 5 jam. Karakterisasi DSC/TGA pada prekursor (LFP/C) dilakukan untuk menentukan temperatur kalsinasi. Hasil DSC/TGA menunjukkan bahwa fasa (LFP/C) mengalami kristalisasi pada temperatur 700 °C dengan waktu penahanan 10 jam. Karakterisasi difraksi sinar-x (XRD) dilakukan dan software Rietica diterapkan untuk menginvestigasi komposisi fasa (%volume atau %wt). Hasil analisa kuantitatif komposisi fasa menunjukkan bahwa terbentuk empat fasa yaitu $LiFePO_4$ (46.61%) , Li_3PO_4 (31.74%), α - Fe_2O_3 (21.65%) dan C. Karakterisasi Particle Size Analyzer (PSA) menunjukkan bahwa distribusi ukuran rata-rata partikel 78.82nm-5 μ m. Karakteristik mikrostruktur dan sebaran *mapping* unsur Lithium Ferro Phosphate/Grafite (LFP/C) diamati menggunakan SEM-EDX. Sedangkan karakteristik konduktivitas listrik tertinggi ditunjukkan oleh penambahan grafit 30% dengan nilai konduktivitas 8.403 (mS/cm).

Kata Kunci: Batu Besi Tanah Laut, solid state, variasi grafit, XRF, XRD, DSC-TGA, PSA, SEM-EDX, Konduktivitas Listrik.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF COMPOSITE LITHIUM FERRO PHOSPHATE/GRAFITE WITH VARIOUS OF WEIGHT FRACTION GRAFITE BY SOLID STATE

METHODS

Name : Ali Mufid
NRP : 1113201018
Supervisor : Dr. Mochamad Zainuri, M.Si

ABSTRACT

Synthesis of composite Lithium Ferro Phosphate / Graphite (LFP/C) by various the weight fraction graphite 10%, 20% and 30%, with solid state method has been successfully. In this study used iron stones from Tanah Laut-South Kalimantan as a precursor Fe. Characterization by x-Ray Florescence (XRF) was conducted to determine the content of the elements in the iron stone. elements *Fe* from iron stone contain 98.51% after separasi and leaching. Precursor (LFP/C) obtained from powders Fe_3O_4 , Li_2CO_3 , $(NH_4)_2HPO_4$ and Grafite (C) are in the milling Planetary Ball Milling at 300 rpm for 5 hours. Characterization DSC-TGA on precursors (LFP/C) was conducted to determine the calcination temperature. Results of DSC-TGA showed that the phase (LFP/C) crystallized at a temperature of 700 ° C with a hold time of 10 hours. Characterization of X-Ray Diffraction (XRD) performed and software Rietica applied to investigate the phase composition (% by volume or % wt). This quantitative analysis results showed that formed four phases, namely $LiFePO_4$ (46.61%), Li_3PO_4 (31.74%), $\alpha-Fe_2O_3$ (21.65%) and C. Characterization of Particle Size Analyzer (PSA) showed that the average size distribution of particles 78.82nm-5 μ m. And than characteristics microstructural and mapping unsure Lithium Ferro Phosphate/Grafite (LFP/C) was observed using SEM-EDX. While characteristics conductivity electrical highest indicated by the addition of graphite 30% with conductivity value 8.403 (mS/cm).

Keywords: Iron Stone Tanah laut, solid state, various of graphite, XRF, XRD, DSC-TGA, PSA, SEM-EDX, Electrical Conductivity.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

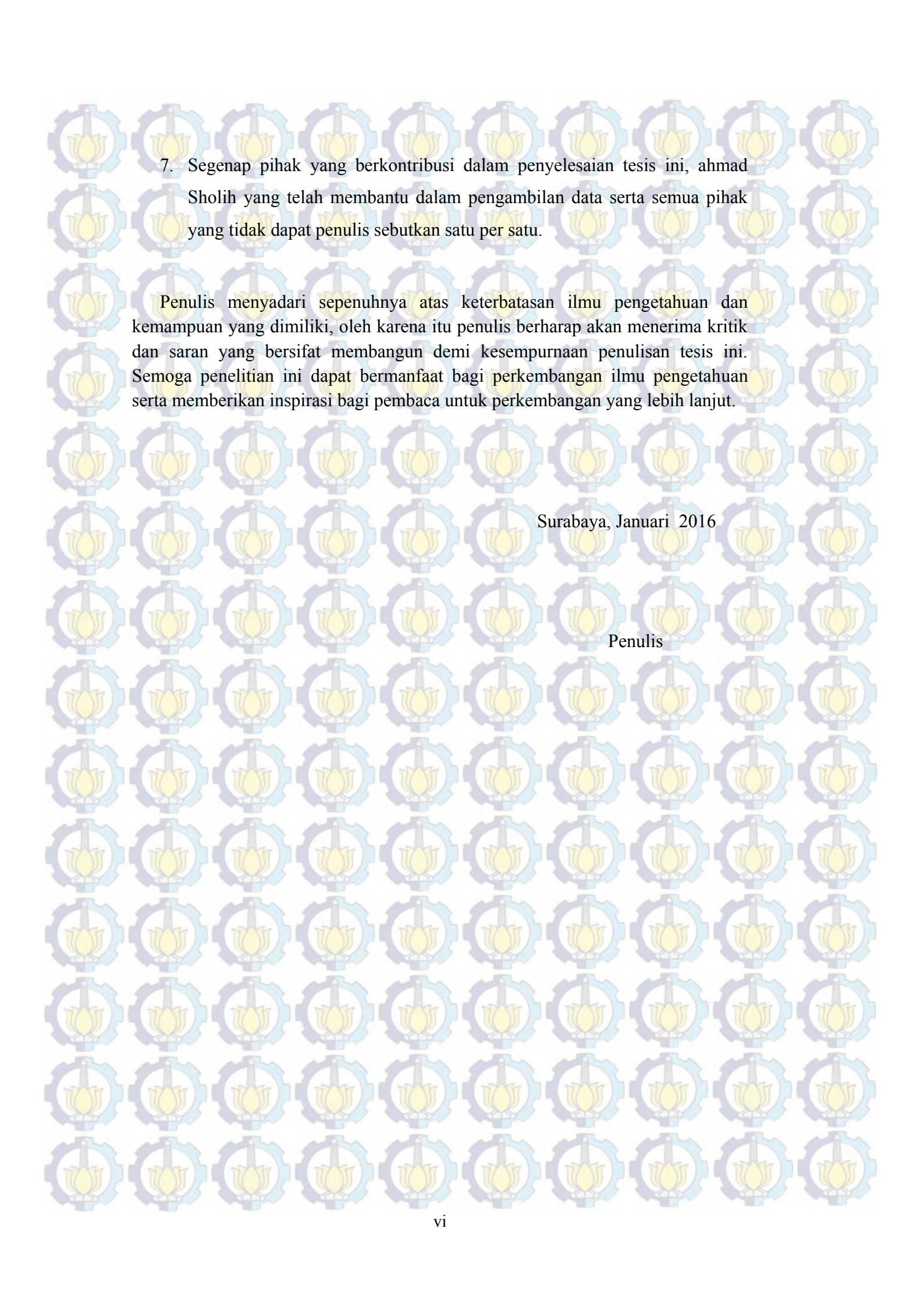
KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas berkat limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan Tesis sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar Magister Sains (M.Si) pada jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya dengan judul:

“SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT *LITHIUM FERRO PHOSPHATE*/GRAFITE DENGAN VARIASI FRAKSI BERAT GRAFIT MELALUI METODE *SOLID STATE*”

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya penyusunan Tesis ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. M. Zainuri, M.Si selaku dosen pembimbing tesis yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis ini.
2. Prof. Drs. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D. dan Prof. Suasmoro, DEA. selaku dosen penguji atas saran, kritik, masukan, dan arahnya sehingga memperluas wawasan penulis.
3. Dr. Yono Hadi Pramono, selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA ITS yang telah memberikan kemudahan sarana kepada penulis selama kuliah sampai terselesaikannya tesis ini.
4. Seluruh Staf Pengajar di Jurusan Fisika FMIPA ITS, terimakasih atas pendidikan, ilmu pengetahuan, dan motivasi yang telah diberikan.
5. Abah Munadi, Ibu Sulikah, saudara-saudaraku: Sholikin sekeluarga, Muslihatin sekeluarga, Sultonim, Mubayudin sekeluarga, Lis arifah sekeluarga dan Adikku Moh. Ridlo serta seorang yang selalu mengisi batinku terima kasih banyak atas do'a, semangat, perhatian, bantuan dan pengertiannya.
6. Teman seperjuangan mahasiswa Pascasarjana Fisika angkatan 2013.

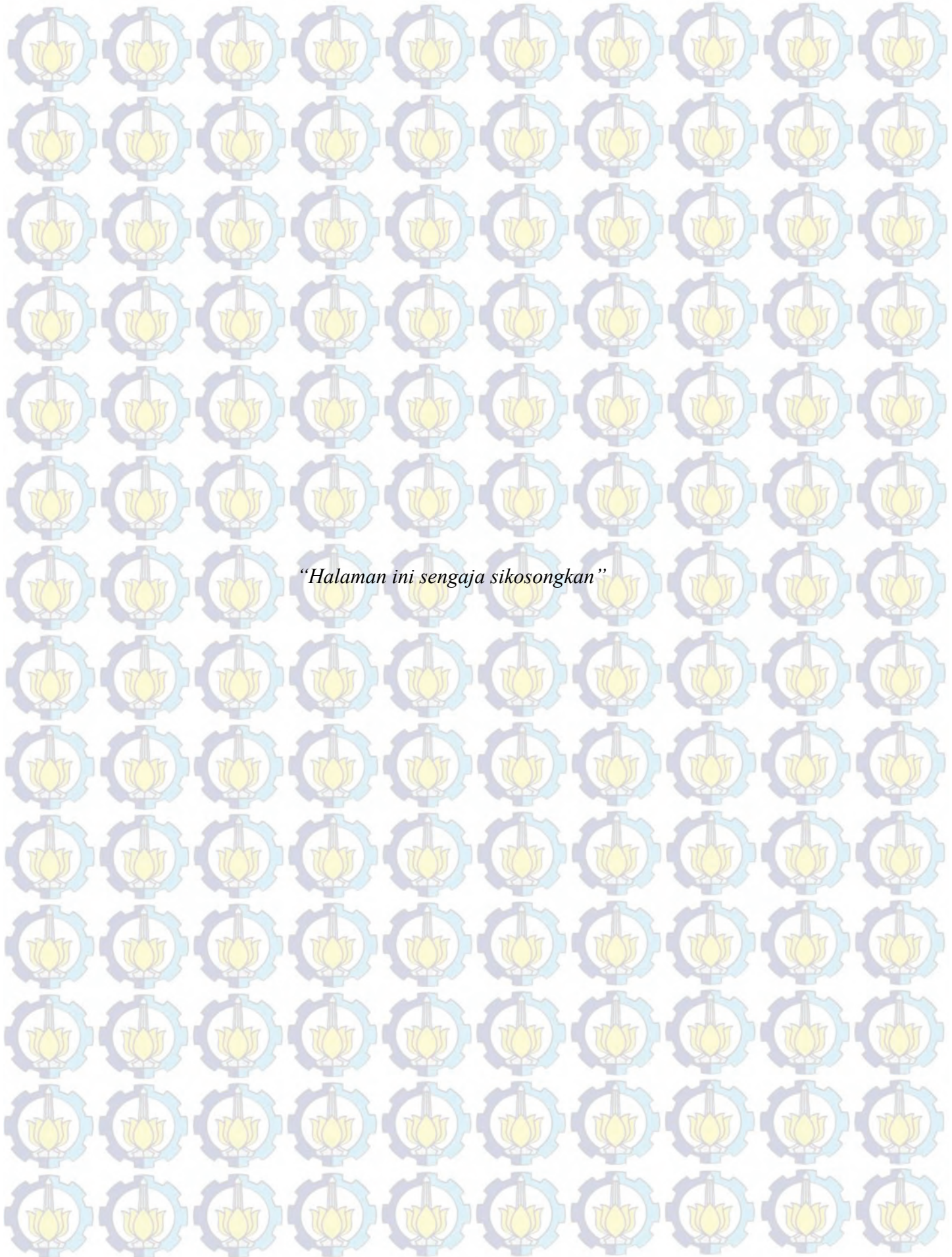


7. Segenap pihak yang berkontribusi dalam penyelesaian tesis ini, ahmad Sholih yang telah membantu dalam pengambilan data serta semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari sepenuhnya atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki, oleh karena itu penulis berharap akan menerima kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan penulisan tesis ini. Semoga penelitian ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan serta memberikan inspirasi bagi pembaca untuk perkembangan yang lebih lanjut.

Surabaya, Januari 2016

Penulis

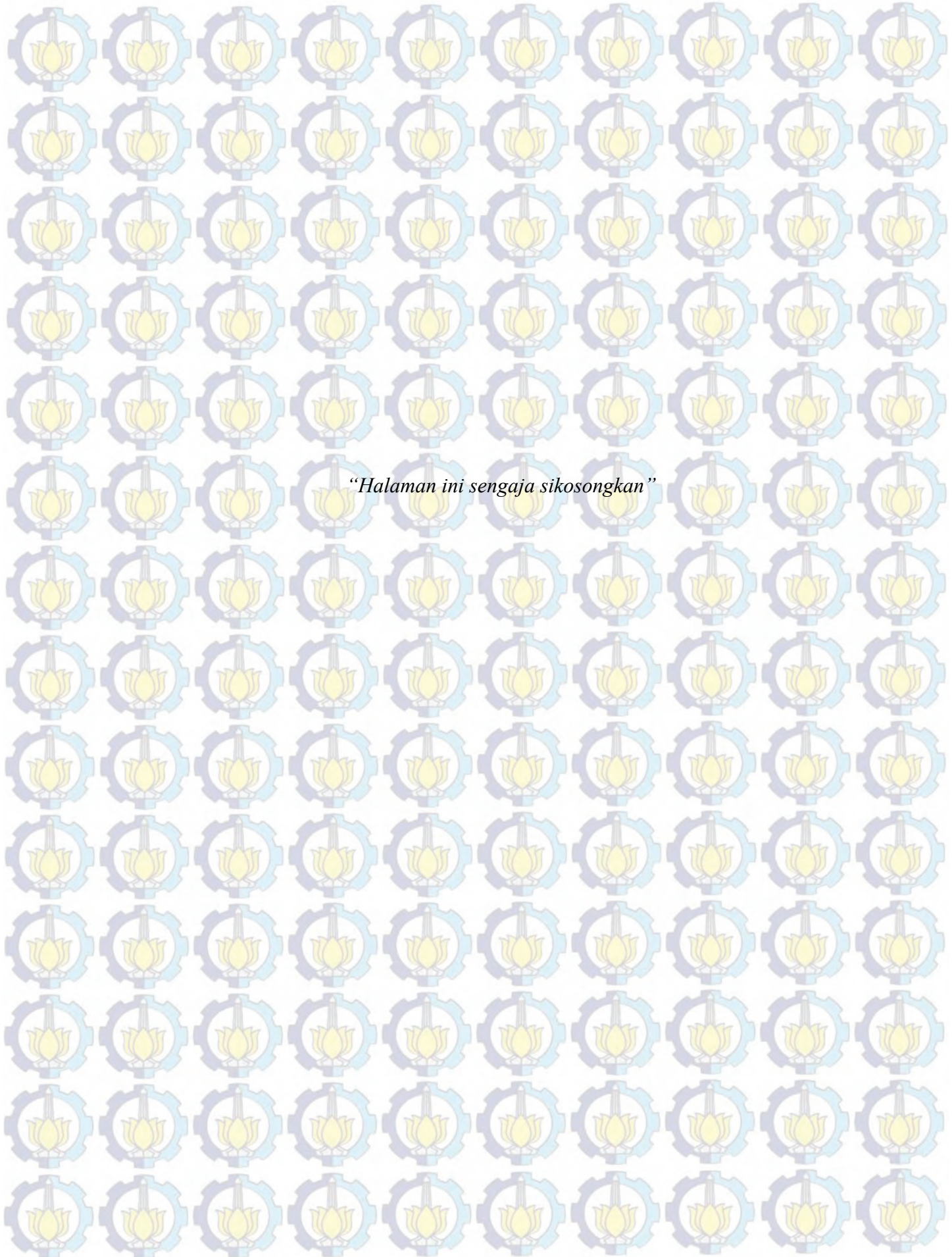


“Halaman ini sengaja sikosongkan”

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang.....	1
1.1. Perumusan Masalah.....	2
1.2. Tujuan Penelitian.....	3
1.3. Batasan Masalah.....	3
1.4. Manfaat Penelitian.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Konsep Oksida Besi	5
2.2. Konsep Komposit	7
2.3. Konsep Lithium Iron Phosphate (LFP)	9
2.3.1 Konsep LFP tipe NASICON	10
2.3.2 Konsep LFP tipe Olivine.....	11
2.4 Konsep Solid-state reaction	12
2.5 Konsep Komposit (LFP/ Grafit)	14
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	
3.1. Persiapan Alat dan Bahan.....	18
3.1.1. Peralatan.....	18
3.1.2. Bahan.....	18
3.2. Prosedur Kerja.....	18
3.2.1. Ekstraksi Batuan Besi menjadi Prekursor Fe ₃ O ₄	18
3.2.2. Sintesis Lithium Ferro Phosphate/Grafit	19
3.3. Karakterisasi Bahan Uji.....	19

3.3.1.	X-Ray Fluorescence (XRF).....	19
3.3.2.	X-Ray Diffractometer (XRD)	20
3.3.3.	Uji <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) dan EDX.....	21
3.3.4.	Uji <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	21
3.3.5.	Uji Konduktivitas Listrik	22
3.4.	Diagram Alir Penelitian.....	24
3.4.1.	Ekstraksi Batuan Besi menjadi precursor Fe_3O_4	24
3.4.1.	Ekstraksi Batuan Besi menjadi precursor Fe_3O_4	25
BAB 4 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN		
4.1	Analisa sintesis batu besi menjadi prekursor Fe_3O_4	27
4.2.	Analisa Sintesis Lithium Ferro Phosphate/Grafit (LFP/C).....	29
4.2.1.	Pengaruh temperatur kalsinasi pada precursor (LFP/C).....	29
4.2.2.	Terbentuknya fasa-fasa LFP dan LFP/C	31
4.2.3.	Distribusi ukuran partikel LFP dan LFP/C.....	34
4.2.4.	Morfologi dan Mapping partikel LFP dan LFP/C.....	36
4.3.	Analisa Konduktivitas Listrik LFP dan LFP/C	38
4.4.	Pembahasan.....	39
BAB 5 PENUTUP		
5.1.	Kesimpulan.....	44
5.2.	Saran.....	44
DAFTAR PUSTAKA		46
LAMPIRAN.....		49
BIOGRAFI PENULIS		86



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Kristal Fe_2O_3	6
Gambar 2.2	Struktur Kristal Fe_3O_4	6
Gambar 2.3	Komposit isotropik dengan semua arah penguatan tegangan sama.	9
Gambar 2.4	Struktur kristal NASICON $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$	10
Gambar 2.5	Kurva DTA $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ dengan menggunakan metode <i>solid state</i>	11
Gambar 2.6	Struktur kristal olivine LiFePO_4	12
Gambar 2.7	Ilustrasi pergerakan bola dan serbuk dalam ball mill.....	13
Gambar 2.8	Mekanisme <i>Komposit Lithium Ferro Phosphate/C</i>	14
Gambar 2.9	Pola x-ray diffraction komposit LiFePO_4/C	15
Gambar 2.10	Morfologi SEM (a) Grafite, (b) komposit LiFePO_4/C	16
Gambar 3.1	Seperangkat peralatan <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	20
Gambar 3.2	Seperangkat peralatan XRD <i>Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer)</i>	20
Gambar 3.3	Seperangkat peralatan SEM di laboratorium COE (<i>Center of Energy</i>) LPPM ITS Surabaya.....	21
Gambar 3.4	Peralatan pengujian PSA (<i>Particle Size Analyzer</i>) dan Zeta Analyzer di laboratorium Fisika, ITS Surabaya.....	22
Gambar 3.5	Skema rangkaian pengukuran konduktivitas listrik dengan (a) <i>two point probe</i> dan (b) <i>four point probe</i>	23
Gambar 3.6	Diagram alir ekstraksi batuan besi menjadi Fe_3O_4	24
Gambar 3.7	Diagram alir sintesis lithium ferro phosphate/grafit.....	25
Gambar 4.1	Serbuk besi sebelum setelah separasi dan leaching.....	27
Gambar 4.2	Hasil Search Match serbuk Fe_3O_4 sebelum setelah <i>separasi</i> dan <i>Leaching</i>	28
Gambar 4.3	Hasil uji DSC-TGA prekursor LiFePO_4	30
Gambar 4.4	Search Match LiFePO_4/C dengan penambahan grafit 10%, 20% dan 30%.....	32

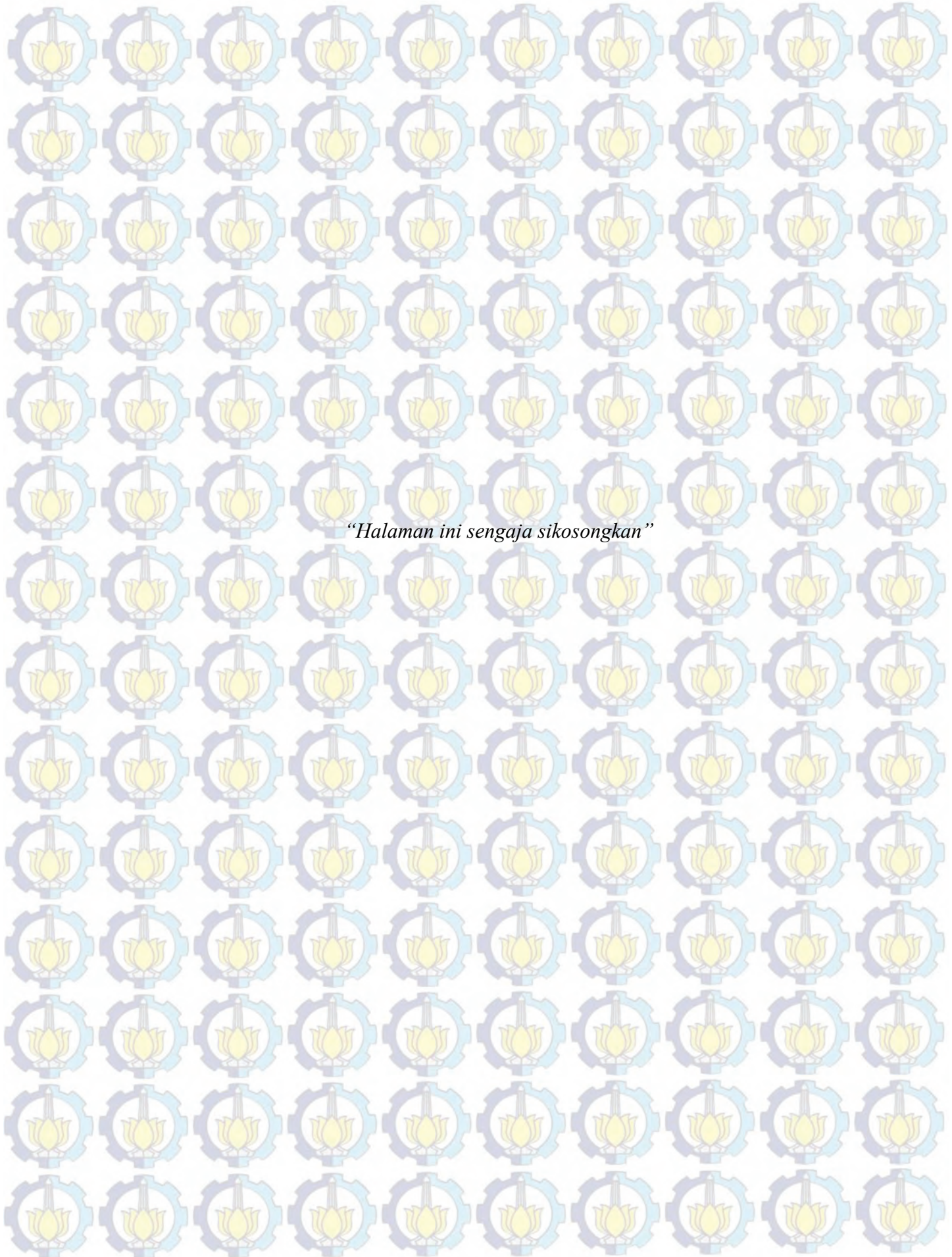
Gambar 4.5 Distribusi ukuran rata-rata grafit dan LFP..... 34

Gambar 4.6 Distribusi ukuran rata-rata partikel LFP/C 1020 dan 30% 35

Gambar 4.7 Hasil uji SEM Hasil uji SEM Grafit, LFP dan LFP/Grafit..... 36

Gambar 4.8 Hasil Mapping partikel Komposit LFP/C temperatur kalsinasi 700 °C..... 37

Gambar 4.9 Hasil mapping distribusi partikel Komposit LFP/C temperature kalsinasi 700 °C..... 37

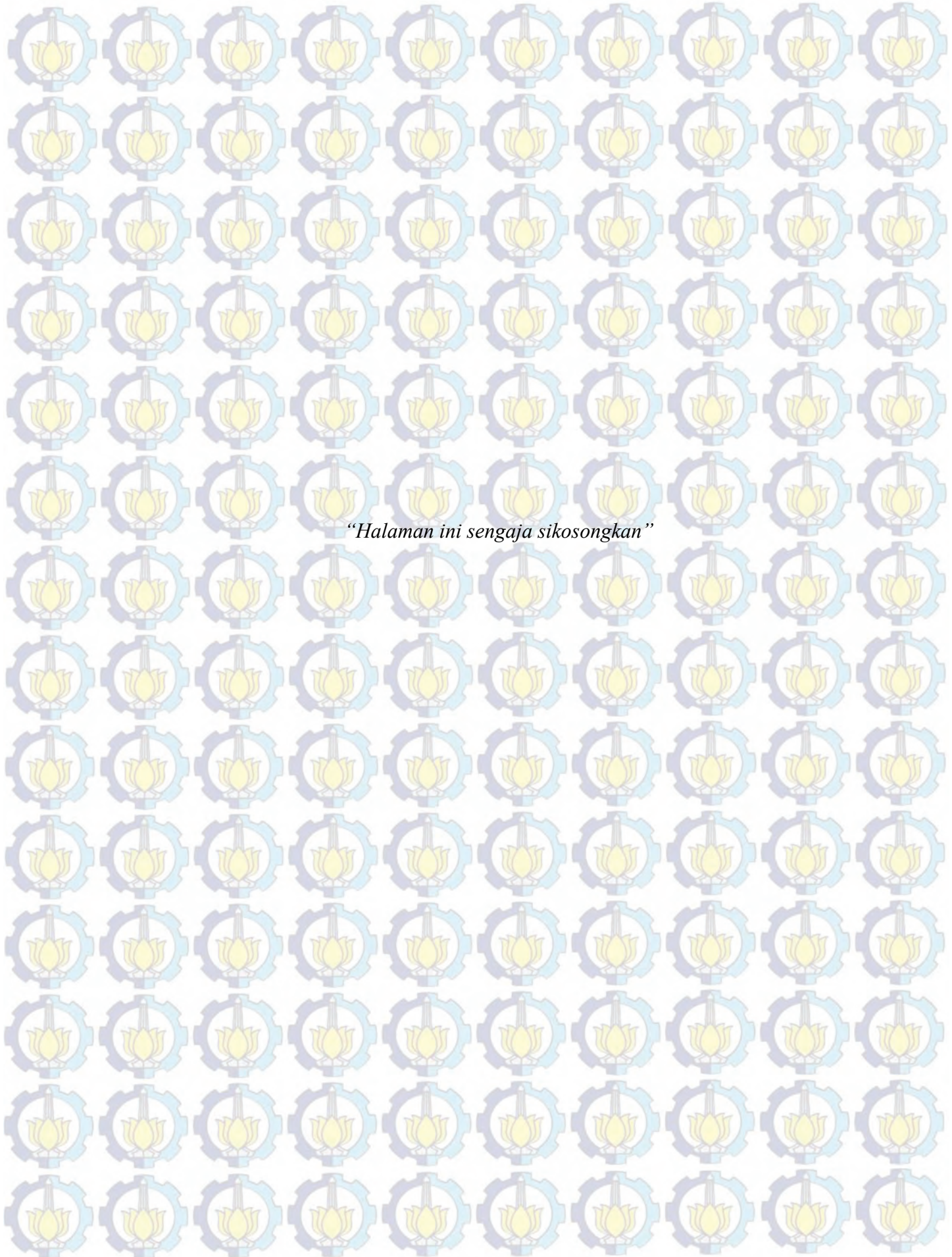


“Halaman ini sengaja sikosongkan”



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Komposisi kimia batu besi hasil pengujian XRF (X-Ray Fluorescence) sebelum dan setelah proses separasi dan leaching	28
Tabel 4.2	Hasil Search Match untuk serbuk LFP	32
Tabel 4.3	Hasil Search Match serbuk LFP/C 10%	33
Tabel 4.4	Hasil Search Match serbuk LFP/C 20%	33
Tabel 4.5	Hasil Search Match serbuk LFP/C 30%	33
Tabel 4.6	Hasil pengujian konduktivitas masing-masing sampel.....	38



“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Hasil Pengujian X-Ray Fluorescence (XRF).....	49
Lampiran 2	Reaksi Pembentukan Lithium Ferro Phosphate.....	52
Lampiran 3	Hasil Pengujian X-Ray Diffractometer (XRD).....	53
Lampiran 4	Hasil Refinement Komposisi Fasa LFP dan LFP/C.....	63
Lampiran 5	Hasil Pengujian Particle Size Analyzer (PSA).....	76
Lampiran 6	Hasil Pengujian Konduktivitas Listrik.....	82
Lampiran 7	Dokumentasi.....	84



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Setiap makhluk hidup termasuk manusia membutuhkan energi untuk hidup. Kita membutuhkan energi lebih terutama untuk menyalakan peralatan elektronik, kendaraan, produksi makanan dan barang-barang, pemanasan dan pendinginan rumah dan lainnya. Sumber energi yang sampai saat ini kita gunakan dari minyak bumi dan batubara berasal dari sumber energi fosil yang tidak dapat diperbarui yang telah diambil secara kontinu setiap tahun. Hal ini dikonsumsi di seluruh dunia sehingga menyebabkan kerusakan lingkungan yang serius seperti meningkatnya konsentrasi gas rumah kaca yang menyebabkan perubahan iklim global. Pemahaman yang lebih baik ditambah dengan penelitian dan terlebih pengembangan jangka panjang sangat diperlukan untuk menciptakan teknologi ramah lingkungan. Guna sebagai sumber energi yang dibutuhkan untuk mengembangkan sistem energi yang berkelanjutan untuk generasi berikutnya. Dengan demikian, energi yang dihasilkan oleh sumber yang terbarukan ini akan lebih efektif efisien di masa depan.

Komposit material merupakan kombinasi dua atau lebih material yang berbeda dengan syarat terjadinya ikatan permukaan antara kedua material tersebut. Komposit tidak hanya digunakan untuk sifat struktural tapi dapat juga dimanfaatkan untuk berbagai sifat yang lainnya seperti listrik, panas, atau material-material yang memperhatikan aspek lingkungan. Salah satu aplikasi dari material komposit adalah pembuatan material katoda yang saat ini berkembang sangat pesat. Sampai saat ini material katoda yang telah disintesis dengan berbagai macam metode diantaranya *hidrotermal*, *solvothermal*, *microwave*, *co-precipitasi*, *sol-gel*, *pyrolysis*, telah berhasil dilakukan sebagai contoh komponen pada baterai lithium yaitu *lithium mangan oxide* (LiMn_2O_4) (Chew, 2008), *lithium cobalt oxide* (LiCoO_2) (Ritchie, 2001) dan *lithium iron phosphate* atau disebut juga *lithium ferro phosphate* (LFP) (Hamid, 2012), (Yutao et al., 2013) dengan menambahkan carbon konduktif, sifat *capacity* material LFP/C meningkat hingga 95 mAh/g, (Hu et al., 2013) pembuatan komposit LiFePO_4/C dalam orde

nanopartikel Fe_2O_3 , dimana semakin kecil ukuran partikel prekursor Fe akan memudahkan tingkat pembentukan material katoda LiFePO_4 dan (Wang et al., 2013) perform FePO_4/C dalam pembuatan komposit LiFePO_4/C , dengan pembentukan prekursor FePO_4/C secara ko-presipitasi, tingkat pembentukan material katoda LiFePO_4 lebih mudah dan menghindari pembentukan impuritas Fe^{3+} .

Dalam penelitian ini, akan dilakukan pembuatan komposit *lithium ferro phosphate/grafite* dengan tujuan untuk meningkatkan mineral besi dari sumber daya alam. Di antara konvensional bahan katoda, material *Lithium Ferro Phosphate* menjadi sangat menarik bagi para peneliti karena keuntungan dari keamanan tinggi, biaya rendah dan ramah lingkungan. Sejauh ini, *Lithium Ferro Phosphate* dipandang kurang memberikan perform kinerja yang bagus dari segi ketahanan pemakaian dikarenakan ion-ion konduktif mudah habis, dilaporkan oleh penelitian sebelumnya (Zhang, dkk, 2012) bahwa kemampuan material katoda LiFePO_4 dalam mekanisme *charge-discharge* masih terlalu rendah dengan nilai konduktivitas 10^{-3} mS/cm. Maka dari itu diperlukan suatu metode untuk mengatasi masalah ini yaitu dengan menerapkan komposit *Lithium Ferro Phosphate* yang dilapisi dengan karbon konduktif. Dengan demikian, akan menghasilkan bahan katoda dengan kinerja tinggi untuk pabrikasi baterai Li-ion.

Sehingga penelitian ini akan dilakukan rekayasa struktur *Lithium Ferro Phosphate/Grafite* melalui mekanisme komposit. Sedangkan metode yang digunakan adalah metode *solid-state*.

1.2 Perumusan Masalah

Perumusan permasalahan dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pembentukan fasa *Lithium Ferro Phosphate* (LFP) dengan prekursor ion Fe dari batuan besi tanah laut melalui proses *solid state* ?
2. Bagaimana pengaruh variasi fraksi berat *grafite* terhadap konduktivitas listrik komposit *Lithium Ferro Phosphate/Grafite* (LFP/C) ?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mengetahui pembentukan fasa *Lithium Ferro Phosphate* (LFP) dengan prekursor ion Fe dari batuan besi Tanah laut melalui proses *solid state*.
2. Mengetahui pengaruh variasi fraksi berat *grafite* terhadap konduktivitas listrik komposit *Lithium Ferro Phosphate/Grafite* (LFP/C).

1.4 Manfaat Penelitian

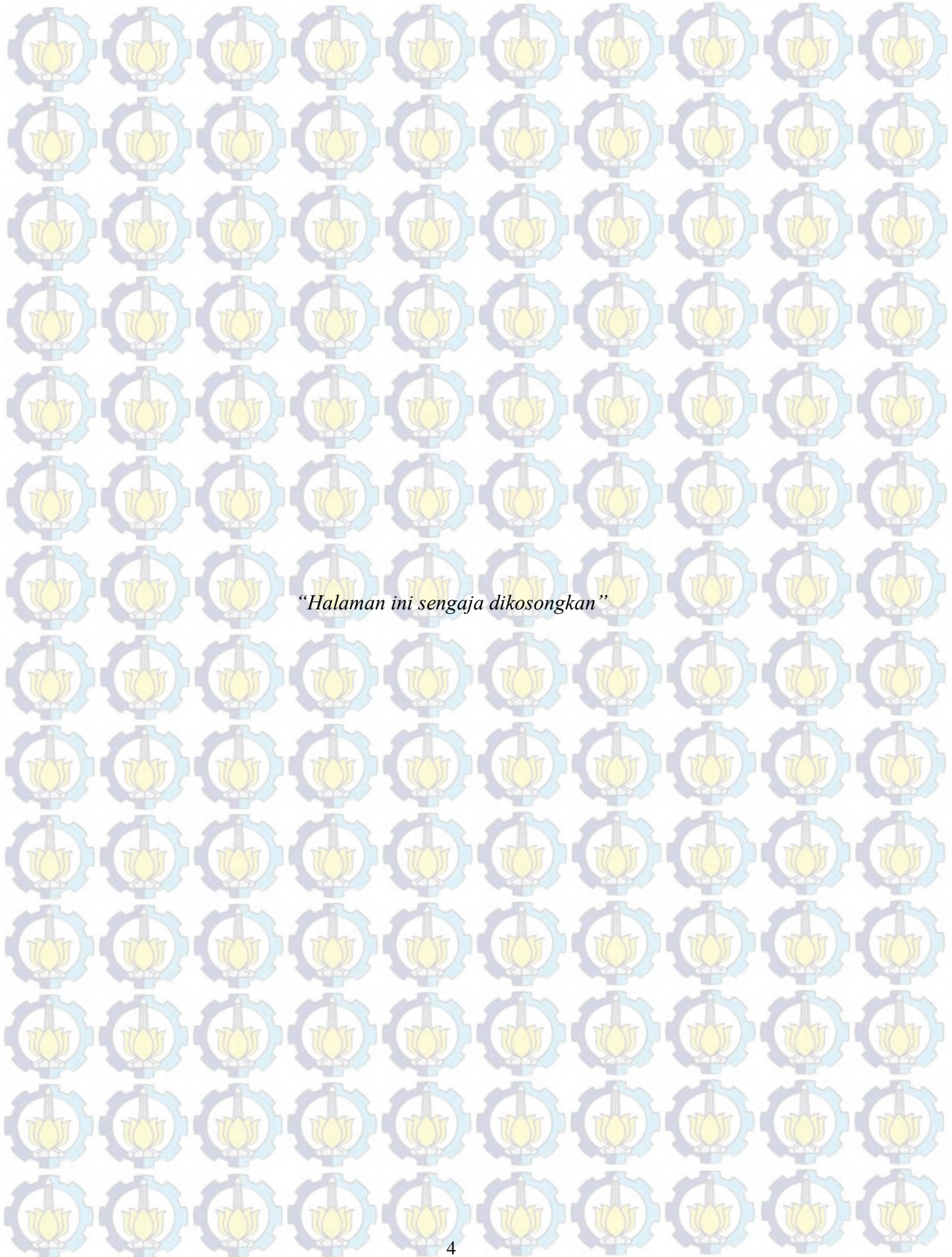
Manfaat dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Memberikan gambaran pemanfaatan sumber daya alam berupa pasir besi yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan untuk aplikasi teknologi tinggi.
2. Menghasilkan jurnal dan paper ilmiah yang dapat memberikan informasi tentang cara mensintesis komposit *Lithium Ferro Phosphate/Grafite* (LFP/C) dengan menggunakan metode *solid state*.

1.5 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bahan dasar yang digunakan berbasis batuan besi tanah laut Kalimantan selatan sebagai sumber Fe_3O_4 .
2. Variasi komposisi Grafite yang digunakan adalah 10%, 20% dan 30%
3. *Lithium Ferro Phosphate/Grafite* (LFP/C) disintesis menggunakan metode *solid-state* dengan waktu penahanan pada proses kalsinasi yaitu 10 jam.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II

KAJIAN PUSTAKA

2.1 Konsep Oksida Besi

Di Indonesia, batuan besi adalah salah satu material tambang yang banyak digunakan dan mudah untuk didapatkan begitu juga pasir besi yang biasanya ditambang di pesisir pantai dan sungai-sungai dibawah gunung berapi. Melimpahnya kandungan besi di Indonesia membuat bahan besi sangat murah, bahkan di Indonesia dikenal sebagai Negara pengekspor pasir besi. Salah satu daerah penghasil mineral besi adalah kabupaten Tanah Laut Kalimantan Selatan. Kekayaan alam tersebut saat ini belum dimanfaatkan secara optimal dan lebih banyak di ekspor dalam bentuk bahan mentah (*raw material*). Adapun kendala dalam memanfaatkan pasir besi ini adalah teknik penambangan yang belum baik, sehingga banyak masyarakat yang melarang aktifitas pertambangan yang akan merusak keseimbangan alam. Dalam pasir besi, oksida logam ini dijumpai dalam dua fase, Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 . Keduanya merupakan bahan magnetik yang menunjukkan sifat kemagnetan ketika berada dalam medan magnet. Fe_2O_3 memiliki interaksi yang lebih lemah di dalam medan magnet dari pada Fe_3O_4 yang memiliki interaksi lebih kuat di dalam medan magnet. Pasir besi ini dapat lebih dimanfaatkan dalam bidang material science dengan nilai ekonomi yang lebih tinggi dan ramah lingkungan.

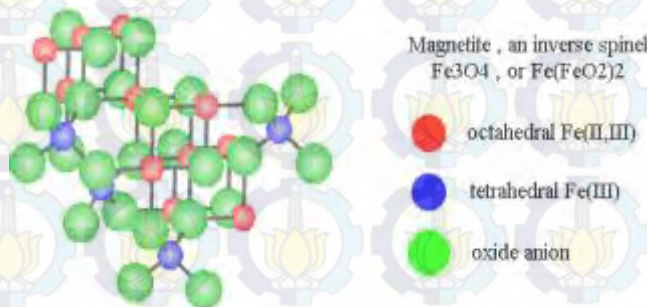
Besi (III) oksida (Fe_2O_3) atau oksida besi juga dikenal sebagai bijih besi (bentuk alfa) atau maghemite (bentuk gamma) dalam bentuk mineral. Sebagai bahan kimia industri ini umumnya disebut *rouge*. Setelah dimurnikan, besi oksida digunakan sebagai lapisan dalam media audio dan komputer. Dalam lingkungan yang kering atau alkali, besi oksida itu dapat menyebabkan pengvasifan dan menghambat karat, namun juga merupakan komponen utama karat.



Gambar 2.1 Struktur Kristal Fe_2O_3 (Sumber: Bakar M.Abu, W.L. Tan)

Fe_2O_3 memiliki sistem struktur kristal Heksagonal dengan parameter kisi $a = 5.0345 \text{ \AA}$ dan $c = 13.749 \text{ \AA}$. Karakteristik fisis lainnya hematit memiliki massa jenis 5.255 gram/cm^3 , tingkat kekerasan (hardness) berkisar antara 5 – 6, berat molekul 159.69 gram/mol , dan terdekomposisi menjadi Fe_2O_3 dan oksigen pada temperatur 1735 K (Bakar M.Abu, W.L. Tan, 2007).

Besi (II, III) oksida (Fe_3O_4) atau besi oksida dikenal sebagai magnetite atau magnet dalam bentuk mineral. Magnetite (Fe_3O_4) dapat ditulis dengan $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ dan membentuk spinel invers berstruktur kubik. Berdasarkan no ICSD 30860 diketahui dan Fe_3O_4 memiliki space group $F d -3 m Z (227)$ dengan panjang kisi $a = b = c$ sebesar $8,396 \text{ \AA}$. Pada sistem ini, semua bagian tetrahedral diisi oleh ion-ion Fe^{3+} , sedangkan separuh bagian oktahedral ditempati oleh ion-ion Fe^{2+} dan separuhnya lagi ditempati oleh ion-ion Fe^{3+} . Secara umum, sejumlah penelitian tentang dan Fe_3O_4 mengkaji aspek sintesis, karakterisasi, maupun peluang aplikasinya. Beberapa tahun terakhir, para peneliti dapat mensintesis partikel nano dan Fe_3O_4 dengan berbagai metode, misalnya metode sol gel, hidrolisis terkontrol, dan kopresipitasi dalam air. Di antara sekian metode sintesis tersebut, metode kopresipitasi merupakan metode yang paling sederhana karena prosedurnya lebih mudah dan dapat dilakukan pada suhu reaksi yang rendah ($< 100^\circ\text{C}$) (Bakar M.Abu, W.L. Tan, 2007).



2.2 Struktur Kristal Fe_3O_4 (Bakar M.Abu, W.L. Tan, 2007)

2.2 Konsep Komposit

Komposit material merupakan kombinasi dua atau lebih material yang berbeda dengan syarat terjadinya ikatan permukaan antara kedua material tersebut. Komposit tidak hanya digunakan untuk sifat structural tapi dapat juga dimanfaatkan untuk berbagai sifat yang lainnya seperti listrik, panas, atau material-material yang memperhatikan aspek lingkungan. Komposit pada umumnya diklasifikasikan menjadi 2 bagian yang berbeda, dimana fasa kontinu disebut matrik dan fasa diskontinu disebut sebagai penguat. Kriteria komposit didasarkan kepada jenis matrik yang digunakan seperti komposit bermatrik material organik yang disebut sebagai (OMCs)(*Organic Matrix Composites*), Komposit bermatrik logam (MMCs), Komposit bermatrik keramik(CMCs).

Berdasarkan jenis bentuk penguatnya, komposit dapat diklasifikasikan menjadi beberapa tipe komposit yaitu partikulat, whisker, serat dan woven. Sifat komposit tergantung pada berapa proses yang mempengaruhinya, diantaranya adalah jenis material komposit yang digunakan, fraksi volume penguat, dimensi penguat, dan beberapa variabel-variabel proses yang lain. Komposit partikulat, supaya dapat meningkatkan kualitas sifatnya biasanya digunakan fraksi volume di atas 10% atau lebih. Penguat yang disebut partikulat jika dimensi mayor dan minornya mendekati sama. Komposit partikulat dengan matrik berbahan metal pada umumnya menggunakan penguat material keramik seperti SiC, Al₂O₃, SiO₂ dan material keramik yang lainnya. Keunggulan dari material MMCs, mempunyai sifat kekakuan yang tinggi, densitas yang rendah, kekerasan yang tinggi dan biaya produksi yang cukup rendah (Zainuri, 2009).

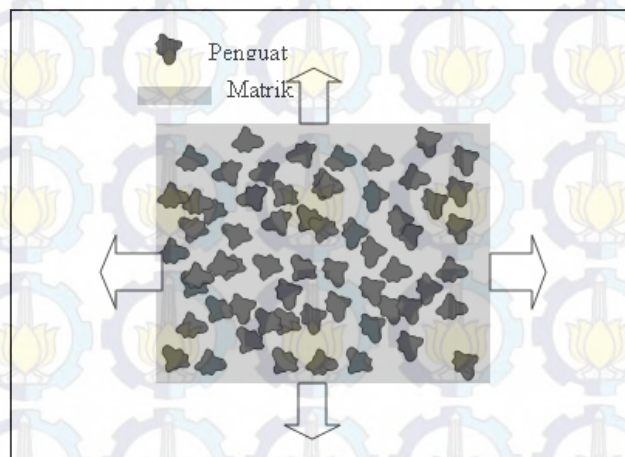
Karakteristik material komposit dengan matrik polimer, logam maupun keramik ditentukan oleh mikrostrukturnya dan interfasial internal, dimana karakteristik sifat material logam pada saat diproduksi dan proses perlakuan panas yang telah dilakukan. Dengan demikian keadaan mikrostruktur dan fase-fase yang terbentuk mempunyai pengaruh yang cukup signifikan dalam perannya sebagai matrik pada komposit. Komposisi kimiawi, ukuran grain atau subgrain, texture, percipitasi, dan cacat kisi merupakan fenomena yang cukup menonjol dalam mempengaruhi sifat mekanik matrik. Penguat pada material komposit secara umum disebut sebagai fase kedua (*second phase*) atau fase diskontinu,

yang dikarakterisasi berdasarkan prosentase fraksi volume, jenis, ukuran, distribusi dan orientasinya. Berbagai variasi tegangan dalam (*internal tension*) yang diakibatkan adanya perbedaan koefisien muai panjang (*thermal expansion*) dari material pembentuk komposit matrik dan penguat merupakan factor tambahan yang dapat berpengaruh terhadap sifat material komposit. Dengan mengetahui karakteristik komponen-komponen material pembentuk komposit, dapat digunakan untuk mengestimasi karakteristik material komposit dengan basis metrik dari bahan metal. Pendekatan-pendekatan kondisi ideal merupakan suatu cara untuk memudahkan menganalisa material komposit, seperti optimalisasi batas interaksi interfisial, distribusi penguat yang dianggap homogen, dan tidak mengabaikan pengaruh terbentuknya komponen-komponen pada matrik seperti struktur fase atau pengendapan (Arifin, 2002).

Komposit isotropik merupakan salah satu struktur penguatan pada komposit yang mempunyai orientasi penguatan kesegala arah sama besarnya. Pada umumnya material komposit ini menggunakan material matrik polimer atau metal yang diperkuat dengan material keramik berbentuk *wishker* atau partikulit. Banyak model yang digunakan untuk memprediksi nilai modulus elastisitas material MMCs, pada dasarnya pendekatan tersebut dengan menganggap ikatan antara matrik dan penguat partikel terjadi secara sempurna. Pengaruh perubahan fraksi volume penguat terhadap modulus elastisitas komposit secara teoritik pada umumnya menggunakan konsep dasar *rule of mixer (ROM)*. Konsep dasar dari ROM adalah menganggap perlakuan tegangan pada material komposit adalah *iso-strain* (pada pembebanan longitudinal) dan *iso-stress* (pada pembebanan transversal) pada matrik dan penguatnya (Zainuri, 2009).

Secara eksperimen nilai modulus elastisitas komposit biasanya lebih rendah dari nilai teoritik yang berdasarkan konsep *iso-strain* dari konsep ROM dan nilainya menjadi lebih tinggi bila menggunakan menggunakan konsep *iso-stress* dari ROM. Modifikasi dari keduanya dilakukan oleh Tsai-Halpin dan Hashin-Shtrikman untuk diaplikasikan pada material MMCs dengan penguat partikulit. Beberapa model penguatan seperti *shear lag model*, *dislocation models*, *forest hardening*, *elastic peg* dan *punching model*. Model sederhana seperti ROM atau *invers rule of mixtures (IROM)*, yang digunakan untuk memprediksi modulus

elastisitas komposit *fibers* dapat diterapkan pada material *particulate reinforcement metal matrix composites (PRMMCs)*. Hal tersebut yang digunakan Halpin-Tsai dalam memprediksi nilai modulus elastisitas komposit PRMMCs dengan rasio volume penguat yang rendah. Pada komposit isotropik partikulit atau short fiber dapat digunakan persamaan Tsai Halpin. Dengan menerapkan faktor geometri atau bentuk partikel penguat yang mengacu pada bentuk geometri dari partikel penguat. Fungsi dari arah pembebanan, geometri dan orientasi penguat dapat menjadi bahan pertimbangan dari faktor geometri. Keterkaitan besar modulus elastisitas isotropik dengan fraksi volume penguat dinyatakan oleh persamaan berikut ini: (Smallman, 2000). Ilustrasi distribusi tegangan pada komposit isotropik partikulit dilustrasikan seperti pada gambar 2.3:



Gambar 2.3 : Komposit isotropik dengan semua arah penguatan tegangan sama (Zainuri, 2009)

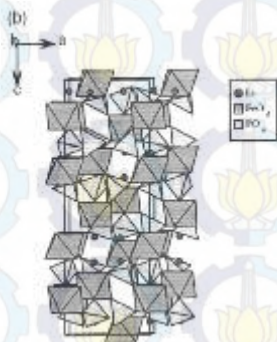
2.3 Konsep *Lithium Iron Phosphate (LFP)*

Lithium iron phosphate merupakan material katoda baru yang digunakan pada baterai ion litium. LFP ini memiliki dua tipe utama yaitu tipe yang berstruktur NASICON yaitu $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ dan tipe yang berstruktur olivine/triphylite yaitu LiFePO_4 . Jika dibandingkan antara $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ dengan LiFePO_4 sebagai material pembentuk katoda menunjukkan bahwa keduanya memenuhi kriteria sebagai material katoda pada baterai ion litium dimana keduanya memiliki *reversibility* yang baik untuk pasangan redoks $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$. Dalam keadaan oksidasi, ion besi pada LiFePO_4 memiliki bilangan oksidasi 2+

sedangkan pada $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ memiliki bilangan oksidasi 3+ (Jugovi, 2009). Kedua senyawa besi ini memiliki keunggulan yaitu biaya fabrikasi rendah, kestabilan termal yang baik, aman, terbentuk dari unsur – unsur yang banyak terdapat di alam, ramah lingkungan, tidak beracun, memberikan densitas energi yang tinggi (Zhang, 2012).

2.3.1 Konsep *Lithium Iron Phosphate* tipe NASICON

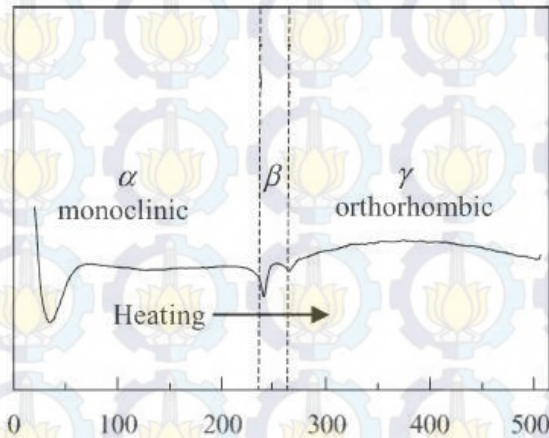
Senyawa – senyawa yang termasuk ke dalam tipe NASICON yaitu $\text{A}_3\text{Fe}_2(\text{XO}_4)_3$ dengan (A = Li, Na dan X = P, As, S). Sehingga $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ sebagai material katoda pada baterai ion litium termasuk ke dalam struktur tipe NASICON (*Na-Super Ionic Conductive*). Dimana untuk struktur tipe NASICON $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ terdiri dari FeO_6 yang berbentuk oktahedra dan PO_4 yang berbentuk tetrahedra dimana setiap FeO_6 oktahedron saling *sharing corner* dengan enam tetrahedra PO_4 dan setiap PO_4 tetrahedron saling *sharing corner* dengan empat FeO_6 oktahedra. Jika ditampilkan dalam bentuk 3 dimensi struktur NASICON pada $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ seperti pada gambar 2.5 di bawah ini :



Gambar 2.4 Struktur kristal NASICON $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ (Andersson, 2000).

$\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ termasuk polimorfi karena memiliki tiga fasa yaitu fasa alfa (α) dengan sistem kristal monoclinic dan *space group* $P2_1/n$ yang terbentuk pada saat temperatur rendah, fasa beta (β) dengan sistem kristal monoclinic dan *space group* $P2_1/n$ yang terbentuk pada saat temperatur sedang dan fasa gamma (γ) memiliki sistem kristal *orthorhombic* dengan *space group* P_{can} terbentuk pada saat temperatur tinggi. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh karami bahwa fasa alfa (α) terjadi pada temperatur rendah sekitar $10^\circ\text{C} - 240^\circ\text{C}$, fasa beta (β)

terjadi pada temperatur sedang sekitar 240°C – 260°C dan fasa gamma (γ) terjadi pada temperatur rendah sekitar 240°C – 500°C. Hal ini ditunjukkan berdasarkan kurva DTA dari hasil sintesis $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ yang telah dilakukan karami dengan menggunakan metode *solid state*.



Gambar 2.5 Kurva DTA $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ dengan menggunakan metode *solid state* (Karami, 2011).

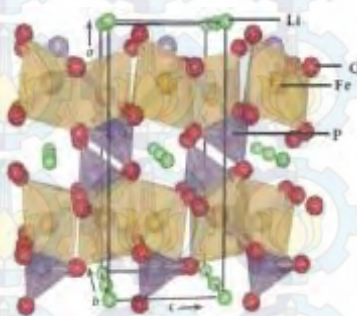
Pada penelitian ini, temperatur kalsinasi yang digunakan dalam rentang 500°C - 700°C sehingga dimungkinkan fasa $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ yang terbentuk adalah fasa gamma (γ). Dalam ilmu *crystallography*, struktur $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ yang berada pada fasa gamma termasuk dalam *space group* Pcan dari sistem kristal *orthorhombic*. Struktur kristal ini memiliki parameter kisi $a = 8,592 \text{ nm}$, $b = 12,129 \text{ nm}$, $c = 8,637 \text{ nm}$, volume unit sel (V) = $900,1 \text{ nm}^3$ dan $Z = 4$. Secara teoritis $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ memiliki kapasitas muatan 128,2 mAh/g, konduktivitas sebesar 10^{-6} S/cm dan *voltage open – circuit* sebesar 2,8 V.

2.3.2 Konsep *Lithium Iron Phosphate* tipe Olivine

LiFePO_4 memiliki struktur berbentuk tipe olivine atau disebut juga dengan triphylite. Struktur olivine terdiri dari FeO_6 yang berbentuk octahedra dan PO_4 yang berbentuk tetrahedra. Lithium berada pada kisi kosong dekat dengan FeO_6 . FeO_6 dan PO_4 saling menempel dan membentuk zig zag skeleton. Pada kedua bentuk ini terjadi *sharing* oksigen. PO_4 melakukan *edge-sharing* dengan 1 FeO_6

dan 2 LiO_6 (Padhi, 2012). Jika ditampilkan dalam bentuk 3 dimensi struktur Olivine pada LiFePO_4 seperti pada gambar 2.6.

Dalam ilmu *crystallography*, struktur jenis olivine ini termasuk dalam space group Pmna dari sistem kristal *orthorhombic*. Secara teoritis LiFePO_4 memiliki kapasitas muatan 170 mAh/g, konduktivitas sebesar 10^{-9} S/cm dan *voltage open – circuit* sebesar 3,45 V. Struktur kristal ini memiliki parameter kisi $a = 10,332$ nm, $b = 6,010$ nm, $c = 4,692$ nm, volume unit sel (V) = $291,4$ nm³ dan $Z = 4$.



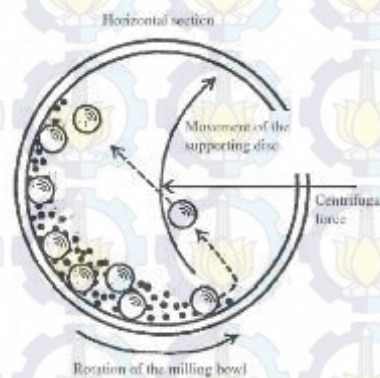
Gambar 2.6 Struktur kristal olivine LiFePO_4 (Tang, 2010).

2.4 Konsep *Solid-state reaction*

Metode *solid-state reaction* merupakan pencampuran bahan-bahan dasar dalam keadaan padat (serbuk) tanpa menggunakan pelarut. Reaksi ini memungkinkan reaktan dapat mengalami reaksi kimia tanpa pelarut. Reaksi *solid-state* lebih ekonomis, mudah dilakukan dan ramah lingkungan karena tidak menggunakan pelarut sehingga tidak menimbulkan limbah sisa pelarutan. Namun dalam sintesis dengan menggunakan metode solid state akan memperoleh struktur khusus dimana reaksi terjadi dalam fasa padat yang membutuhkan temperatur kalsinasi yang tinggi, energi yang tinggi, waktu proses pemanasan yang panjang dan dalam lingkungan atmosfer tertentu. Hal ini bertujuan agar bahan dasar atau bahan baku seluruhnya bereaksi menjadi material Lithium ferro phosphate tanpa adanya pengotor (Toprakci, 2010).

Reaksi solid state ini digunakan untuk material – material khusus misalnya keramik. *Lithium iron phosphate* (LFP) merupakan salah satu bahan keramik dan bahan - bahan yang biasanya digunakan untuk membentuk prekursor *lithium iron*

phosphate (LFP) yaitu Li_2CO_3 atau $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ sebagai sumber ion Li, material Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , $\text{FeC}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ atau $\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_2$ sebagai sumber ion Fe and $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ atau $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebagai sumber ion *phosphate*. Dengan menggunakan metode *solid state reaction*, bahan dasar pembentuk digerus menjadi satu dalam waktu yang relatif panjang dengan menggunakan mortar atau melalui *ball milling*. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan pencampuran secara homogen serta mendapatkan serbuk dengan ukuran sekecil mungkin. Pada penelitian ini digunakan *solid state reaction* dengan menggunakan *ball milling*. Berikut ilustrasi pada saat proses *milling* dengan menggunakan *ball milling* ditunjukkan pada gambar 2.7.



Gambar 2.7 Ilustrasi pergerakan bola dan serbuk dalam ball mill (Basu, 2011).

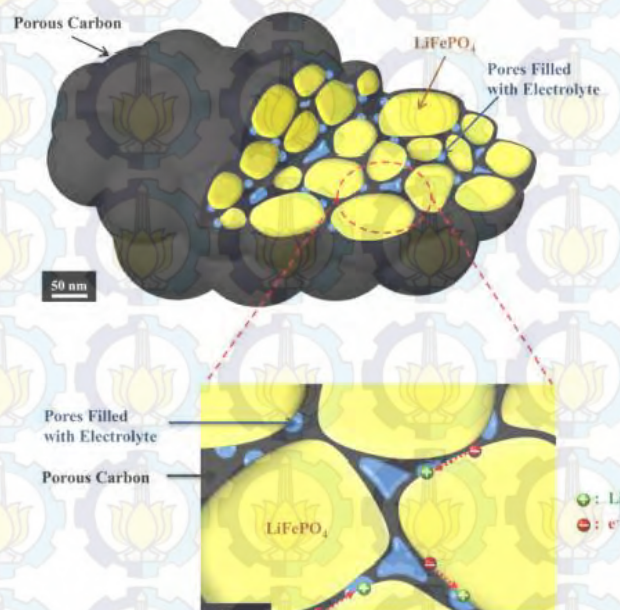
Berdasarkan gambar 2.7 bola yang digunakan pada *milling* bertujuan untuk memberikan beban berulang, pemberian beban secara berulang tersebut akan menyebabkan material mengalami deformasi plastis sehingga ukuran material tereduksi. Biasanya bola – bola yang digunakan pada saat proses *milling* yaitu bola – bola zirkonia yang memiliki densitas tinggi yaitu $5,7 \text{ gr/cm}^3$. Proses *ball milling* terbagi menjadi dua yaitu dengan cara *dry milling* dan *wet milling*. *Dry miling* berarti pada saat proses pencampuran antar serbuk tidak digunakan pelarut apapun, sedangkan *wet milling* menggunakan medium pelarut biasanya berupa alkohol, aceton, butanol dan lain – lain bergantung pada bahan dasar yang digunakan.

Proses *milling* dipengaruhi oleh *ball to powder ratio* (BPR), jenis bola yang digunakan dimana bola harus lebih keras dari pada material yang mengalami *milling*, jenis media cair yang digunakan pada *wet milling*, jenis media pada *dry*

milling, dan kecepatan *milling*. *Milling* dilakukan menggunakan alat *ball milling* dengan kecepatan tertentu. Agar *milling* terjadi secara efektif digunakan kecepatan kritis dimana kecepatan tersebut disesuaikan dengan diameter *bowl*. Jika kecepatan *ball milling* lebih kecil dari kecepatan kritis, beban bola yang menyebabkan *milling* tidak akan maksimal. Kecepatan yang lebih besar dari kecepatan kritis menyebabkan bola berputar sesuai gaya sentrifugal. Sehingga hanya kecepatan kritis yang menyebabkan terjadinya gesekan dan tumbukan. *Ball to powder ratio* (BPR) yang ideal digunakan agar terjadi *milling* yang efektif adalah 4:1 (Basu, 2011).

2.5 Konsep Komposit *Lithium Ferro Phosphate/Grafite*

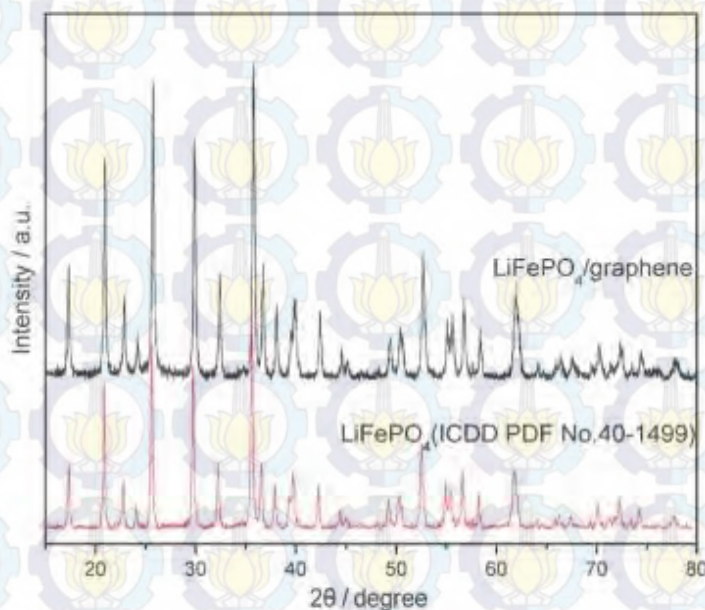
Sebagai contoh mekanisme komposit diterapkan pada material Lithium Ferro Phosphate/Carbon (LiFePO_4/C), dimana pada material ini yang sebagai matriks adalah Carbon dan filler adalah partikel LiFePO_4 . Terlihat pada gambar dibawah yaitu mekanisme komposit dari Lithium ferro phosphate/Carbon.



Gambar 2.8 Mekanisme *Komposit Lithium Ferro Phosphate/C*
(yan wang et al, 2011)

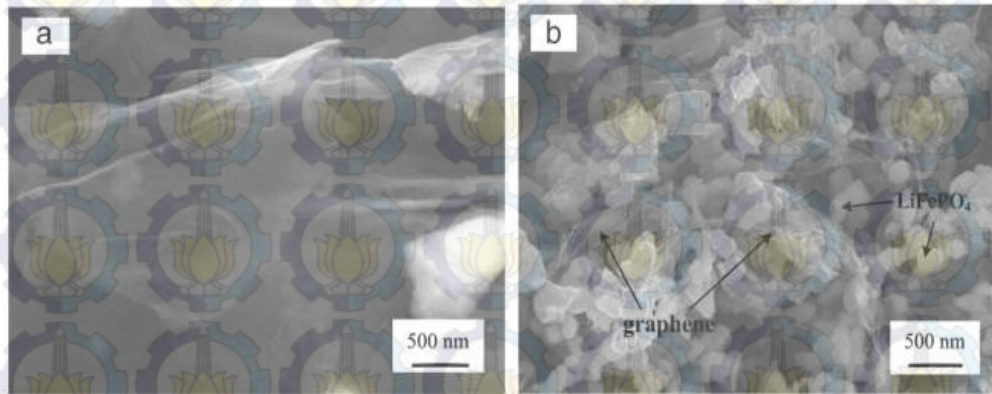
Menurut penelitian yang dilakukan yan wang et al (2011), menyatakan bahwa sintesis komposit LFP/C dilakukan dengan metode solid state, dimana

menggunakan bahan prekursor Li_2CO_3 (AR, kelong chemical plant), $\text{FeCl}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (AR, Kermel Reagent Corporation) and $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (AR, Guangfu Chemical Reagent Institute) dengan media alcohol dan dimilling selama 3 jam. Struktur Kristal dikarakterisasi oleh X-ray diffraction (XRD) dengan tipe DX-2700 diffractometer menggunakan $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda=1,54178 \text{ \AA}$) pada rentang $15^\circ - 80^\circ$ derajat dengan step scanning adalah $0,02^\circ/\text{s}$. Sedangkan ukuran dan bentuk morfologi sampel ditunjukkan oleh scanning electron microscopy (SEM) dengan energy 20 kv. Hasil karakterisasi dari X-ray diffraction komposit LiFePO_4/C dicocokkan dengan database (ICDD PDF No. 40-1499). Dimana semua puncak difraksi membentuk struktur orthorhombic dengan space group of $P n m$ a sedangkan parameter kisinya adalah $a = 6,0073 \text{ \AA}$, $b = 10,3252 \text{ \AA}$ and $c = 4,7124 \text{ \AA}$, dengan volume per unit $v = 292,294 \text{ \AA}^3$. Terlihat hasil karakterisasi X-ray diffraction (XRD) seperti gambar dibawah:



Gambar 2.9 Pola x-ray diffraction komposit LiFePO_4/C (yan wang et al, 2011)

Sedangkan hasil identifikasi bentuk morfologi graphene dan komposit $\text{LiFePO}_4/\text{graphene}$ ditunjukkan pada gambar 2(a) bahwa morfologi khas lapisan graphene diaglomerasi (b) morfologi komposit $\text{LiFePO}_4/\text{graphene}$ dan ukuran partikel rata-rata adalah sekitar 200 nm.



Ga

mbar 2.10 Morfologi SEM (a) Grafite, (b) komposit LiFePO₄/C
(yan wang et al, 2011)

Hasil SEM menunjukkan bahwa nanopartikel LiFePO₄ ditutupi dengan lembaran graphene, yang dapat membentuk 3D melakukan jaringan yang efektif untuk meningkatkan konduktivitas elektronik pada permukaan komposit dan memastikan koneksi listrik yang baik antar kristal LiFePO₄. Di beberapa sebaran partikel LiFePO₄ tersusun teratur pada lapisan graphene dalam komposit. Komposit LiFePO₄/Graphene menghasilkan *discharge capacity* sekitar 161 mAh/g sehingga komposit ini sangat potensial untuk digunakan sebagai material katoda dari Baterai Li-Ion *electric vehicles (EV)* dan *hybrid – electric vehicles (HEV)*.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: *Magnetic Stirrer (Hot Plate)*, *Ultrasonic Cleaned*, Magnet Permanen, Gelas erlenmeyer 1000 mL, gelas kimia 500 ml, dan 100 ml (*pyrex*), Corong butchner, spatula kaca, dan pipet, Cawan keramik, Pengaduk magnet (*stirring magnetic*), *Furnace* tipe RHF 1400, *Ball mill*, Kertas saring whattman 42, Timbangan digital (*digital balance*), Kertas pH (*universal indicator*), Termometer.

Sedangkan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Fe_3O_4 berbasis batuan besi dari daerah Tanah Laut Kalimantan Selatan, Asam klorida (HCl) 37 % (PA), Ammonium Hidroksida (NH_4OH) 98% (PA), Li_2CO_3 (PA), $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (PA), Alkohol 96 %, Grafite (PA), PEG 4000 dan Aquades.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Ekstraksi Batuan Besi menjadi Prekursor Fe_3O_4

Langkah-langkah yang dilakukan dalam ekstraksi Prekursor Fe_3O_4 adalah sebagai berikut:

1. Batuan besi dari tanah laut Kalimantan ditumbuk (*crushed*) hingga menjadi serbuk.
2. Kemudian di sieving dengan ukuran 170 mesh.
3. Kemudian dilakukan pengujian dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF)
4. Selanjutnya serbuk besi dicuci dengan alkohol pada set peralatan *Ultrasonic Cleaned* dengan step 25 menit selama 10 kali penyucian sampai pengotor-pengotor hilang dari permukaan partikel Fe_3O_4 .
5. Selanjutnya prekursor Fe_3O_4 dikarakterisasi dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan *X-Ray Fluorescence* (XRF).

3.2.2 Sintesis Lithium Ferro Phosphate/Grafit

1. Dilakukan pencampuran antara serbuk Fe_3O_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, Li_2CO_3 dan Grafit pada set peralatan planetary ball mill (Puluerisette 5) Berdasarkan perbandingan stoikiometrinya.
2. Selanjutnya dilakukan proses milling dengan menggunakan zirkonia ball milling. Perbandingan massa serbuk dengan bola zirkonia adalah 1:5. Milling dilakukan secara wet milling dengan alkohol sebagai media pencampurnya dengan kecepatan 300 rpm selama 5 jam.
3. Sebelumnya, dilakukan reduksi ukuran grafit (mengingat ukurannya < 50 μm).
4. Setelah itu dikarakterisasi DSC-TGA untuk menentukan temperatur kalsinasi.
5. Dilakukan proses kalsinasi prekursor LFP/Grafit pada temperatur 700°C selama 10 jam.
6. Dilakukan cara yang sama step 1-5 dengan mencampurkan prekursor LFP dengan variasi berat grafit (10%, 20% dan 30 %).
7. Selanjutnya komposit LFP/Grafit dikarakterisasi dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD), Particle Size Analyzer (PSA), Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Zeta Analyzer.
8. Untuk pengujian konduktivitas, sampel LFP/Grafit (10, 20 dan 30 %) di buat pellet dengan binder PEG 4000 10%.

3.3 Karakterisasi Bahan Uji

3.3.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

Pengujian menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) digunakan untuk mengetahui komposisi elemen besi sebagai bahan dasar sampel berbasis material alam. Perangkat XRF yang digunakan merupakan perangkat XRF yang berada di Laboratorium Sentral MIPA Universitas Negeri Malang, seperti ditunjukkan pada Gambar 3.1



Gambar 3.1 Seperangkat peralatan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

3.3.2 *X-Ray Diffractometer* (XRD)

Identifikasi fasa sampel hasil sintesis dilakukan dengan melakukan pengujian difraksi sinar-x Tipe *Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer)* di Laboratorium Difraksi Sinar-X LPPM ITS Surabaya, seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2. Pengujian dengan XRD pada penelitian ini dilakukan untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk dari hasil sintesis (analisa kualitatif) dan untuk mengetahui komposisi fasa yang terbentuk dengan menggunakan *software High Score Plus* (HSP) (analisa kuantitatif). Pengukuran ini akan dilakukan pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA dengan menggunakan target Cu ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$), pengukuran dilakukan pada *scanning step* $0,02^\circ$ dan sudut 2θ antara 15° hingga 65° .



Gambar 3.2 Seperangkat peralatan XRD *Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer)*

3.3.3 Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan EDX

Scanning Electron Microscope (SEM) digunakan untuk mengetahui struktur mikro dari sample/specimen uji. Pengujian SEM dilakukan di Laboratorium COE (*Center of Energy*) LPPM ITS Surabaya. Seperangkat peralatan SEM ditunjukkan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Seperangkat peralatan SEM di laboratorium COE (*Center of Energy*) LPPM ITS Surabaya.

3.3.4 Uji *Particle Size Analyzer* (PSA)

Karakterisasi menggunakan PSA digunakan untuk menentukan ukuran rata-rata partikel *lithium iron phosphate* (LFP). PSA (*Particle Size Analyzer*) menggunakan metode *Dinamyc Light Scattering* (DLS) yang memanfaatkan hamburan inframerah. Hamburan inframerah ditembakkan oleh alat terhadap sampel sehingga sampel akan bereaksi menghasilkan gerak Brown (gerak acak dari partikel yang sangat kecil dalam cairan akibat dari benturan dengan molekul-molekul yang ada dalam zat cair). Gerak inilah yang kemudian di analisis oleh alat, semakin kecil ukuran molekul maka akan semakin cepat gerakannya (Malvern Instrumen Limited, 2012).

Pengujian PSA dilakukan dengan menggunakan metode basah dimana metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang

terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.

Keunggulan penggunaan *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel:

1. Lebih akurat. Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA lebih akurat jika dibandingkan dengan pengukuran partikel dengan alat lain seperti SEM. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*.
2. Hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga dapat menggambarkan keseluruhan kondisi sample.
3. Rentang pengukuran dari 0,6 nanometer hingga 7 mikrometer.

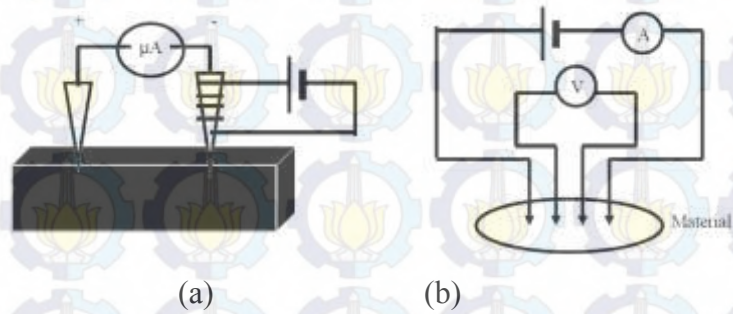


Gambar 3.3 Peralatan pengujian PSA (*Particle Size Analyzer*)
Di laboratorium Fisika, ITS Surabaya.

3.3.5 Uji Konduktivitas Listrik

Metode pengukuran konduktivitas listrik ini ada bermacam-macam cara, diantaranya metode *two point probe* dan *four point probe*. Pada kedua pengukuran tersebut, pengukuran konduktivitas listrik merupakan hasil besaran fisis yang hasilnya tidak bergantung dimensi, tidak memerlukan kontak permanen, mudah dan cepat. Pengujian konduktivitas listrik dilakukan di Batan, Jakarta. Teknik

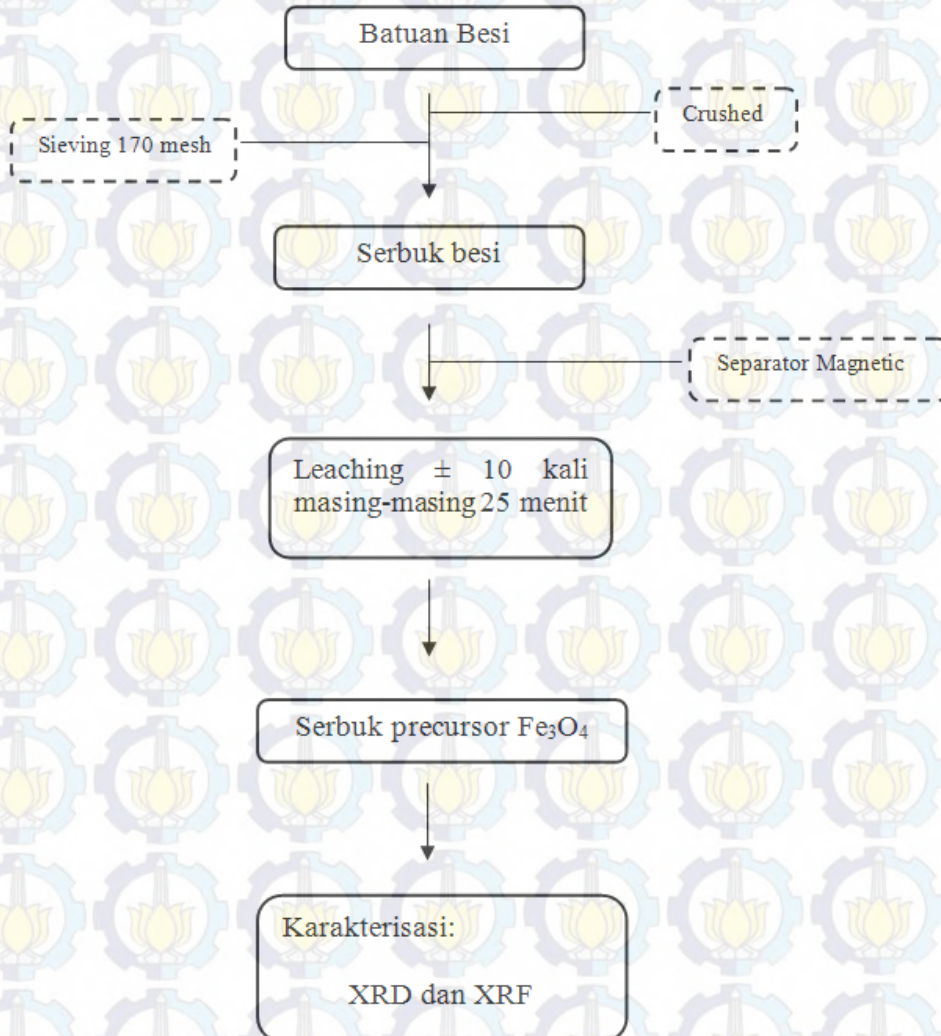
pengukuran nilai konduktivitas listrik dilakukan dengan menggunakan *two point probe* dengan sampel dalam bentuk pelet, seperti ditunjukkan pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Skema rangkaian pengukuran konduktivitas listrik dengan (a) *two point probe* dan (b) *four point probe*

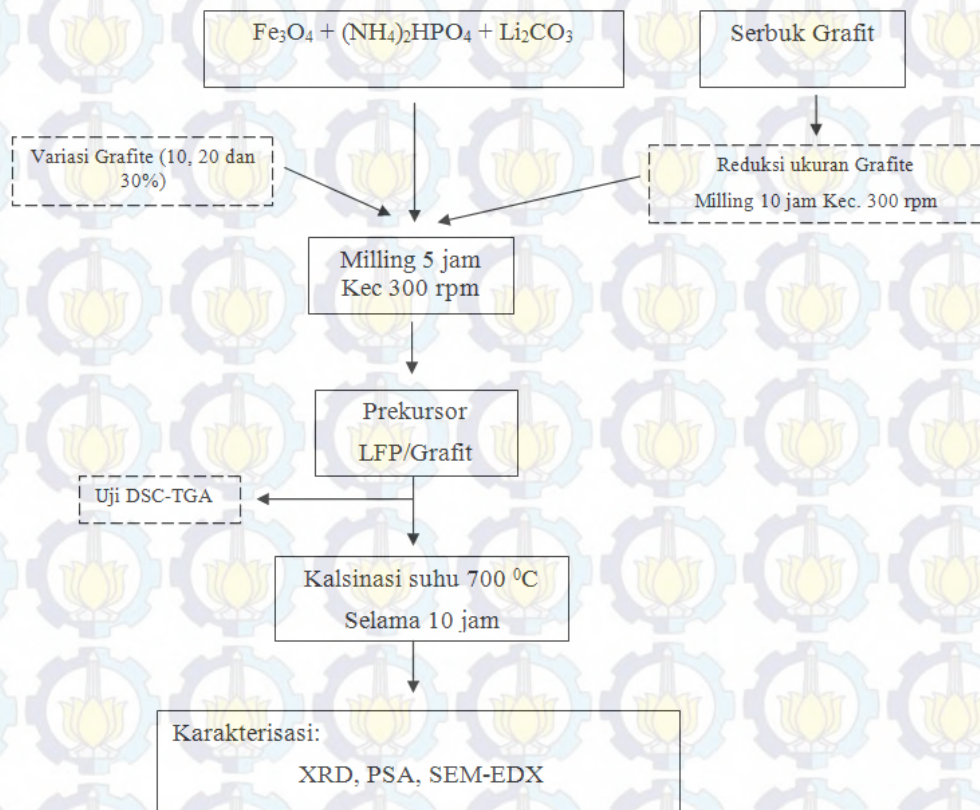
3.4 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Ekstraksi Batuan Besi menjadi precursor Fe_3O_4

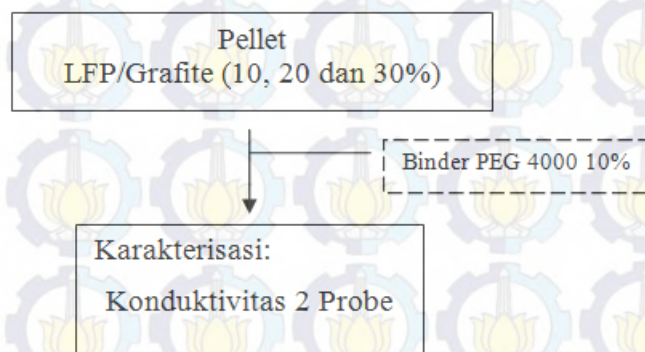


Gambar 3.6 Diagram alir Ekstraksi Batuan Besi menjadi precursor Fe_3O_4

3.4.2 Sintesis Lithium Ferro Phosphate/Grafit



NB : untuk karakterisasi konduktivitas, dilakukan treatment sebagai berikut.



Gambar 3.7 Diagram alir sintesis lithium ferro phosphate/grafit



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Analisa sintesis batu besi menjadi prekursor Fe_3O_4

Pada penelitian ini digunakan material berupa batuan besi dari Kabupaten Tanah Laut-Kalimantan Selatan. Batuan besi direduksi dengan sistem mekanik menggunakan mortar untuk dijadikan serbuk dengan ukuran sekitar 170 mesh. Kemudian dilakukan *separasi* menggunakan magnet permanen untuk memisahkan material magnet dan non magnet serta proses *leaching* menggunakan set peralatan *Ultrasonic Cleaned* untuk membersihkan partikel besi dari mineral-mineral organik yang menempel pada permukaan serbuk besi, ditunjukkan pada gambar 4.1 yang merupakan foto dari serbuk besi dimana gambar a serbuk besi dari tanah laut dan gambar b merupakan serbuk besi setelah melalui proses *separasi* dan *leaching*.



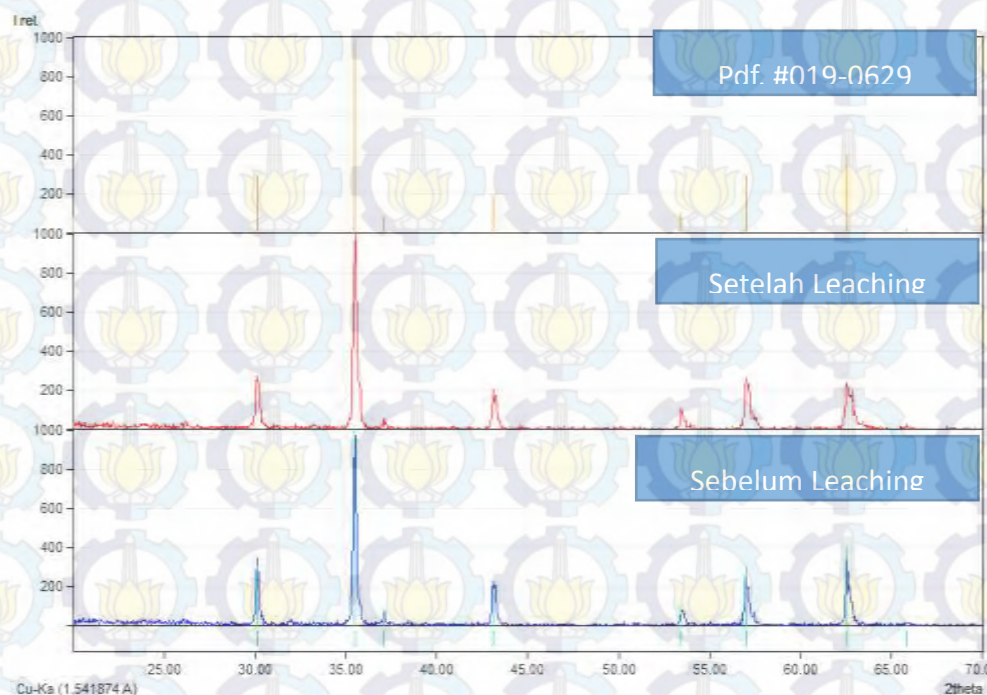
Gambar 4.1 Serbuk besi tanah laut sebelum, setelah *separasi* dan *Leaching*.

Dilakukan pengujian dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) hal ini bertujuan untuk mengetahui tingkat kemurnian dari serbuk besi tersebut sehingga diketahui tingkat impuritas yang terdapat dalam sampel. Terlihat serbuk besi setelah proses *separasi* dan *leaching* berwarna hitam pekat, berdasarkan pengamatan langsung diduga impuritas yang menempel pada permukaan serbuk besi mulai hilang, sehingga tingkat kemurnian unsur besi meningkat hingga 98,51 % dibandingkan sebelum pemurnian. Untuk membandingkan hasil identifikasi komposisi unsur setelah proses *separasi* dan *leaching* yang dilakukan bisa dilihat hasilnya pada tabel 4.1.

Table 4.1. Komposisi kimia batu besi hasil pengujian XRF (*X-Ray Fluorescence*) sebelum dan setelah proses *separasi* dan *leaching*

Perlakuan	Fe	Si	Ni	Cu	Mn	Ca	Cr
Sebelum (%)	92,16	2,2	0,59	0,33	0,19	0,16	0,090
Setelah (%)	98,51	0,3	-	0,15	0,19	0,14	0,083

Hasil pengujian dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF) digunakan sebagai informasi awal untuk karakterisasi *X-Ray Diffractometer* (XRD). Pengujian XRD pada rentang *theta* 20-70° dibantu dengan *Software* analisis *Search Match* digunakan untuk identifikasi fasa, dimana fasa yang terkandung dalam serbuk besi dari tanah laut kalimantan selatan adalah *single phase* Fe_3O_4 dengan kode data pdf (#019-0629). Dilaporkan sebelumnya oleh (Sukma, 2014) bahwa serbuk besi alam ini mengandung mineral utama Fe_3O_4 , Fe_2O_3 dan SiO_2 . Gambar 4.2 menunjukkan hasil identifikasi fasa dengan software *Search Match* dari sampel serbuk sesudah *separasi* dan *leaching*.



Gambar 4.2 Hasil *Search Match* serbuk Fe_3O_4 sebelum setelah *separasi* dan *Leaching*

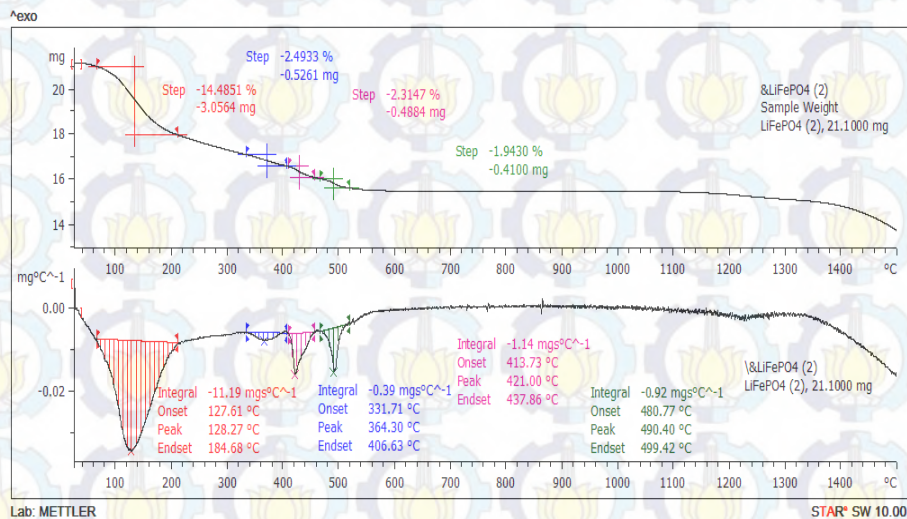
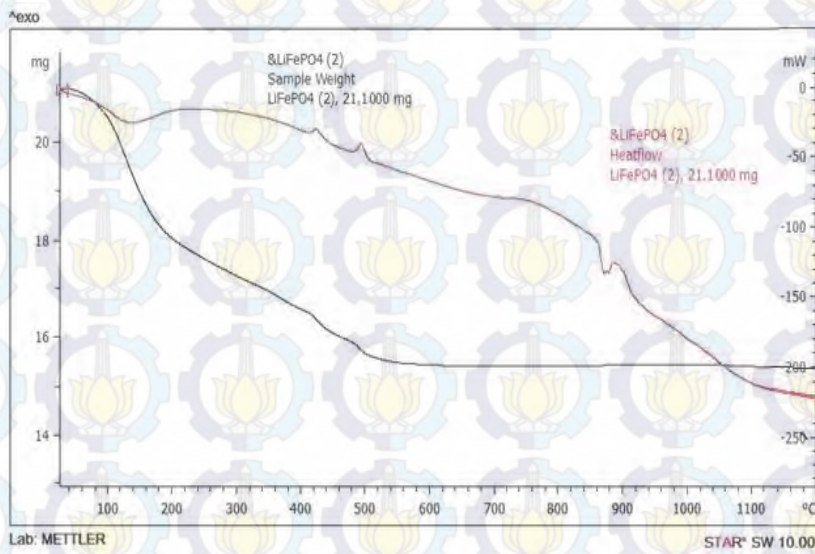
Berdasarkan gambar 4.2 diperoleh puncak-puncak yang *match* dengan *database* (#019-0629) yang menunjukkan bahwa sampel membentuk fasa tunggal Fe_3O_4 (*magnetite*), dengan *space group cubic* ($F d 3 m$), parameter kisi-kisinya adalah $a = b = c = 8,39600 \text{ \AA}$, $z = 8$ dan volume unit $v = 591,859985 \text{ \AA}^3$. Sehingga dalam proses sintesis prekursor Fe_3O_4 telah berhasil dibuat dan siap untuk digunakan sebagai sumber ion Fe dalam pembuatan komposit *Lithium Ferro Phosphate/Grafite* (LFP/C).

4.2 Analisa Sintesis *Lithium Ferro Phosphate/Grafite* (LFP/C)

Selanjutnya dilakukan proses sintesis material (LFP/C) dengan menggunakan metode *solid state*. Identifikasi kandungan Fe_3O_4 pada serbuk batu Tanah Laut Kalimantan selanjutnya dijadikan sumber ion Fe pada pembuatan material komposit katoda baterai ion lithium. Sampel yang telah disiapkan kemudian diberi variasi fraksi berat grafit. Variasi fraksi berat grafit didasarkan pada studi referensi dan percobaan yang dilakukan sebelum pengambilan data. Rentang variasi fraksi berat grafit diambil 10%, 20% dan 30% dari komposisi total LFP/C. Selanjutnya sampel yang telah dikalsinasi, diuji dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD).

4.2.1 Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap prekursor (LFP/C)

Setelah prekursor LFP/C kering, kemudian dilakukan pengujian *Differential Scanning Calorimetry-Thermogravimetric analysis* (DSC-TGA) untuk mengetahui temperatur kalsinasi prekursor LFP yang bertransformasi fasa. Temperatur yang digunakan pada saat pengujian DSC-TGA pada rentang $26,7^\circ\text{C}$ hingga 1200°C dengan laju pemanasan $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ dan massa awal sampel adalah 21,100 mg. Grafik DSC-TGA ditunjukkan pada Gambar 4.3 dengan grafik berwarna merah merupakan grafik *Differential Scanning Calorimetry* (DSC), dan grafik berwarna hitam merupakan grafik *Thermogravimetric Analysis* (TGA). Hasil pengujian DSC-TGA dapat diamati pada gambar 4.3 sebagai berikut :



Gambar 4.3 Hasil uji DSC-TGA prekursor LFP

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa material prekursor LFP melalui proses kalsinasi ini akan menghilangkan senyawa-senyawa impuritas yang tidak diinginkan sehingga mampu bertransformasi sempurna membentuk LFP yang homogen. Identifikasi fasa-fasa yang terbentuk merupakan fasa *polycrystal* atau banyak struktur kristalnya. Transformasi fasa diindikasikan dengan terjadinya reaksi endotermik dan reaksi eksotermik, dimana reaksi eksotermik menjelaskan bahwa sampel mengalami proses kristalisasi sedangkan reaksi endotermik menggambarkan adanya proses penguraian atau pelelehan suatu senyawa (Dwi Pangga, 2011). Pada kurva DSC memberikan informasi tentang *heat flow* yakni

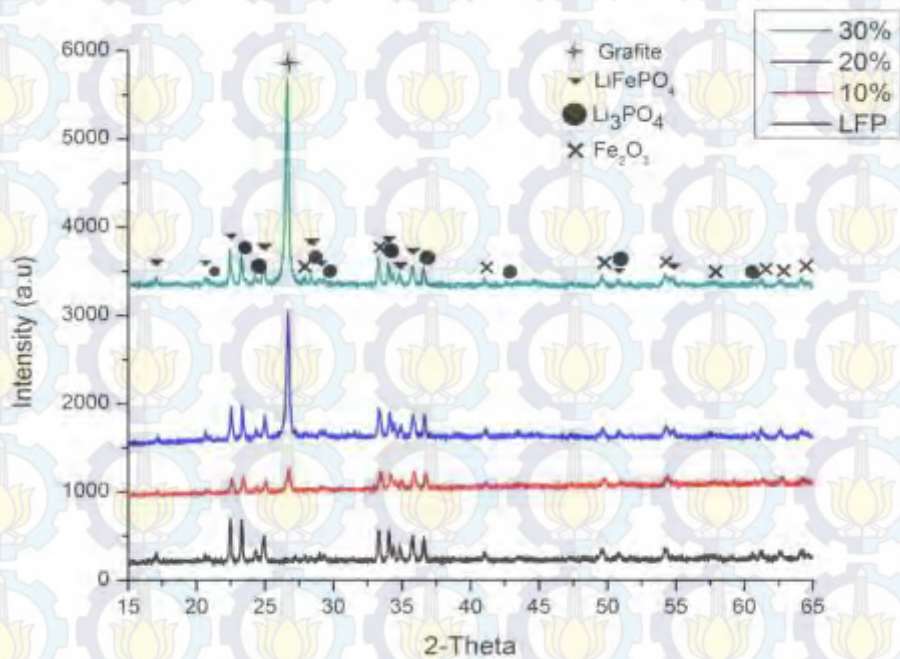
adanya reaksi endotermik dan reaksi eksotermik. Sedangkan kurva TGA menjelaskan tentang pengurangan massa selama proses *heat treatment*.

Kurva TGA menunjukkan terjadi *mass losses* sebesar 3,054 mg diikuti dengan reaksi endotermik pada temperatur 127,61°C-184,68°C. Pada rentang temperatur ini diindikasikan terjadi penguapan air. Selanjutnya pengurangan massa terjadi kembali pada temperatur 331,71°C-406,63°C sebesar 0,5261 mg terindikasi terjadi penguapan ion NH_4 dan ion hidroksil, telah dijelaskan pada penelitian terdahulu oleh (Julien dkk, 2012) bahwa pada temperatur 85°C-300°C mulai terbentuk fasa LiFePO_4 dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan diikuti hilangnya senyawa-senyawa impuritas seperti gugus hidroksil dan klorida serta semua komponen organik lainnya. Namun pada rentang temperatur tersebut, fasa LiFePO_4 dan hematite memiliki tingkat kekristalannya masih rendah. Kemudian pada temperatur 413,73°C-437,86°C terjadi pengurangan massa sebesar 0,4884 mg disertai dengan pembentukan fasa *amorf* dari prekursor LFP. serta pada temperatur 480,77°C-499,42°C sebesar 0,4100 mg mulai terbentuk fasa LFP.

Kurva DSC menunjukkan gejala reaksi eksotermik pada temperatur di atas 500°C seperti yang terlihat pada gambar 4.3 bahwa pada temperatur di atas 500°C fasa LFP mulai mengalami kristalisasi namun jumlahnya kecil dan masih didominasi fasa amorf. Fasa kristalisasi sempurna akan terjadi dengan meningkatkan temperatur kalsinasi yakni sekitar 700°C (Houbin Liu dkk., 2014). Sehingga pada penelitian ini digunakan temperatur kalsinasi dari material LiFePO_4 adalah 700°C selama 10 jam dalam lingkungan natural.

4.2.2 Terbentuknya fasa-fasa LFP dan LFP/C

Karakterisasi fasa-fasa Prekursor LFP akibat pengaruh temperatur kalsinasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa hasil *search match* untuk prekursor LFP dan LFP/C dapat dilihat pada lampiran 4, menunjukkan identifikasi fasa dan tingkat kecocokan model yang telah dibuat dengan data hasil pengujian sampel LFP dan LFP/C. Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan penambahan serbuk grafit masing-masing 10%, 20% dan 30% pada pembuatan komposit LiFePO_4/C disajikan sebagai berikut:



Gambar 4.4 *Search Match* LFP dan LFP/C dengan penambahan grafit 10%, 20% dan 30%

Hasil *search match* untuk sampel LFP menunjukkan bahwa sampel yang telah dibuat terdiri dari *multi phase* yaitu terdapat fasa LiFePO_4 (*Triphylite*) dengan kode database #040-1499, Li_3PO_4 (*Lithiosphate*) dengan kode database #015-0760 dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (*Hematite*) dengan kode database #079-0007. Dengan parameter masing-masing disajikan dalam bentuk tabel seperti terlihat dibawah.

Tabel 4.2 Hasil *search match* untuk serbuk LFP

Fasa	Space group	Parameter a (Å)	Parameter b (Å)	Parameter c (Å)	Volume unit v (Å ³)
LiFePO_4	Orthorhombic	6,018	10,347	4,703	292,947
Li_3PO_4	Orthorhombic	6,114	10,486	4,928	315,977
$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	Rhombohedral	5,024	5,024	13,716	299,919

Sedangkan analisis hasil refinement untuk sampel LFP/C dengan penambahan fraksi berat grafit 10, 20 dan 30% disajikan sebagai berikut.

Tabel 4.3 Hasil search match untuk serbuk LFP/C 10%

Fasa	Space Group	Parameter a (Å)	Parameter b (Å)	Parameter c (Å)	Volume unit v (Å ³)
LiFePO ₄	Orthorhombic	6,018	10,347	4,703	292,947
Li ₃ PO ₄	Orthorhombic	6,114	10,475	4,922	315,312
α-Fe ₂ O ₃	Rhombohedral	5,024	5,024	13,716	299,919
Grafit	Hexagonal	2,456	2,456	20,087	104,993

Tabel 4.4 Hasil search match untuk serbuk LFP/C 20%

Fasa	Space Group	Parameter a (Å)	Parameter b (Å)	Parameter c (Å)	Volume unit v (Å ³)
LiFePO ₄	Orthorhombic	6,018	10,347	4,703	292,947
Li ₃ PO ₄	Orthorhombic	6,114	10,486	4,928	315,977
α-Fe ₂ O ₃	Rhombohedral	5,024	5,024	13,716	299,919
Grafit	Hexagonal	2,456	2,456	20,090	104,946

Tabel 4.5 Hasil search match untuk serbuk LFP/C 30%

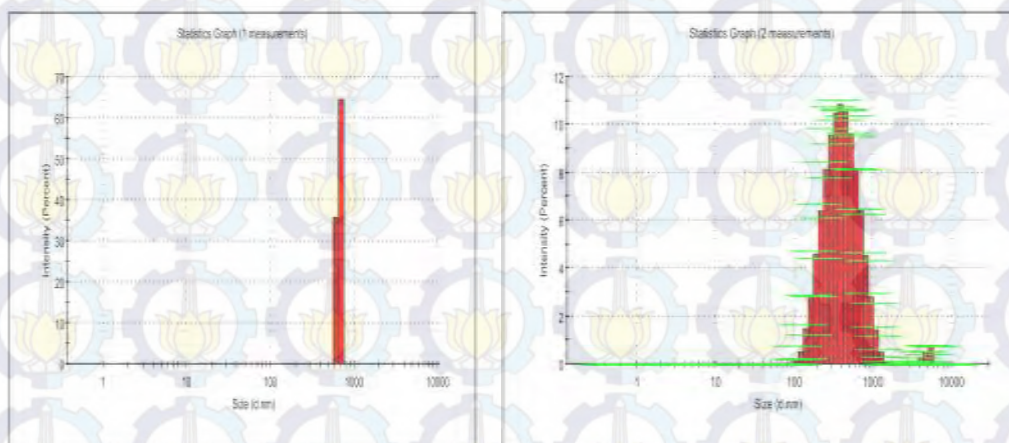
Fasa	Space Group	Parameter a (Å)	Parameter b (Å)	Parameter c (Å)	Volume unit v (Å ³)
LiFePO ₄	Orthorhombic	6,018	10,347	4,703	292,947
Li ₃ PO ₄	Orthorhombic	6,114	10,486	4,928	315,977
α-Fe ₂ O ₃	Rhombohedral	5,024	5,024	13,716	299,919
Grafit	Hexagonal	2,456	2,456	20,090	104,946

Berdasarkan analisis rietveld menggunakan software *search Match* memberikan hasil bahwa material LFP yang dibuat memiliki komposisi fasa relatif masing-masing adalah LiFePO₄ sekitar 46,61 %, Li₃PO₄ 31,74 % dan α-Fe₂O₃ 21,65 %. Dan untuk hasil refinement sampel LFP secara lengkap ditunjukkan pada lampiran 4a. Sedangkan hasil refinement untuk material LFP/C dengan penambahan grafit 10, 20 dan 30% fraksi berat grafit ditunjukkan pada lampiran 4b dan 4c.

Sehingga dari hasil analisa keseluruhan karakterisasi XRD untuk material LFP dan material komposit LFP/C dengan penambahan fraksi berat grafit 10%, 20% dan 30% sebagai sumber karbon dengan analisis menggunakan software Search Match serta dibantu dengan analisis *rietveld* sebagai media pencocokan data hasil pengujian dengan database telah berhasil dibuat. Untuk sampel dengan penambahan grafit 10% hasil komposisi fasa masing-masing adalah LiFePO_4 sekitar 29,62 %, Li_3PO_4 30,71 %, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 28,16 % dan grafit 11,51 %. Kemudian untuk sampel dengan penambahan grafit 20% hasil komposisi fasa masing-masing adalah LiFePO_4 sekitar 30,63 %, Li_3PO_4 23,08 % dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 17,23 % dan grafit 29,17 %. Sedangkan untuk sampel dengan penambahan grafit 30% diperoleh hasil komposisi fasa masing-masing adalah LiFePO_4 sekitar 25,27 %, Li_3PO_4 17,16 %, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 14,63 % dan grafit 42,94%.

4.2.3 Distribusi ukuran partikel LFP dan LFP/C

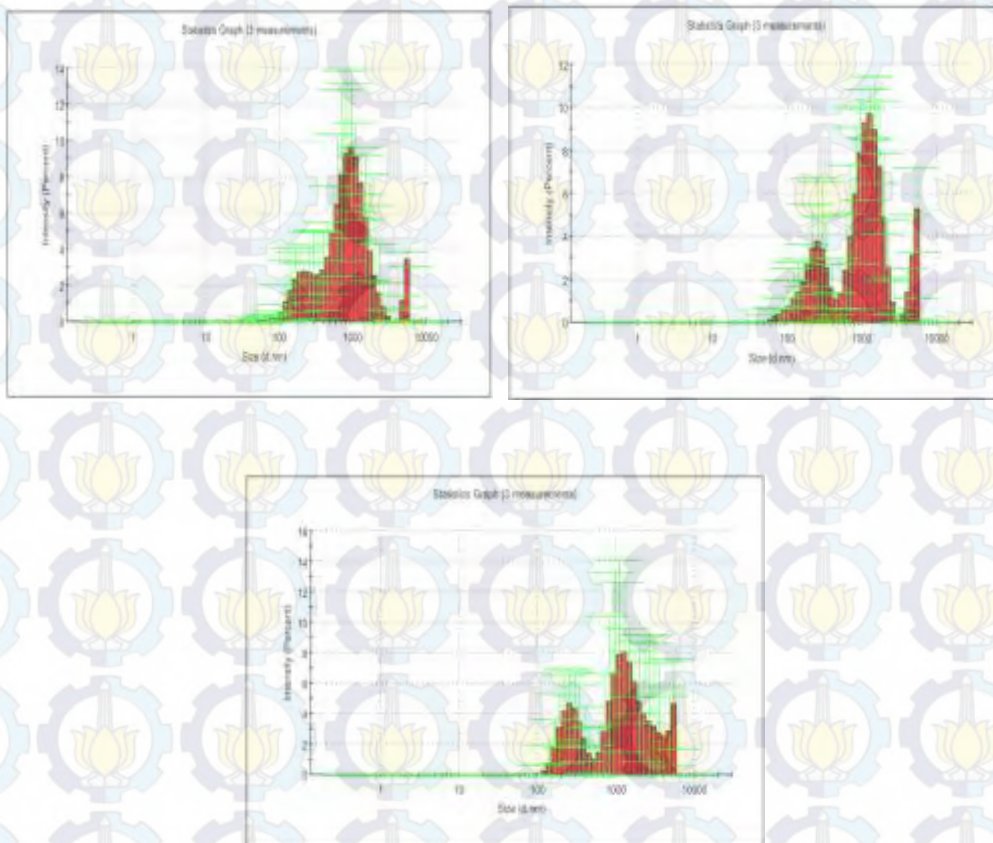
Distribusi partikel setiap sampel LFP dan LFP/C pada temperatur kalsinasi 700oC dianalisis dengan menggunakan alat *Particle Size Analyzer* (PSA). Berdasarkan hasil PSA diketahui bahwa distribusi partikel pada masing-masing sampel umumnya kurang homogen. Ditunjukkan pada tabel 4.7 distribusi ukuran rata-rata LFP dan LFP/C setelah mengalami proses *kalsinasi*, dapat dilihat secara lengkap pada lampiran 5.



Gambar 4.5 Distribusi ukuran rata-rata grafit dan LFP

Berdasarkan dari gambar 4.5 menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikel grafit yaitu pada rentang size 615,1-712,4 nm sedangkan ukuran rata-rata partikel LFP terdistribusi kurang homogen dengan ukuran partikel yang berbeda-beda pada range 78,82 nm-5 μ m.

Sedangkan hasil pengujian ukuran rata-rata partikel LFP/C dengan penambahan grafit 10%, 20% dan 30% dapat dilihat pada gambar 4.6.



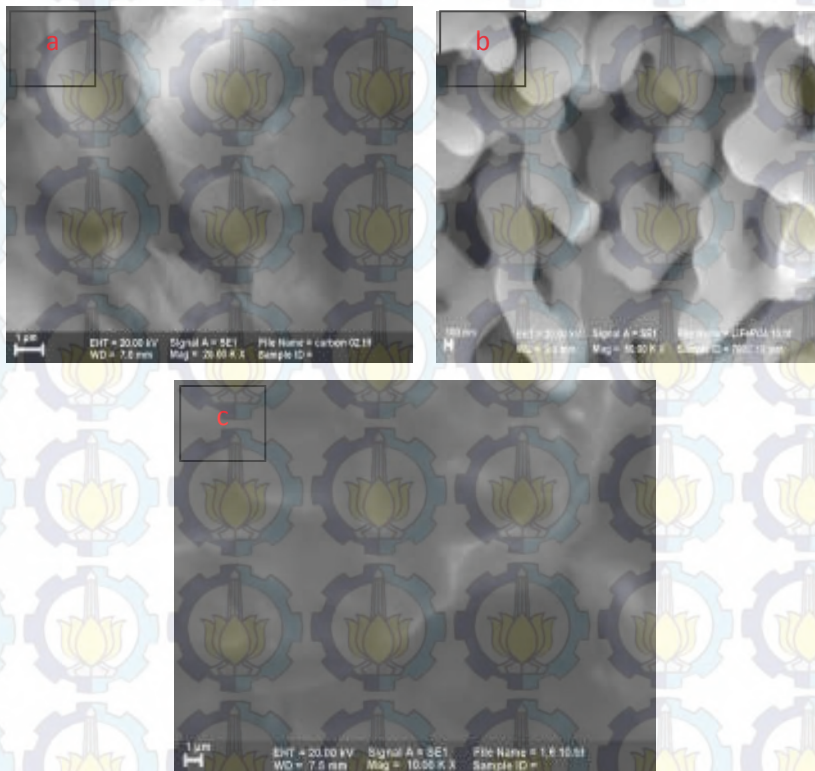
Gambar 4.6 Distribusi ukuran rata-rata partikel LFP/C 10, 20 dan 30 %

Keterkaitan antara distribusi ukuran partikel dengan mekanisme komposit dapat dikaji dari bentuk dan ukuran partikel, dimana sampel berbentuk partikulat serta ukuran partikel LFP dan grafit akan memegang peranan penting dalam menentukan kualitas ikatan material komposit LFP/C. Semakin kecil ukuran partikel LFP/C yang berikatan maka kualitas ikatannya semakin baik, karena semakin luas kontak permukaan antar partikel seperti yang terlihat pada penambahan grafit 10%, 20 % dan 30%. Sedangkan keterkaitan antara kenaikan temperatur kalsinasi dengan kehomogenan partikel terdapat pada dimensi ukuran rerata partikel, dimana ukuran partikel rata-rata cenderung meningkat seiring

dengan kenaikan temperatur kalsinasi. Hal tersebut disebabkan adanya pembentukan kristalinitas fasa yang lebih stabil (*olivine*) atau akibat adanya aglomerasi selama proses kalsinasi.

4.2.4 Morfologi dan Mapping partikel LFP dan LFP/C

Performa katoda LFP/C sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya terdapat pengaruh dari struktur kristal, dimensi partikel dan kehomogenan distribusi ukuran partikel. Pada prinsipnya pembuatan LFP/C merupakan gabungan dari material LFP dengan grafit yang berperan sebagai material konduktif. Untuk mengetahui bentuk struktur morfologi pada partikel LFP dan LFP/C dilakukan uji *Scanning Electron Microscope* (SEM). Berikut merupakan bentuk morfologi partikel LFP dan LFP/C hasil SEM ditunjukkan pada Gambar 4.7.

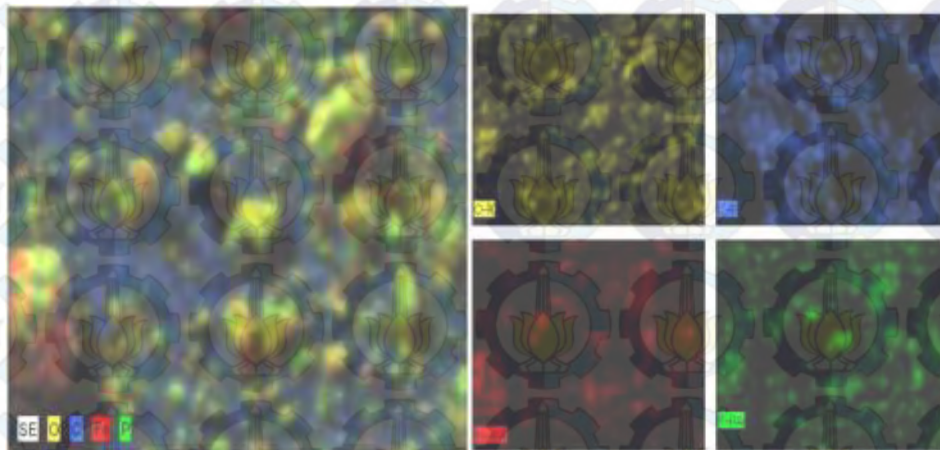


Gambar 4.7 Hasil uji SEM a. Grafit b. LFP dan c. LFP/Grafit

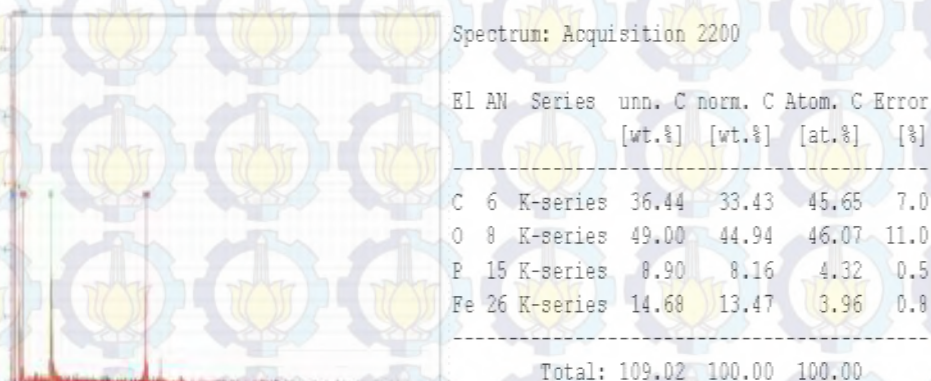
Bentuk amorf dari partikel grafit terlihat pada gambar 4.7a, perbesaran 20.000 ribu kali dengan ukuran partikel sekitar 1 μm dan berwarna gelap, untuk partikel LFP pada gambar 4.7b, perbesaran 50.000 ribu kali dengan ukuran

partikel 100 nm dan berwarna terang sedangkan untuk partikel LFP/C pada gambar 4.7c terlihat bahwa partikel grafit (gelap) menempel pada partikel LFP (terang) menunjukkan mekanisme komposit, dimana fasa kontinu ditunjukkan oleh grafit dan fasa diskontinu ditunjukkan oleh partikel LFP.

Selanjutnya, untuk mengetahui distribusi karbon pada material komposit LFP/C dilakukan menggunakan metode mapping yang ditunjukkan dengan karakterisasi *Energi Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDX) pada gambar 4.8. hasil mapping ini menunjukkan hasil distribusi karbon yang terbatas pada daerah scanning. Pada pengujian EDX, sampel yang akan dibandingkan adalah sampel dengan temperatur kalsinasi 700 °C. Pola mapping hasil EDX dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 4.8 Hasil mapping partikel Komposit LFP/C temperatur kalsinasi 700 °C



Gambar 4.9 Hasil mapping distribusi partikel Komposit LFP/C temperatur kalsinasi 700 °C

Pada gambar diatas, menunjukkan bahwa warna kuning mengindikasikan adanya kandungan elemen oksigen O dengan komposisi 49%, warna ungu menunjukkan elemen karbon C 36.44%, warna merah menunjukkan elemen besi Fe 14.68% dan warna hijau menunjukkan elemen pospor P sebesar 8.90%. Terlihat pada gambar bahwa karbon dari grafit berada pada permukaan partikel LFP yang menunjukkan bahwa elemen karbon grafit berdiri sendiri (inert) dan tidak membentuk fasa baru. Sehingga penambahan grafit pada material LFP guna sebagai material konduktif yang nantinya akan meningkatkan nilai konduktivitas material LFP.

4.3 Analisa Konduktivitas Listrik LFP dan LFP/C

Pengujian konduktivitas listrik dilakukan untuk mengetahui kemampuan sampel dalam menghantarkan arus listrik, dimana pada penelitian ini digunakan RCL meter (PM 6303A). Sebelum membentuk pellet serbuk LFP/C diberikan penambahan serbuk *Polyethilen glycol* 4000 (PEG) sekitar 10% dari berat serbuk LFP/C sebagai binder. Pemberian binder PEG guna membantu mekanisme *interlocking* antar permukaan dari serbuk LiFePO_4 dengan permukaan grafit.

Hasil pengujian konduktivitas sampel LFP dan LFP/C dengan menggunakan set peralatan RCL meter (PM 6303 A) diperoleh nilai rata-rata konduktivitas masing-masing sampel terlihat pada table 4.7 dimana diberikan frekuensi masing-masing adalah 1 KHz. Hasil pengujian disajikan dalam tabel 4.7 sebagai berikut:

Tabel 4.6 Hasil pengujian konduktivitas masing-masing sampel

Sampel	Hambatan $R (\Omega)$	Resistivitas $\rho (\Omega)$	Konduktivitas $\sigma (\text{mS/cm})$
LFP	0,0327	13,682	0,073
LFP/C 10%	0,871	0,164	6,097
LFP/C 20%	0,996	0,143	6,993
LFP/C 30%	1,205	0,119	8,403

Sehingga dari keseluruhan karakterisasi menggunakan RCL Meter dapat disimpulkan bahwa semakin banyak penambahan fraksi berat grafit semakin tinggi nilai konduktivitas sampel LiFePO_4/C dalam menghantarkan arus listrik.

4.4 Pembahasan

Fokus dari penelitian ini dititik beratkan pada rekayasa struktur serbuk besi oksida dari Tanah Laut menjadi prekursor Fe_3O_4 dengan melakukan proses separasi dan *leaching*. Dari kedua proses tersebut diharapkan prekursor Fe_3O_4 dapat menjadi sumber ion Fe pada sintesis material *Lithium Ferro Phosphate* (LFP) serta rekayasa struktur material *Lithium Ferro Phosphate/Grafite* (LFP/C) dengan cara pembuatan komposit.

Setelah melalui tahap *crushed* serbuk besi terlihat berwarna hitam kemerahan. Data *X-Ray Flourescence* (XRF) menunjukkan bahwa batu besi dari kabupaten Tanah Laut Kalimantan Selatan memiliki unsur-unsur penyusun utama adalah unsur Fe sekitar 92%. Dari hasil pengujian XRF sebelum dan setelah separasi dan *leaching* seperti yang ditunjukkan pada tabel 4.1 menunjukkan peningkatan kandungan Fe sebesar 98.51% dari sebelumnya. Hal ini mendukung hipotesa bahwa dengan proses separasi dan *leaching* dapat meningkatkan komposisi *ferro* yang terdapat pada serbuk besi. Data *X-Ray Flourescence* (XRF) tersebut dapat digunakan sebagai acuan untuk melakukan identifikasi fasa atau senyawa yang terkandung dalam serbuk besi sebelum dan setelah proses separasi dan *leaching*.

Pada dasarnya, serbuk besi dari alam mengandung oksida dalam fasa-fasa pembentuknya diantaranya, fasa *magnetite* (Fe_3O_4), *hematite* (Fe_2O_3) dan *ferro* (FeO) (Bakar M.Abu, W.L. Tan, 2007). Karakteristik masing-masing fasa berbeda, dimana fasa Fe_3O_4 yang biasa disebut fasa *magnetite* memiliki sifat magnet kuat karena terdiri dari ion Fe^{3+} dan Fe^{2+} , dan fasa Fe_2O_3 yang biasa disebut *Hematite* memiliki sifat magnet lemah karena terdiri dari ion Fe^{3+} . Analisis semikuantitatif dari sampel menggunakan program *search match* menjelaskan bahwa prosentase fasa Fe_3O_4 merupakan fasa dominan yang terkandung dalam sampel, sehingga sintesis pemurnian serbuk besi dari batu besi Tanah Laut memiliki warna hitam pekat yang merupakan karakteristik dari

partikel Fe_3O_4 dengan muatan $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ dan dapat digunakan sebagai prekursor Fe pada sintesis material lithium ferro phosphate (LFP).

Selanjutnya mengkaji tentang pengaruh proses *milling*. Proses *milling* dipengaruhi oleh *ball to powder ratio* (BPR), jenis bola yang digunakan dimana bola harus lebih keras dari pada material yang mengalami *milling*, jenis media cair yang digunakan pada *wet milling*, jenis media pada *dry milling*, dan kecepatan *milling*. *Milling* dilakukan menggunakan alat *ball milling* dengan kecepatan 300 rpm. Agar *milling* terjadi secara efektif digunakan kecepatan kritis dimana kecepatan tersebut disesuaikan dengan diameter *bowl*. Jika kecepatan *ball milling* lebih kecil dari kecepatan kritis, beban bola yang menyebabkan *milling* tidak akan maksimal. Kecepatan yang lebih besar dari kecepatan kritis menyebabkan bola berputar sesuai gaya sentrifugal. Sehingga hanya kecepatan kritis yang menyebabkan terjadinya gesekan dan tumbukan. *Ball to powder ratio* (BPR) yang ideal digunakan agar terjadi *milling* yang efektif adalah 4:1 (Basu, 2011).

Bola yang digunakan pada *milling* adalah bola-bola zirkonia yang digunakan untuk memberikan beban berulang pada proses *milling*. Pemberian beban berulang menyebabkan material mengalami deformasi plastis sehingga ukuran material tereduksi. Zirkonia merupakan material yang memiliki densitas tinggi yaitu $5,7 \text{ gr/cm}^3$ dimana nilai tersebut diatas densitas *lithium iron phosphate* (LFP) $3,6 \text{ gr/cm}^3$. Sehingga digunakan bola zirkonia agar bola yang digunakan pada *milling* tidak ikut tergerus. Bola zirkonia yang digunakan berdiameter 1 cm dengan massa 3,3217 gr. Perbandingan massa serbuk dengan bola yaitu 1:5 dimana angka ini diatas *powder to ball ratio* (PBR) yang ideal yaitu 1:4. Penggunaan nilai ini dimaksudkan agar terjadi reduksi ukuran secara maksimal.

Milling dilakukan dengan cara *wet milling* dengan alkohol 96% sebagai media pencampurnya. *Wet milling* dilakukan karena prekursor yang terbentuk melalui proses *milling* adalah serbuk sehingga mencegah terhamburnya partikel yang menyebabkan kurang efektifnya proses *milling*. Sedangkan efek dari proses ini menjadikan prekursor LFP menjadi lebih homogen dan ukuran partikel lebih merata.

Pengaruh temperatur kalsinasi pada pembentukan material LFP/C Faktor waktu penahanan atau *holding time* pada proses kalsinasi sangat berpengaruh

terhadap transformasi fasa selain juga berpengaruh terhadap ukuran kristal. Fasa yang terbentuk tidak hanya fasa LiFePO_4 namun juga terdapat fasa alfa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) yang merupakan transformasi fasa stabil dari partikel Fe_3O_4 . Semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin tinggi pula energi termal yang diberikan sehingga atom-atom akan bergetar dan akan menyusun dirinya menuju keadaan stabil, dimana ion-ion Fe_3O_4 akan bertransformasi dari Fe^{2+} menjadi Fe^{3+} . Sehingga ion Fe^{2+} yang bersifat metastabil dapat dengan mudah mengalami oksidasi menjadi Fe^{3+} yang bersifat lebih stabil. Ion Fe^{2+} lebih mudah bertransformasi menjadi Fe^{3+} pada LiFePO_4 karena $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ memiliki termodinamika yang lebih stabil (Mufid, 2015).

Terdapat 4 fasa baru pada pembuatan komposit LFP/Grafit dengan penambahan variasi fraksi berat grafit 10%, 20% dan 30% yaitu fasa LiFePO_4 , Li_3PO_4 , $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dan Carbon. Dimana fasa Li_3PO_4 yang merupakan fasa metastabil dari fasa LiFePO_4 , dari hasil search match pada sampel, teridentifikasi bahwa fasa Li_3PO_4 yang terbentuk memiliki bentuk struktur atom yang hampir sama dengan fasa LiFePO_4 yaitu memiliki *Space group orthorhombic (p m n b)* pada saat kalsinasi 700 °C, hal tersebut juga dikuatkan dalam penelitian sebelumnya oleh (Liu, 2014) menyatakan bahwa kalsinasi pada temperatur 700 °C selama 10 jam terbentuk fasa Li_3PO_4 akibat *holding time*.

Selanjutnya keterkaitan mekanisme komposit LFP/Grafit dengan sifat listrik. Salah satu kriteria material katoda yaitu memiliki kemampuan konduktivitas yang tinggi dimana bahan – bahan tersebut memiliki kemampuan melepas elektron ataupun ion dengan mudah dan secara kuantitatif memiliki kerapatan muatan yang cukup besar. Pengujian konduktivitas listrik dilakukan dengan menggunakan metode *two probe*. Sebelum dilakukan pengujian konduktivitas, sampel *lithium iron phosphate/grafit (LFP/C)* yang telah melalui proses kalsinasi dibuat menjadi *pellet* terlebih dahulu dengan pencampuran antara 90% serbuk *lithium iron phosphate/grafite (LFP/C)*, bahan polimer yaitu 10% PEG sebagai binder antar partikel. Hal tersebut bertujuan untuk memampatkan interaksi antar partikel satu dengan yang lainnya sehingga memudahkan pengamatan identifikasi sifat konduktivitasnya. Pencampuran dilakukan secara manual dengan menggunakan mortar kemudian serbuk hasil pencampuran dibuat

pellet dengan beban 2,5 ton dan penahanan selama 10 menit. Hasil dari pembuatan pellet dapat dilihat pada gambar 4.10. Pengukuran konduktivitas listrik ini dilakukan pada frekuensi 0,1 sampai 1 KHz dengan tegangan 1 Volt.

Pengukuran konduktivitas ini bertujuan untuk mengetahui sifat listrik dari LFP/C setelah kalsinasi karena analisis sifat listrik ini sangat berpengaruh terhadap performa katoda yang digunakan pada baterai ion litium. Keterkaitan temperatur terhadap konduktivitas listrik sangat berkorelasi karena kemampuan menghantarkan listrik dipengaruhi oleh struktur kristal LFP. Fasa olivine memiliki kemampuan menghantarkan listrik lebih besar dibandingkan fasa impuritasnya. Berdasarkan tabel 4.7 diketahui bahwa pada penambahan grafit 30% memiliki konduktivitas listrik tertinggi sehingga kemampuan dalam mengalirkan muatan semakin baik. Untuk mendukung interpretasi konduktivitas listrik pada bahan LFP/C dilakukan analisa berdasarkan pengujian dengan tegangan DC dimana keterkaitan antara nilai resistivitas (Ω) terhadap nilai konduktivitas listriknya (S/cm) berbanding terbalik. Pada penambahan 10% grafit nilai konduktivitas 6.097 mS/cm ternyata memiliki nilai resistivitas sebesar 0.164 Ω , penambahan 20% nilai konduktivitas 6.993 mS/cm memiliki nilai resistivitas 0.143 Ω , dan penambahan grafit 30% nilai konduktivitasnya 8.403 mS/cm memiliki nilai resistivitasnya 0.119 Ω .



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

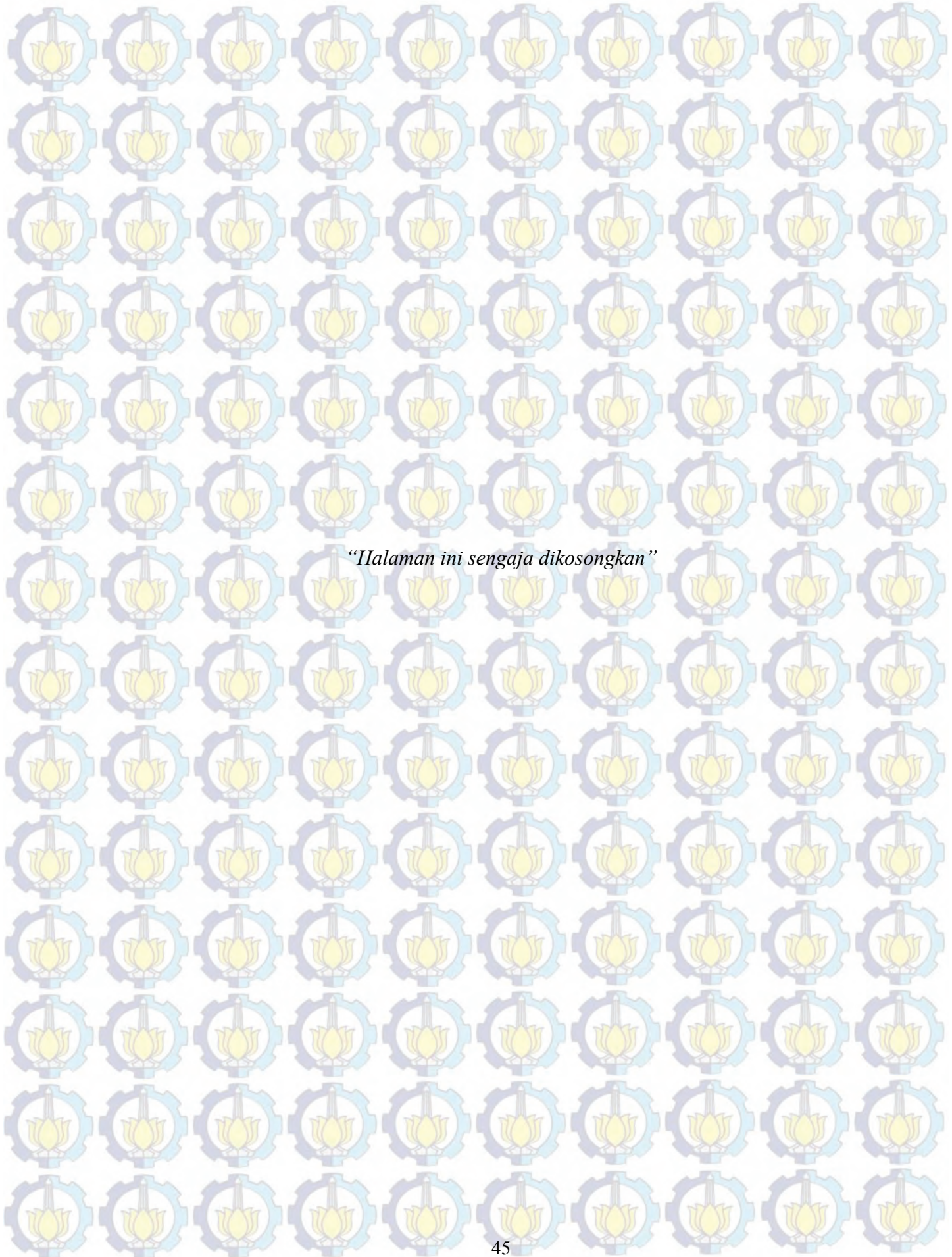
Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh beberapa kesimpulan, antara lain:

1. Dengan metode *separasi* dan *leaching* telah berhasil diperoleh partikel Fe_3O_4 dengan kualitas tinggi $\pm 98\%$ dari Batuan Besi tanah laut kalimantan selatan.
2. Melalui proses *solid state* terbentuk fasa-fasa dalam LFP adalah LiFePO_4 (*olivine*) $\pm 46,61\%$, Li_3PO_4 $\pm 31,74\%$ dan impuritas $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ $\pm 21,65\%$.
3. Pemberian variasi fraksi berat grafit dapat meningkatkan kemampuan LFP/C dalam menghantarkan listrik, dimana nilai konduktivitas listrik tertinggi $\pm 8,403$ (mS/cm) ditunjukkan oleh penambahan grafit 30%.

5.2 Saran

Beberapa saran untuk penelitian selanjutnya adalah sebagai berikut:

1. Pemberian perlakuan kalsinasi pada material LFP/C sebaiknya dilakukan dalam kondisi inert untuk meminimalisir impuritas.
2. Diperlukan pengujian TEM untuk mengetahui lebih detail bentuk dari coating karbon pada LFP/C.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

Andersson, S., Kalska, B, JoËnsson, J, Lennart, R., Thomas, O, 2000. "The magnetic structure and properties of rhombohedral $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ ", *Journal Material Chemstry*, Vol 10, 2542-2547.

Arifin, Zainul. 2000. Diktat Fisika Polimer. DUE-Like ITS

Bakar M.Abu, W.L. Tan, and Abu Bakar. 2007. *Journal of Mgnetism and Magnetic Material* vol. 314: 1–6.

Basu, B and Balani, K. 2011. *Advanced Structural Ceramic*. Wiley., New York.

Chew, S.Y., Patey, T.J., Waser, O., Ng, S.H., Buchel, R., Tricoli, A., Krumeich, F., Wang, J., 2008. "Thin Nanostructured LiMn_2O_4 Film by Flame Spray Deposition an In Situ Annealing Method", *Journal of Power Sources*, Vol. 189: 449 – 453.

Hamid, N. A., Wennig, S., Hardt, S., Heinzl, A., Schulz, C., & Wiggers, H. 2012. High-capacity cathodes for lithium-ion batteries from nanostructured LiFePO_4 synthesized by highly-flexible and scalable flame spray pyrolysis. *Journal of Power Sources*, vol 216: 76-83.

Hu, Y.L. Zhou, Z.D. Peng, X.G. Gao, Preparation and performance of FePO_4 precursor for LiFePO_4 . *Battery Bimonthly*, vol. 37: 205-208.

Jugovi, D., Uskokovi, J., 2009. "A Review Of Recent Development In The Synthesis Procedure Of Iron Phosphate Powders", *Journal Of Power Sources*, Vol. 190: 538–544.

Julien, C. M., Zaghib, K., Mauger, A., & Groult, H. 2012. Enhanced electrochemical properties of LiFePO_4 as positive electrode of Li-ion batteries for HEV application. *Advances in Chemical Engineering and Science*, vol 2: 321-329.

Karami, H., Taala, F., 2011. "Synthesis, characterization and application of $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ nanoparticles as cathode of lithium-ion rechargeable batteries", *Journal of Power Sources*, Vol 196 : 6400–6411.

Liu, H., Miao, C., Meng, Y., He, Y. B., Xu, Q., Zhang, X., & Tang, Z. 2014. Optimized synthesis of nano-sized LiFePO_4/C particles with excellent rate capability for lithium ion batteries. *Electrochimica Acta*, 130, 322-328.

Malvern Instruments Limited. 2012. *A Basic Guide to Particle Characterization*. Tersedia di www.malvern.com [diakses 15-12-2014].

Mufid, A., and Zainuri, M. 2015. The Influence of Calcination Temperature on Quantitative Phase of Hematite from Iron Stone Tanah Laut. In *Advanced Materials Research* Vol. 1112, pp. 489-492.

Ritchie, A, G., 2001. "Recent Development and Future Prospects for Lithium Rechargeable Batteries". *Journal of power Sources*, Vol 96 : 1 - 4.

Smallman, R. E and Bishop, R. J. 2000. *Terjemah Metalurgy Fisik Modern & Rekayasa Material*. Jakarta. Erlangga.

Tang, M., Carter, W. C., Chiang, M., 2010. "Coherency Strain and the Kinetics of Phase Separation in LiFePO₄ Nanoparticles ", *Journal Of Power Sources*, Vol 40 : 501-508.

Topracki, O., Topracki, H.A.K., Ji,L., Zhang, X., 2010. "Fabrication and Elektrochemical Characteristic of LiFePO₄ Powders for Lithium-Ion Batteries", *Journal Powder and Particle*, Vol 28: 311-18.

Wang, Y. Yin, H.W. Liu, 2012. Synthesis of FePO₄ from Fe₂O₃ and its application in synthesizing cathode material LiFePO₄, *J. Inorg. Mater* vol 28:204 - 208.

Yan Wang, Zhe-Sheng Feng, Jin-Ju Chen, Chuan Zhang. 2011. Synthesis and electrochemical performance of LiFePO₄/graphene composites by solid-state reaction. *Materials Letters* 71: 54–56.

Yutao Xing, Yan-Bing He, Baohua Li, Xiaodong Chu, Hongzhou Chen, Jun Maa, Hongda Dua, Feiyu Kang. 2013. LiFePO₄/C composite with 3D carbon conductive network for rechargeable lithium ion batteries. *Electrochimica Acta* 109. 512– 518.

Zainuri, M. 2009. *Diktat Ilmu komposit. DUE-Like ITS*

Zhang, Y., Huo, Q., Du, P., Wang, L., Zhang, A., Song, Y., Lv, Y., Li, G., 2012. "Advances in New Cathode Material LiFePO₄ for Lithium Ion Batteries". *Synthetic Metals*. Vol. 162: 1315 – 1326.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN-LAMPIRAN

LAMPIRAN 1: Hasil pengujian XRF

➤ Hasil XRF Serbuk Besi Sebelum separasi dan leaching

04-Oct-2013 10:09:20

Sample results - Averages

Page

Sample ident
Batu besi tanah laut sebelum pencucian

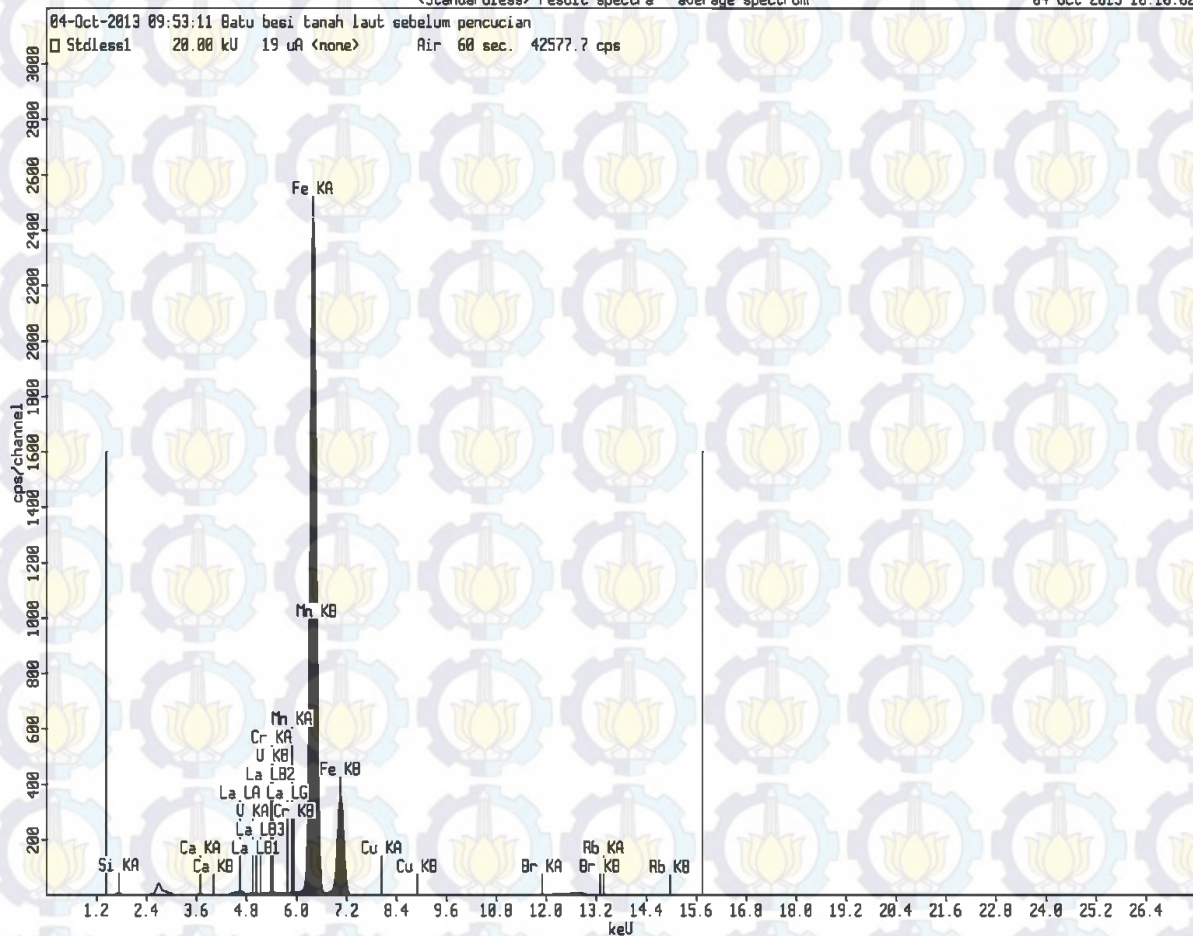
Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	04-Oct-2013 09:45:10
Measurement period - end	04-Oct-2013 09:53:11
Position	1

Compound	Si	Ca	V	Cr	Mn	Fe
Conc	2.6 +/- 0.05	0.13 +/- 0.002	0.03 +/- 0.003	0.098 +/- 0.001	0.13 +/- 0.002	95.83 +/- 0.17
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Cu	Br	Rb	La
Conc	0.17 +/- 0.008	0.48 +/- 0.01	0.59 +/- 0.08	0.1 +/- 0.008
Unit	%	%	%	%

<Standardless> result spectra - average spectrum -

04-Oct-2013 10:10:02



Hasil XRF Serbuk Besi Setelah separasi dan leaching

04-Oct-2013 10:10:53

Sample results - Averages

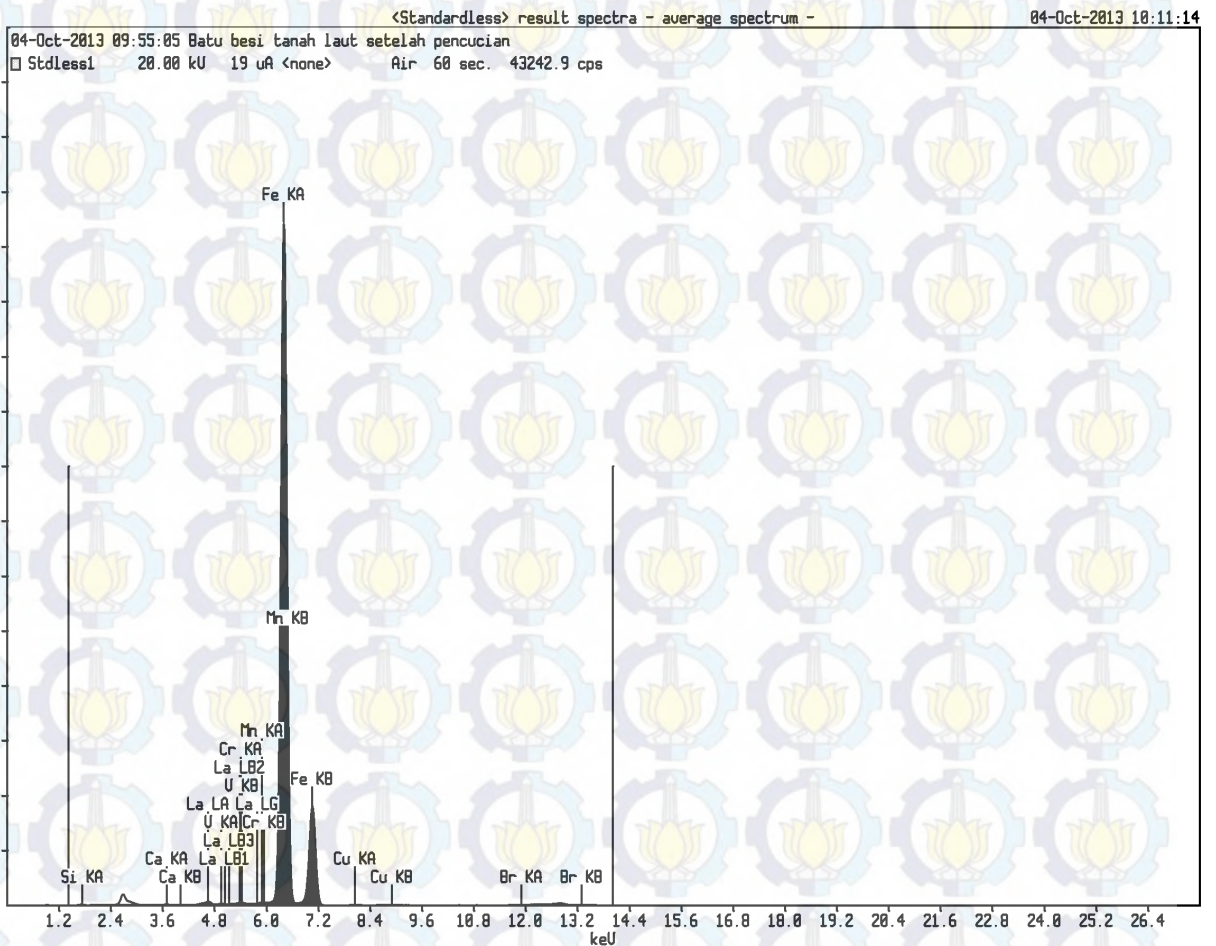
Page 1

Sample ident
Batu besi tanah laut setelah pencucian

Application Sequence	<Standardless> Average of 3
Measurement period - start	04-Oct-2013 09:47:07
Measurement period - end	04-Oct-2013 09:55:05
Position	2

Compound	Si	Ca	V	Cr	Mn	Fe
Conc	1.0 +/- 0.02	0.10 +/- 0.002	0.030 +/- 0.003	0.097 +/- 0.001	0.13 +/- 0.009	98.02 +/- 0.29
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Cu	La	Br
Conc	0.14 +/- 0.002	0.1 +/- 0.004	0.55 +/- 0.0001
Unit	%	%	%





“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN 2: Reaksi Pembentukan lithium ferro phosphate (LFP)

Bahan	Mr (gr/mol)
Fe ₃ O ₄	231,532
(NH ₄) ₂ HPO ₄	132,05
Li ₂ CO ₃	73,89
FePO ₄	150,82
LiFePO ₄	157,76

Perhitungan Pembuatan Larutan 0,1 M :

1. Larutan Fe₃O₄.6H₂O (0,1 M)

$$M = \frac{\text{mol}}{\text{Vol}} \quad (\text{dibuat volume} = 0,1 \text{ L} = 100\text{mL})$$

$$\text{mol} = M \times \text{Vol} = 0,1 \times 0,1 = 0,01 \text{ mol}$$

$$\text{mol} = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$\text{gr} = \text{mol} \times \text{Mr} = 0,01\text{mol} \times 231,532\text{gr/mol} = 2,315 \text{ gr}$$

2. Larutan (NH₄)₂HPO₄ (0,1 M)

$$M = \frac{\text{mol}}{\text{Vol}} \quad (\text{dibuat volume} = 0,1 \text{ L} = 100\text{mL})$$

$$\text{mol} = M \times \text{Vol} = 0,1 \times 0,1 = 0,01 \text{ mol}$$

$$\text{mol} = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$\text{gr} = \text{mol} \times \text{Mr} = 0,01\text{mol} \times 132,05 \text{ gr/mol} = 1,3205 \text{ gr}$$

Perhitungan Perbandingan FePO₄ dengan Li₂CO₃ pada proses *Milling* :



Mol	0,063	0,031	0,063
-----	-------	-------	-------

Mr	150,82	73,89	157,76
----	--------	-------	--------

Gr	9,5017	2,291	10
----	--------	-------	----

LAMPIRAN 3 : Hasil Pengujian X-Ray Diffractometer (XRD)

➤ Search Match Fe₃O₄

Sample Data

File name	Pasir Besi.rd
File path	F:\E1-0464\E1-0464
Data collected	May 8, 2015 02:53:09
Data range	20.080° - 70.080°
Number of points	1251
Step size	0.040
Alpha2 subtracted	No
Background subtr.	No
Data smoothed	Yes
2theta correction	0.08°
Radiation	X-rays
Wavelength	1.541874 A

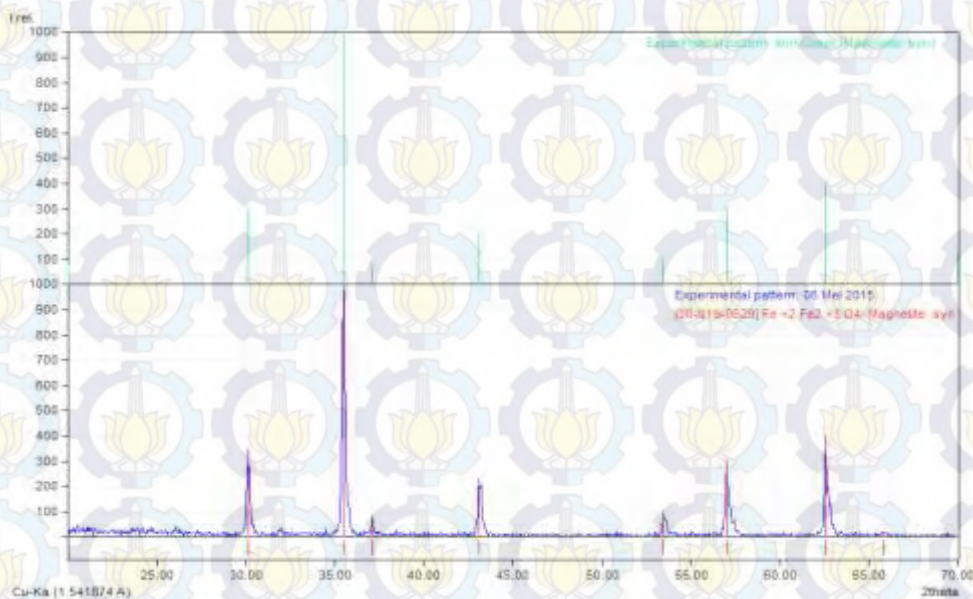
Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A	100.0	Magnetite	Fe ₃ O ₄
A: Magnetite (100.0 %)			
Formula sum		Fe ₃ O ₄	
Entry number		00-076-1849	
Figure-of-Merit (FoM)		0.883287	
Total number of peaks		18	
Space group		Fd-3m	
Crystal system		Fd-3m	
Unit cell		a = 8.4000 A	
I/foor		4.95	
Calc. density		5.188 g/cm ³	
Reference		JCPDS, Calculated from ICSD using POWD-124+ 38, 482 (1997)	

Search-Match

Settings

Automatic zeropoint adaptation	Yes
Minimum figure-of-merit (FoM)	0.59
Parameter/influence 2theta	0.50
Parameter/influence intensities	0.50
Parameter multiple/single phase(s)	0.50



Search Match LFP

Sample Data
 File name: LiFePO4.rld
 File path: F:\ali mufid\Ali_Mufid\XRD_Tgt 27 Mareb\LiFePO4 15-85
 Date collected: Mar 31, 2015 19:11:00
 Data range: 15.050° - 85.050°
 Number of points: 2993
 Step size: 0.017
 Alpha2 subtracted: No
 Background subtr: Yes
 Data smoothed: Yes
 2theta correction: 0.05°
 Radiation: Xrays
 Wavelength: 1.541874 Å

Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A		Triphylite	Li Fe P O4
B			Li3 P O4
C		Hematite	Fe2 O3

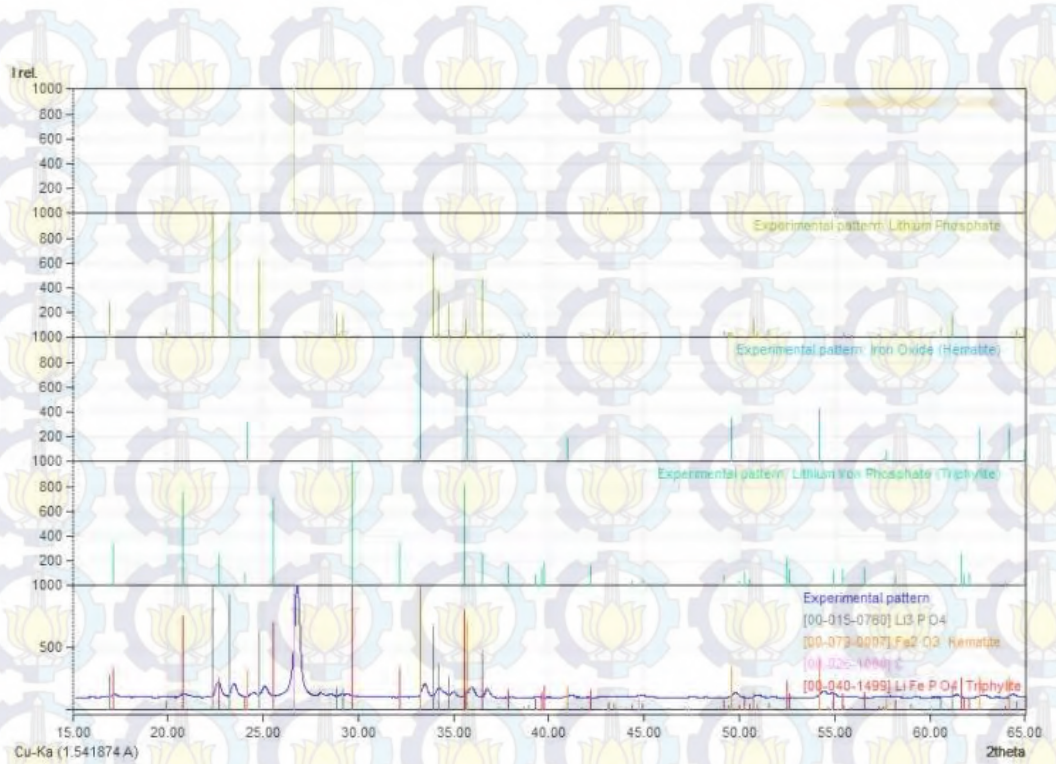
A: Triphylite
 Formula sum: Li Fe P O4
 Entry number: 00-040-1499
 Figure of Merit (FoM): 0.864237
 Total number of peaks: 58
 Peaks in range: 44
 Peaks matched: 33
 Intensity scale factor: 0.05
 Space group: Pmnb
 Crystal system: Pmnb
 Unit cell: a = 8.0189 Å
 V/cell: 3.420 g/cm³
 Mass density: 3.420 g/cm³
 Reference: Blanchard, F., Seligen, P., "", Powder Diffraction, 4, 26 (1989)

B: Li3 P O4
 Formula sum: Li3 P O4
 Entry number: 00-015-0760
 Figure of Merit (FoM): 0.858708
 Total number of peaks: 78
 Peaks in range: 38
 Peaks matched: 35
 Intensity scale factor: 1.03
 Space group: Pmnb
 Crystal system: Pmnb
 Unit cell: a = 6.1147 Å
 V/cell: 1.20
 Calc. density: 2.439 g/cm³
 Color: Colorless
 Reference: J., Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 3, 39 (1964)

C: Hematite
 Formula sum: Fe2 O3
 Entry number: 00-079-0007
 Figure of Merit (FoM): 0.778829
 Total number of peaks: 28
 Peaks in range: 13
 Peaks matched: 13
 Intensity scale factor: 0.72
 Space group: R-3c
 Crystal system: R-3c
 Unit cell: a = 5.0285 Å
 V/cell: 3.29
 Calc. density: 5.288 g/cm³
 Reference: J., Calculated from ICSD using POWD-12+- 298, 1137 (1997)

Search-Match

Settings
 Automatic zeropoint adaptation: Yes
 Minimum figure of merit (FoM): 0.59
 Parameter influence 2theta: 0.50
 Parameter influence intensities: 0.50
 Parameter multiple/single phases: 0.50



Cu-K α (1.541874 Å) PDF-2 Database Copyright International Centre for Diffraction Data (ICDD) Match! Copyright © 2003-2012 CRYSTAL IMPACT, Bonn, Germany

➤ Search Match LFP/C 10%

Sample Data
 File name: sampel.Ard
 File path: F:\zilemu\id\Ali Mu\XRD Tgl 27 Maret\sampelA
 Date collected: Mar 31, 2015 19:11:01
 Date range: 14.890° - 64.890°
 Number of points: 2993
 Step size: 0.017
 Alpha2 subtracted: No
 Background subtr: Yes
 Data smoothed: Yes
 2theta correction: +0.11°
 Radiation: Xrays
 Wavelength: 1.541874 Å

Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A			Li3 P O4
B			C
C		Hematite	Fe2 O3
D		Trichlyte	Li Fe P O4

A: Li3 P O4
 Formula sum: Li3 P O4
 Entry number: 00-015-0760
 Figure of merit (FoM): 0.818827
 Total number of peaks: 78
 Space group: Pmnb
 Crystal system: Pmnb
 Unit cell: a = 8.1147 Å
 b: 1.20
 Calc. density: 2.439 g/cm³
 Color: Colorless
 Reference: **, Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 3, 36 (1984)

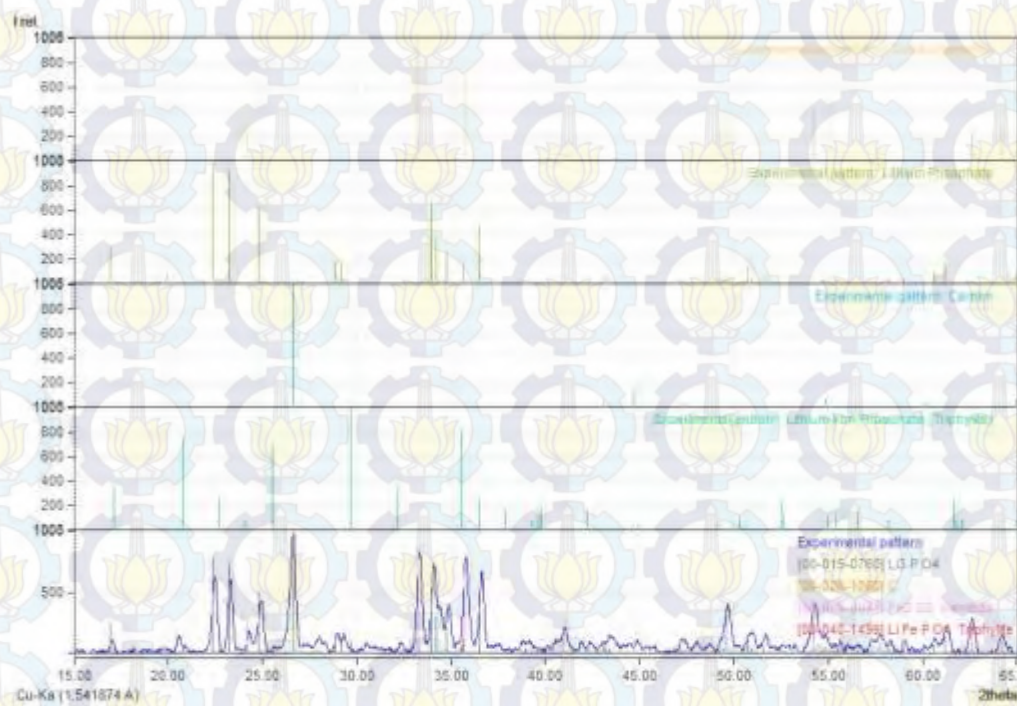
B: C
 Formula sum: C
 Entry number: 00-028-1080
 Figure of merit (FoM): 0.851523
 Total number of peaks: 20
 Space group: P63mc
 Crystal system: P63mc
 Unit cell: a = 2.4560 Å
 Calc. density: 2.280 g/cm³
 Reference: Halcombe, **, Private Communication, (1974)

C: Hematite
 Formula sum: Fe2 O3
 Entry number: 00-079-0007
 Figure of merit (FoM): 0.849229
 Total number of peaks: 28
 Space group: R-3c
 Crystal system: R-3c
 Unit cell: a = 5.0285 Å
 b: 3.28
 Calc. density: 5.266 g/cm³
 Reference: **, Calculated from ICSD using POWD+12+ 298, 1137 (1997)

D: Trichlyte
 Formula sum: Li Fe P O4
 Entry number: 00-040-1499
 Figure of merit (FoM): 0.889144
 Total number of peaks: 58
 Space group: Pmnb
 Crystal system: Pmnb
 Unit cell: a = 8.0189 Å
 Calc. density: 3.420 g/cm³
 Reference: Blanchard, F., Saigian, P. **, Powder Diffraction, 4, 26 (1989)

Search-Match

Settings
 Automatic zero point adaptation: Yes
 Minimum figure of merit (FoM): 0.59
 Parameter influence 2theta: 0.50
 Parameter influence intensities: 0.50
 Parameter multiple single phases: 0.50



Experimental pattern
 (00-015-0766) Li₃P₂O₇
 (00-028-1385) Ca
 (00-042-1423) LFP
 (00-042-1458) Li₃P₂O₇ Tavorite

PDF-2 Database Copyright International Centre for Diffraction Data (ICDD)
 Match! Copyright © 2003-2012 CRYSTAL IMPACT, Bonn, Germany

➤ Search Match LFP/C 20%

Sample Data
 File name: sampel B.rd
 File path: F:\lab\muftid\Al\Muftid\XRD Tgl 27 Maret\sampel B
 Date collected: Mar 31, 2015 19:11:02
 Data range: 15.140° - 85.140°
 Number of points: 2993
 Step size: 0.017
 Alpha2 subtracted: No
 Background subtr: No
 Data smoothed: Yes
 2theta correction: 0.14°
 Radiation: Xrays
 Wavelength: 1.541874 Å

Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A		Triphylite	Li ₃ FePO ₄
B		Hemattite	Fe ₂ O ₃
C			C
D			Li ₃ P ₂ O ₄

A: Triphylite
 Formula sum: Li₃FePO₄
 Entry number: 00-040-1499
 Total number of peaks: 68
 Space group: Pmnb
 Crystal system: Pmnb
 Unit cell: a = 8.0189 Å
 Mass density: 3.420 g/cm³
 Reference: Blanchard, F., Saegert, P., Powder Diffraction 4, 26 (1989)

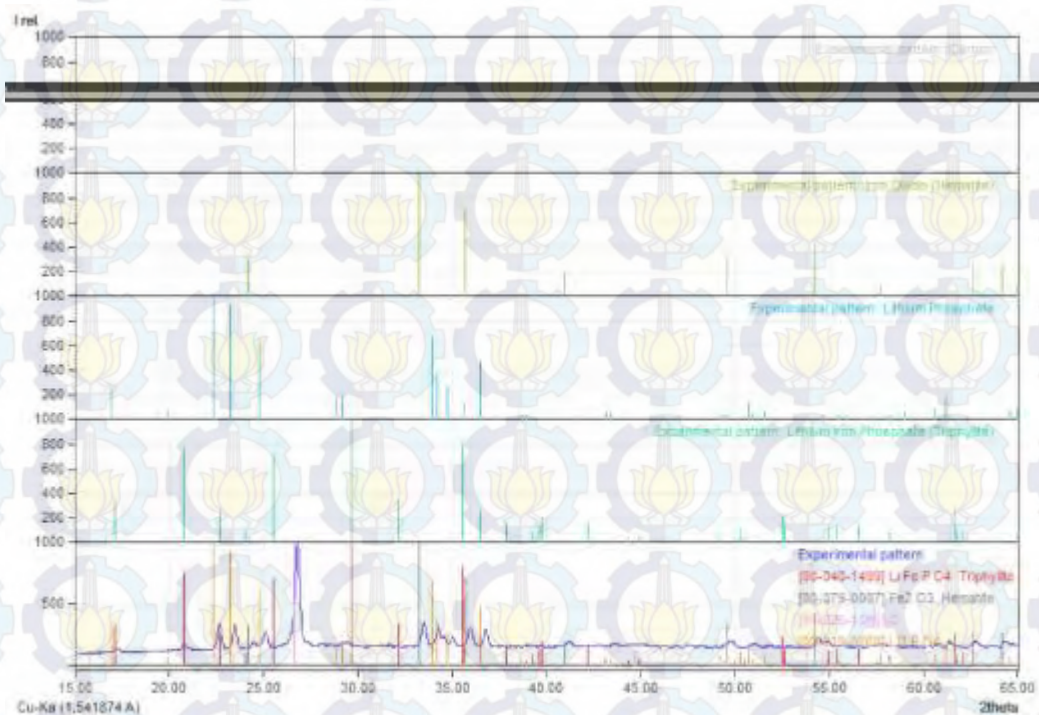
B: Hemattite
 Formula sum: Fe₂O₃
 Entry number: 00-079-0007
 Total number of peaks: 28
 Space group: R-3c
 Crystal system: R-3c
 Unit cell: a = 6.0285 Å
 Mass density: 5.299 g/cm³
 Reference: Calculated from ICSD using POWD-12++ 298, 1137 (1997)

C: C
 Formula sum: C
 Entry number: 00-026-1080
 Total number of peaks: 20
 Space group: P63mc
 Crystal system: P63mc
 Unit cell: a = 2.4580 Å
 Mass density: 2.290 g/cm³
 Reference: Holcombe, Private Communication (1974)

D: Li₃P₂O₄
 Formula sum: Li₃P₂O₄
 Entry number: 00-015-0760
 Total number of peaks: 79
 Space group: Pmnb
 Crystal system: Pmnb
 Unit cell: a = 8.1147 Å
 Mass density: 1.20 g/cm³
 Color: Colorless
 Reference: Nat. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25 3:39 (1984)

Search-Match

Settings
 Automatic zero-point adaption: Yes
 Minimum figure-of-merit (FoM): 0.59
 Parameter influence 2theta: 0.50
 Parameter influence intensities: 0.50
 Parameter multiple/single phase(s): 0.50



PDF-2 Database Copyright International Centre for Diffraction Data (ICDD)
 Match! Copyright © 2003-2012 CRYSTAL IMPACT, Bonn, Germany

➤ Search Match LFP/C 30%

Sample Data
 File name: sampel C.rtd
 File path: F:\lab\mufid\No Mufid\XRD Tgr 27 Maret\sampel C
 Date collected: Mar 31, 2015 19:11:03
 Date range: 15.190°-85.190°
 Number of points: 2993
 Step size: 0.017
 Alpha2 subtracted: No
 Background subtr: No
 Data smoothed: Yes
 2theta correction: 0.19°
 Radiation: Kxrays
 Wavelength: 1.541874 Å

Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula sum
A			Li3 P O4
B		Hematite	Fe2 O3
C			C
D		Triphylite	Li Fe P O4

A: Li3 P O4
 Formula sum: Li3 P O4
 Entry number: 00-016-0760
 Total number of peaks: 78
 Space group: Pmnb
 Crystal system: Pmnb
 Unit cell: a= 8.1147 Å
 b: 1.20
 Calc. density: 2.439 g/cm³
 Color: Colorless
 Reference: **, Nat. Bur. Stand., (U.S.) Monogr. 25 3, 39 (1984)

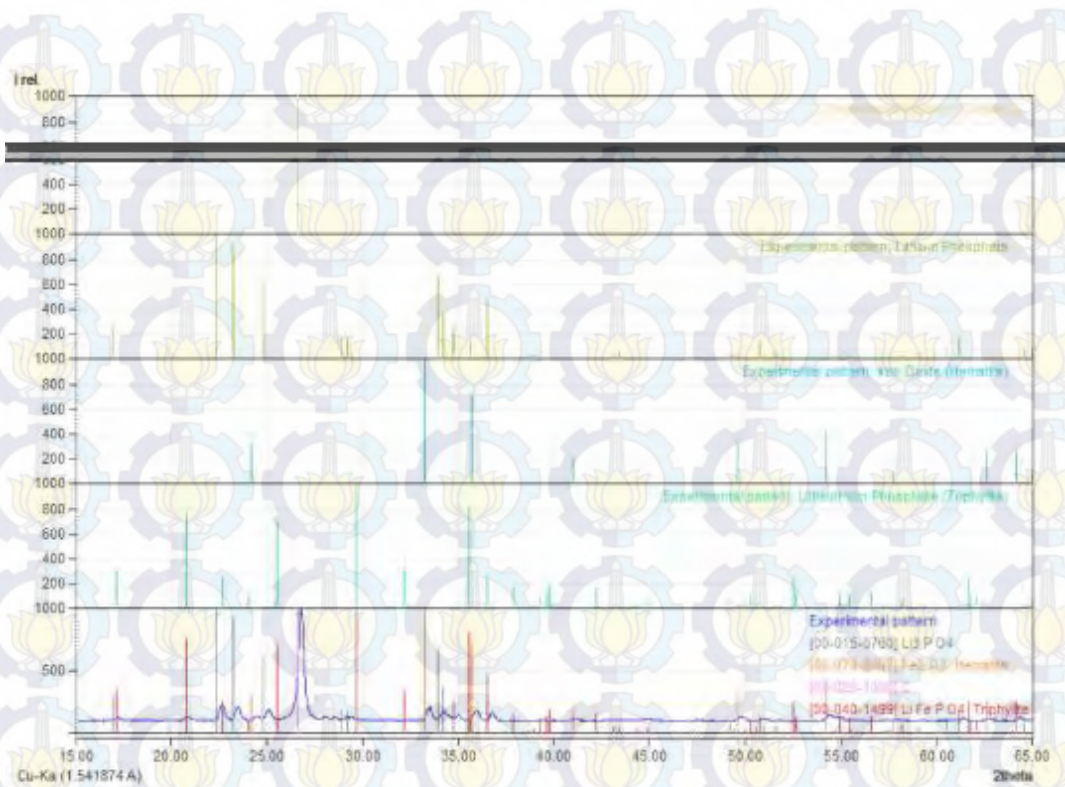
B: Hematite
 Formula sum: Fe2 O3
 Entry number: 00-079-0007
 Total number of peaks: 26
 Space group: R-3c
 Crystal system: R-3c
 Unit cell: a= 5.0286 Å
 b: 3.29
 Calc. density: 5.288 g/cm³
 Reference: **, Calculated from ICSD using POWD-1244 298, 1137 (1997)

C: C
 Formula sum: C
 Entry number: 00-026-1080
 Total number of peaks: 20
 Space group: P63mc
 Crystal system: P63mc
 Unit cell: a= 2.4560 Å
 Calc. density: 2.260 g/cm³
 Reference: Holcombe, **, Private Communication, (1974)

D: Triphylite
 Formula sum: Li Fe P O4
 Entry number: 00-040-1499
 Total number of peaks: 58
 Space group: Pmnb
 Crystal system: Pmnb
 Unit cell: a= 6.0189 Å
 Calc. density: 3.420 g/cm³
 Reference: Blanchard, F., Saligan, P., **, Powder Diffraction 4, 28 (1989)

Search-Match

Settings
 Automatic zero-point adaptation: Yes
 Minimum figure-of-merit (FOM): 0.59
 Parameter influence 2theta: 0.50
 Parameter influence intensities: 0.50
 Parameter multiple/single phase(s): 0.50



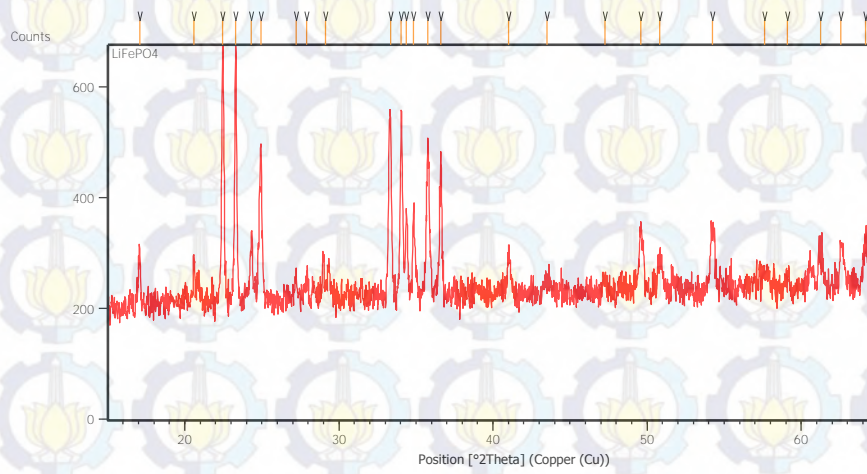
PDF-2 Database Copyright International Centre for Diffraction Data (ICDD)
 Match! Copyright © 2003-2012 CRYSTAL IMPACT, Bonn, Germany



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN 4: Hasil Refinement Komposisi Fasa LFP dan LFP/C

➤ Komposisi Fasa LFP



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	Left	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.0675	104.38	0.1004		5.19527	22.31
20.6016	87.07	0.1004		4.31135	18.61
22.4604	454.72	0.1171		3.95858	97.21
23.3074	467.76	0.1338		3.81659	100.00
24.3291	129.73	0.1338		3.65858	27.73
24.9247	281.56	0.0836		3.57250	60.19
27.2330	38.41	0.2007		3.27470	8.21
27.9100	41.19	0.2007		3.19679	8.81
29.1439	26.07	0.5353		3.06419	5.57
33.3473	327.63	0.1840		2.68694	70.04
34.0487	338.57	0.1004		2.63318	72.38
34.3653	155.21	0.1004		2.60964	33.18
34.8476	149.51	0.0836		2.57462	31.96
35.7664	265.11	0.1004		2.51056	56.68
36.6203	253.19	0.0502		2.45396	54.13
41.0252	78.76	0.1004		2.20008	16.84
43.4990	23.89	0.4015		2.08052	5.11
47.2584	25.92	0.4015		1.92342	5.54
49.5766	110.46	0.1338		1.83878	23.61
50.8237	60.34	0.2676		1.79654	12.90
54.2528	109.99	0.2676		1.69082	23.51
57.6135	27.05	0.6691		1.59993	5.78
59.1088	23.97	0.3346		1.56298	5.12
61.2399	61.01	0.3346		1.51360	13.04
62.5540	80.71	0.1338		1.48492	17.25
64.1660	83.87	0.2676		1.45146	17.93

Komposisi Fasa *Lithium Ferro Phosphate* (LFP)

$$\% \text{LiFePO}_4 = \frac{\Sigma \text{Intensitas LiFePO}_4}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

$$\% \text{Li}_3\text{PO}_4 = \frac{\Sigma \text{Intensitas Li}_3\text{PO}_4}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

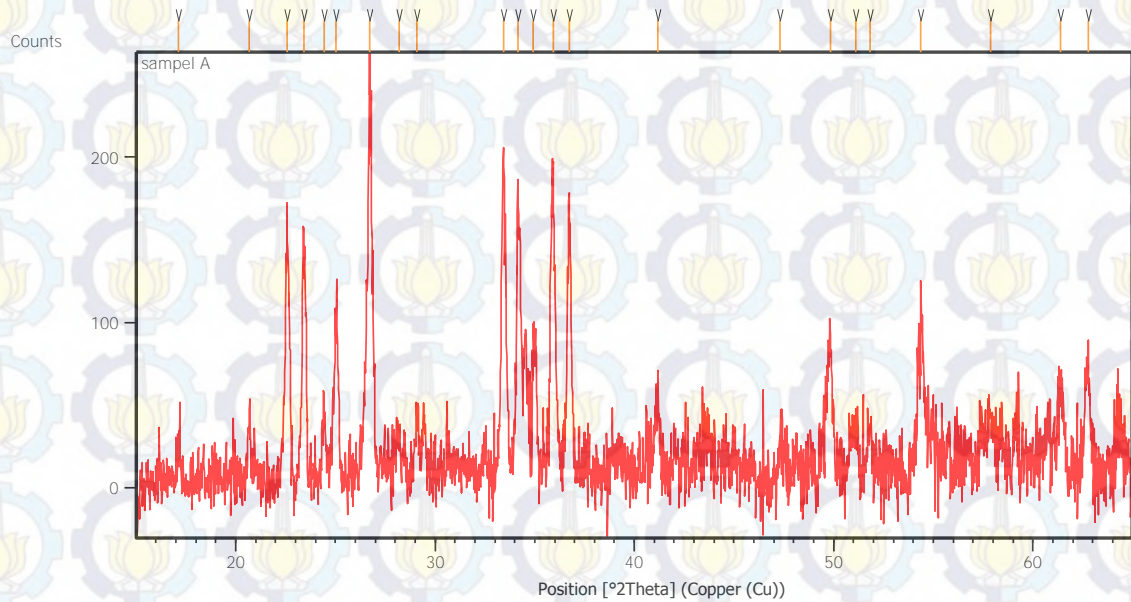
$$\% \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 = \frac{\Sigma \text{Intensitas Hematite}}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

PHASE 1: 21,65 % ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

PHASE 2: 46,61 % (LiFePO_4)

PHASE 3: 31,74% (Li_3PO_4)

➤ Komposisi Fasa LFP/C 10%



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	Left	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.1407	21.68	0.2007		5.17325	9.18
20.6728	35.81	0.2007		4.29666	15.17
22.5729	157.12	0.2007		3.93910	66.56
23.4069	144.18	0.2007		3.80059	61.07
24.4286	41.42	0.2007		3.64390	17.54
25.0391	97.71	0.2007		3.55643	41.39
26.7371	236.08	0.2007		3.33430	100.00
28.2162	19.81	0.4015		3.16280	8.39
29.1073	38.09	0.2007		3.06796	16.13
33.4518	187.54	0.1171		2.67878	79.44
34.1685	162.50	0.1673		2.62422	68.83
34.9413	75.59	0.2342		2.56793	32.02
35.9169	190.00	0.1004		2.50039	80.48
36.7570	158.66	0.1673		2.44515	67.21
41.1602	35.42	0.2676		2.19318	15.00
47.3268	23.90	0.4015		1.92080	10.12
49.8237	88.67	0.1673		1.83023	37.56
51.1320	29.74	0.4015		1.78644	12.60
51.8254	26.50	0.2342		1.76415	11.22
54.3791	80.24	0.2676		1.68719	33.99
57.8957	17.61	0.8029		1.59280	7.46
61.3959	47.66	0.3346		1.51013	20.19
62.7752	63.92	0.2676		1.48022	27.08

Komposisi Fasa *Lithium Ferro Phosphate/Grafite* (LFP/C) 10%

$$\% \text{LiFePO}_4 = \frac{\Sigma \text{Intensitas LiFePO}_4}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

$$\% \text{Li}_3\text{PO}_4 = \frac{\Sigma \text{Intensitas Li}_3\text{PO}_4}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

$$\% \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 = \frac{\Sigma \text{Intensitas Hematite}}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

$$\% \text{Grafit} = \frac{\Sigma \text{Intensitas Grafite}}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

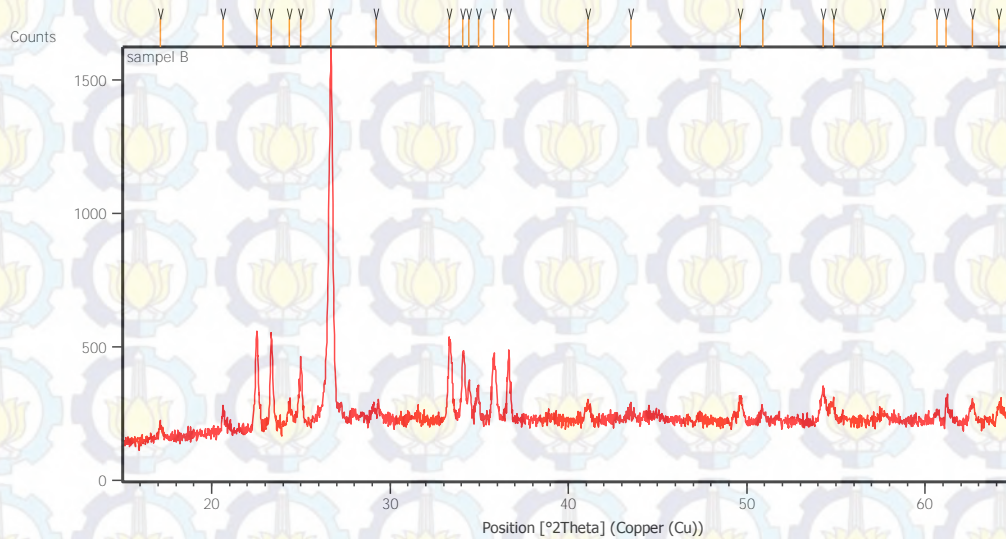
Phase 1: 28,16 % ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Phase 2: 29,62 % (LiFePO_4)

Phase 3: 28,16 % (Li_3PO_4)

Phase 4: 11,51 % (Grafit)

➤ Komposisi Fasa LFP/C 20%



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	Left	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.1449	51.54	0.2007		5.17200	3.81
20.6439	94.89	0.1004		4.30261	7.02
22.5186	359.98	0.1171		3.94846	26.62
23.3390	362.87	0.0836		3.81149	26.84
24.3477	81.37	0.2007		3.65583	6.02
24.9907	263.21	0.0669		3.56321	19.47
26.6760	1352.14	0.2175		3.34180	100.00
29.2133	46.71	0.5353		3.05707	3.45
33.3211	312.71	0.0836		2.68899	23.13
34.0706	248.68	0.0836		2.63154	18.39
34.4333	153.07	0.1004		2.60465	11.32
34.9430	123.46	0.1338		2.56781	9.13
35.7889	232.71	0.2342		2.50903	17.21
36.6683	262.20	0.0669		2.45085	19.39
41.0804	55.83	0.2676		2.19725	4.13
43.4982	23.43	0.4015		2.08056	1.73
49.6508	79.69	0.2007		1.83620	5.89
50.8907	44.98	0.2007		1.79434	3.33
54.2805	121.88	0.2342		1.69002	9.01
54.8591	73.90	0.2342		1.67356	5.47
57.6198	28.38	0.4015		1.59977	2.10
60.6807	33.56	0.2007		1.52620	2.48
61.1945	72.91	0.1338		1.51461	5.39
62.6386	68.01	0.2007		1.48312	5.03
64.1293	59.28	0.2676		1.45220	4.38

Komposisi Fasa *Lithium Ferro Phosphate/Grafit* (LFP/C) 20%

$$\% \text{LiFePO}_4 = \frac{\Sigma \text{Intensitas LiFePO}_4}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

$$\% \text{Li}_3\text{PO}_4 = \frac{\Sigma \text{Intensitas Li}_3\text{PO}_4}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

$$\% \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 = \frac{\Sigma \text{Intensitas Hematite}}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

$$\% \text{Grafit} = \frac{\Sigma \text{Intensitas Grafit}}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

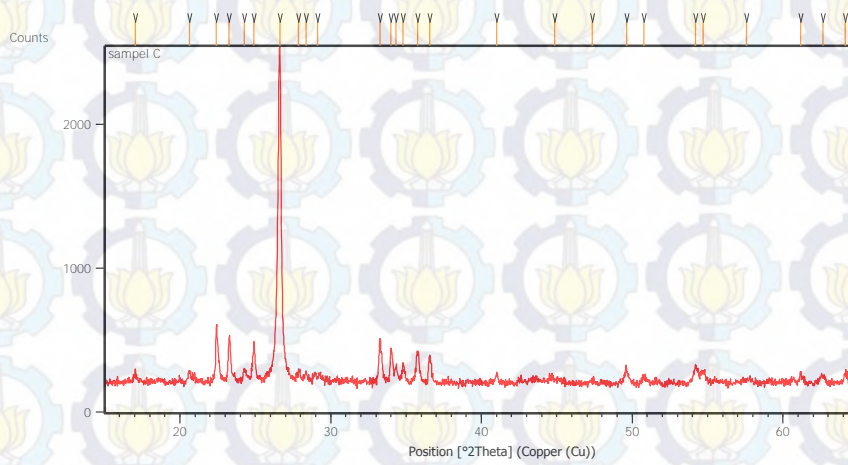
Phase 1: 17,23 % ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Phase 2: 30,63 % (LiFePO_4)

Phase 3: 23,08 % (Li_3PO_4)

Phase 4: 29,17 % (Grafit)

➤ Komposisi Fasa LFP/C 30%



Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM [$^{\circ}$ 2Th.]	Left	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
17.0264	73.80	0.1004		5.20771	3.24
20.6384	67.35	0.1338		4.30374	2.95
22.4240	380.01	0.0836		3.96492	16.67
23.2562	300.90	0.1338		3.82488	13.20
24.2492	83.12	0.1338		3.67045	3.65
24.9094	273.09	0.0836		3.57466	11.98
26.6395	2279.12	0.1673		3.34629	100.00
27.8670	64.29	0.2007		3.20163	2.82
28.3684	56.22	0.2007		3.14617	2.47
29.1406	31.31	0.5353		3.06453	1.37
33.2799	288.90	0.1004		2.69222	12.68
33.9806	208.88	0.1004		2.63830	9.16
34.3299	105.56	0.1338		2.61225	4.63
34.7998	119.05	0.1004		2.57805	5.22
35.7699	206.14	0.2007		2.51032	9.04
36.5677	185.44	0.1171		2.45737	8.14
41.0234	61.70	0.1338		2.20017	2.71
44.8514	20.65	0.8029		2.02089	0.91
47.3598	21.60	0.4015		1.91954	0.95
49.6130	102.38	0.1673		1.83751	4.49
50.7784	51.87	0.2676		1.79804	2.28
54.2134	117.48	0.1673		1.69195	5.15
54.7237	74.89	0.2007		1.67738	3.29
57.5900	20.38	0.8029		1.60053	0.89
61.1666	78.72	0.1004		1.51524	3.45
62.6441	48.03	0.3346		1.48300	2.11
64.1131	58.94	0.2007		1.45253	2.59

Komposisi Fasa *Lithium Ferro Phosphate/Grafit* (LFP/C) 30%

$$\% \text{LiFePO}_4 = \frac{\Sigma \text{Intensitas LiFePO}_4}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

$$\% \text{Li}_3\text{PO}_4 = \frac{\Sigma \text{Intensitas Li}_3\text{PO}_4}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

$$\% \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 = \frac{\Sigma \text{Intensitas Hematite}}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

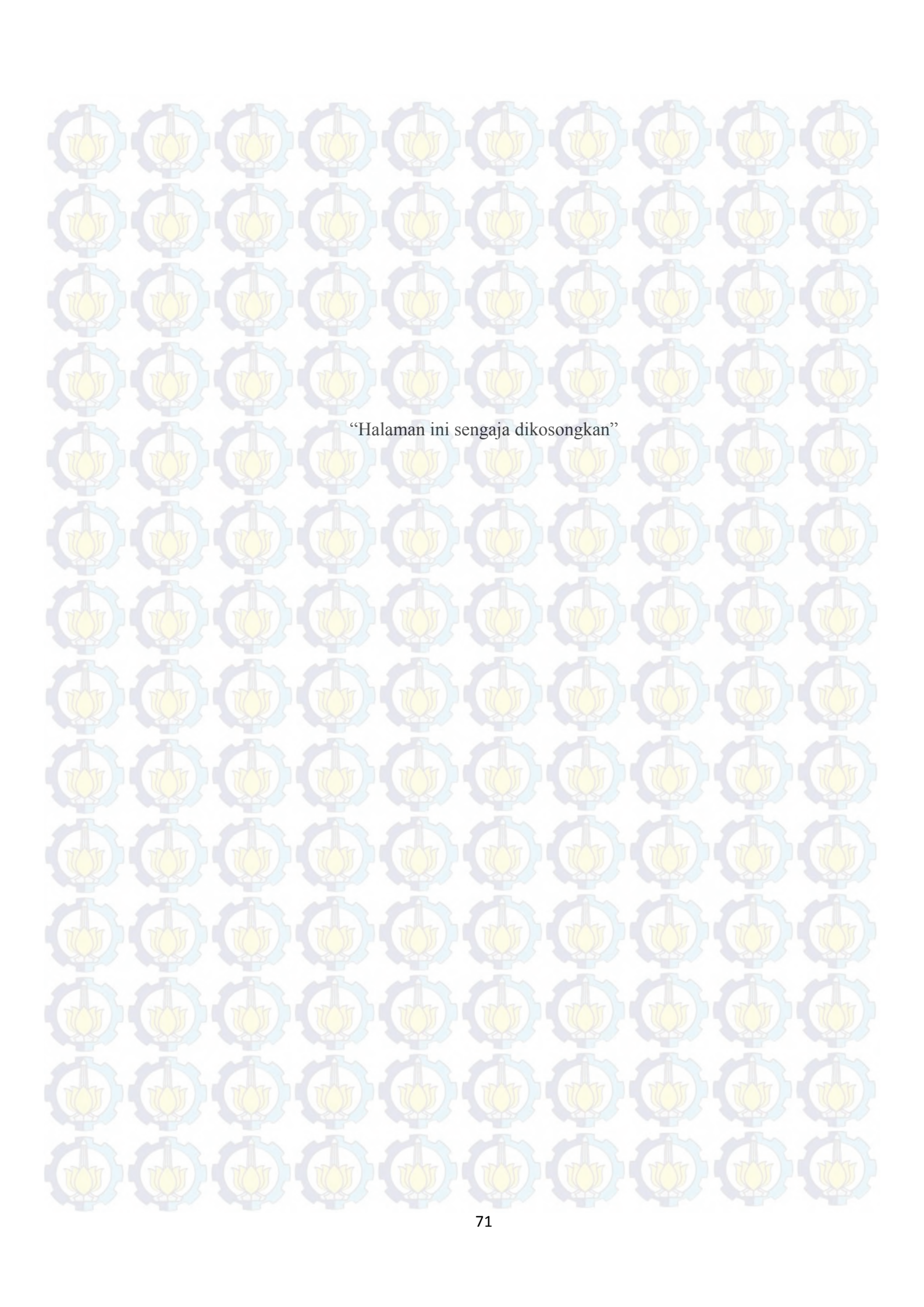
$$\% \text{Grafit} = \frac{\Sigma \text{Intensitas Grafit}}{\Sigma \text{Intensitas Total}} \times 100\%$$

Phase 1: 14,63% ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Phase 2: 25,27% (LiFePO_4)

Phase 3: 17,16% (Li_3PO_4)

Phase 4: 42,94% (Grafit)



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN 5 : Hasil Pengujian Particle Size Analyzer (PSA)

Untuk Grafit

Size Statistics Report by Intensity

v2.0



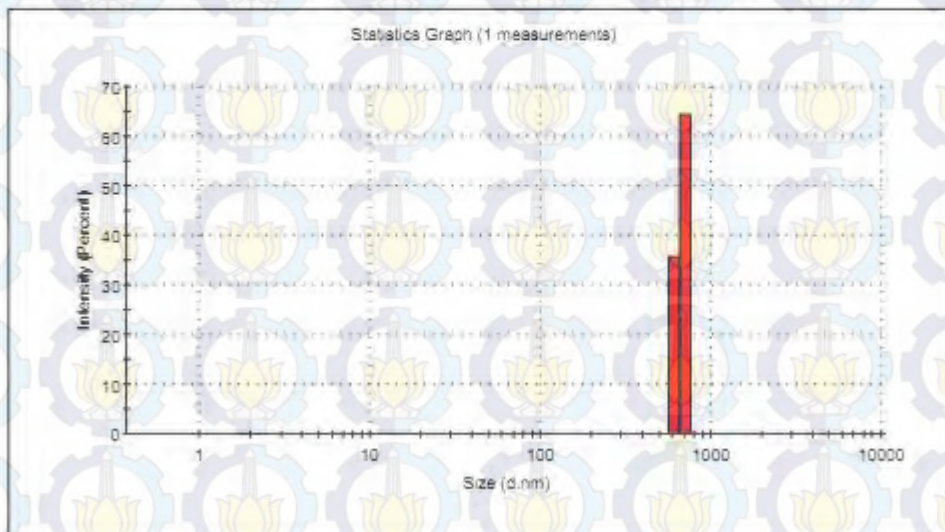
Malvern Instruments Ltd - © Copyright 2008

Sample Details

Sample Name: grafit2 2
 File Name: hem dop 0,1 Zn.dts
 SOP Name: mansettings.nano
 Measurement Date and Time: Wednesday, January 21, 2015 12:07:48 PM

Z-Average (nm): 3358.738 **Derived Count Rate (kcps):** 28768.194355...
Standard Deviation: 0 **Standard Deviation:** 0
%Std Deviation: 0 **%Std Deviation:** 0
Variance: 0 **Variance:** 0

Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent	Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent	Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent
0.4000	0.0	0.0	5.615	0.0	0.0	79.92	0.0	0.0
0.4632	0.0	0.0	6.503	0.0	0.0	91.28	0.0	0.0
0.5365	0.0	0.0	7.531	0.0	0.0	105.7	0.0	0.0
0.6213	0.0	0.0	8.721	0.0	0.0	122.4	0.0	0.0
0.7195	0.0	0.0	10.10	0.0	0.0	141.9	0.0	0.0
0.8332	0.0	0.0	11.70	0.0	0.0	164.2	0.0	0.0
0.9649	0.0	0.0	13.64	0.0	0.0	190.1	0.0	0.0
1.117	0.0	0.0	15.69	0.0	0.0	220.2	0.0	0.0
1.294	0.0	0.0	18.17	0.0	0.0	255.0	0.0	0.0
1.499	0.0	0.0	21.04	0.0	0.0	295.3	0.0	0.0
1.736	0.0	0.0	24.36	0.0	0.0	342.0	0.0	0.0
2.010	0.0	0.0	28.21	0.0	0.0	398.1	0.0	0.0
2.328	0.0	0.0	32.67	0.0	0.0	458.7	0.0	0.0
2.696	0.0	0.0	37.84	0.0	0.0	531.2	0.0	0.0
3.122	0.0	0.0	43.82	0.0	0.0	615.1	35.6	0.0
3.615	0.0	0.0	50.75	0.0	0.0	712.4	64.5	0.0
4.187	0.0	0.0	58.77	0.0	0.0	825.0	0.0	0.0
4.849	0.0	0.0	68.06	0.0	0.0	955.4	0.0	0.0



Untuk LFP

Size Statistics Report by Intensity

v2.0



Malvern Instruments Ltd. © Copyright 2008

Sample Details

Sample Name: LiFePO4 1

File Name: hem dop 0.1 Zn.dts

SOP Name: mansettings.nano

Measurement Date and Time: Wednesday, January 21, 2015 8:51:10 AM

Z-Average (nm): 372.455

Derived Count Rate (kcps): 1226933.6117...

Standard Deviation: 0

Standard Deviation: 4446.0006060...

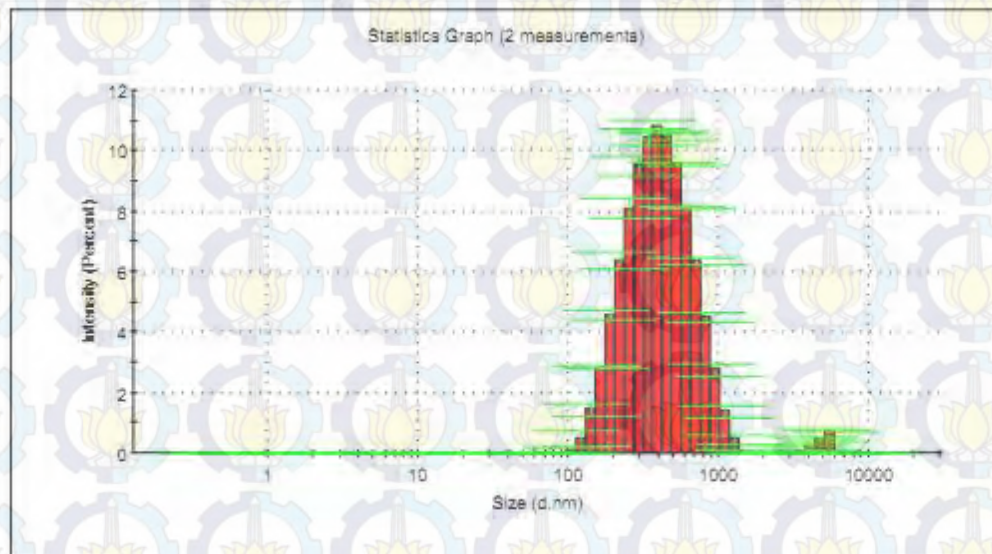
%Std Deviation: 0

%Std Deviation: 0.3623668439...

Variance: 0

Variance: 19766921.388...

Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent	Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent	Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent
0.4000	0.0	0.0	6.615	0.0	0.0	78.82	0.0	0.0
0.4632	0.0	0.0	6.603	0.0	0.0	91.28	0.0	0.0
0.5365	0.0	0.0	7.531	0.0	0.0	105.7	0.1	0.1
0.6213	0.0	0.0	8.721	0.0	0.0	122.4	0.5	0.3
0.7195	0.0	0.0	10.10	0.0	0.0	141.6	1.5	0.2
0.8332	0.0	0.0	11.70	0.0	0.0	164.2	2.9	0.0
0.9649	0.0	0.0	13.54	0.0	0.0	190.1	4.6	0.1
1.117	0.0	0.0	15.69	0.0	0.0	220.2	6.4	0.3
1.294	0.0	0.0	18.17	0.0	0.0	255.0	6.1	0.3
1.499	0.0	0.0	21.04	0.0	0.0	295.3	9.5	0.3
1.736	0.0	0.0	24.36	0.0	0.0	342.0	10.6	0.3
2.010	0.0	0.0	28.21	0.0	0.0	398.1	10.8	0.2
2.328	0.0	0.0	32.67	0.0	0.0	458.7	10.5	0.1
2.698	0.0	0.0	37.84	0.0	0.0	531.2	9.6	0.1
3.122	0.0	0.0	43.62	0.0	0.0	615.1	6.1	0.0
3.615	0.0	0.0	50.75	0.0	0.0	712.4	8.4	0.1
4.187	0.0	0.0	58.77	0.0	0.0	825.0	4.5	0.2
4.849	0.0	0.0	68.06	0.0	0.0	955.4	2.8	0.2



Untuk LFP/C 10%

Size Statistics Report by Intensity

v2.0



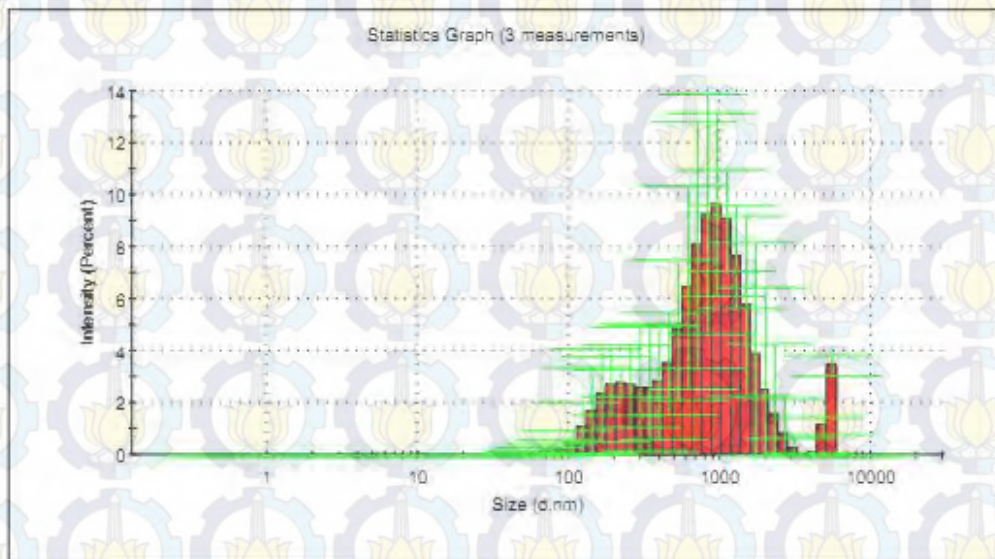
Malvern Instruments Ltd. © Copyright 2008

Sample Details

Sample Name: lfp/c-10% 1
File Name: hem dop 0.1 Zn.dts
SOP Name: mansettings.nano
Measurement Date and Time: Thursday, April 30, 2015 10:06:18 AM

Z-Average (nm): 709.1469 **Derived Count Rate (kcps):** 12871.298172...
Standard Deviation: 86.47543 **Standard Deviation:** 743.43278974...
%Std Deviation: 12.19429 **%Std Deviation:** 5.7758959493...
Variance: 7478 **Variance:** 552692.31287...

Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent	Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent	Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent
0.4000	0.0	0.0	5.615	0.0	0.0	78.82	0.2	0.3
0.4832	0.0	0.0	6.603	0.0	0.0	91.28	0.2	0.4
0.5365	0.0	0.0	7.531	0.0	0.0	105.7	0.5	0.5
0.6213	0.0	0.0	8.721	0.0	0.0	122.4	1.1	1.0
0.7155	0.0	0.0	10.10	0.0	0.0	141.6	1.7	1.7
0.8332	0.0	0.0	11.70	0.0	0.0	164.2	2.3	1.8
0.9648	0.0	0.0	13.54	0.0	0.0	193.1	2.7	1.1
1.117	0.0	0.0	15.69	0.0	0.0	220.2	2.8	0.5
1.294	0.0	0.0	18.17	0.0	0.0	255.0	2.7	1.8
1.499	0.0	0.0	21.04	0.0	0.0	295.3	2.6	2.4
1.736	0.0	0.0	24.36	0.0	0.0	342.0	2.6	2.5
2.010	0.0	0.0	28.21	0.0	0.0	395.1	2.8	2.2
2.328	0.0	0.0	32.67	0.0	0.0	458.7	3.5	2.0
2.696	0.0	0.0	37.84	0.0	0.0	531.2	4.8	2.7
3.122	0.0	0.0	43.82	0.0	0.0	615.1	6.5	3.9
3.615	0.0	0.0	50.75	0.0	0.0	712.4	8.1	4.7
4.187	0.0	0.0	58.77	0.1	0.1	825.0	9.3	4.6
4.849	0.0	0.0	68.08	0.1	0.2	955.4	9.6	3.5



Untuk LFP/C 20%

Size Statistics Report by Intensity

v2.0



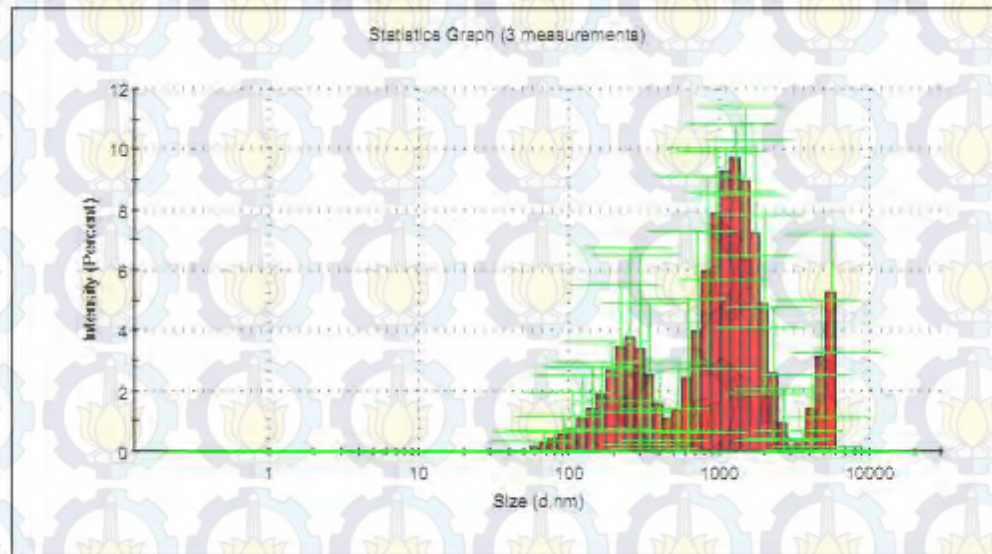
Malvern Instruments Ltd - © Copyright 2008

Sample Details

Sample Name: LFP/C 20% 1
 File Name: hem dop 0.1 Zn.dts
 SOP Name: mansettings.nano
 Measurement Date and Time: Monday, May 11, 2015 11:21:04 AM

Z-Average (nm): 782.6483 **Derived Count Rate (kcps):** 159752.34807...
Standard Deviation: 100.2996 **Standard Deviation:** 15598.353124...
%Std Deviation: 12.81541 **%Std Deviation:** 9.7640837910...
Variance: 10060 **Variance:** 243308620.19...

Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent	Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent	Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent
0.4000	0.0	0.0	5.615	0.0	0.0	78.82	0.4	0.4
0.4632	0.0	0.0	6.503	0.0	0.0	91.26	0.5	0.6
0.5365	0.0	0.0	7.531	0.0	0.0	105.7	0.8	1.2
0.6213	0.0	0.0	8.721	0.0	0.0	122.4	1.1	1.6
0.7195	0.0	0.0	10.10	0.0	0.0	141.6	1.4	1.6
0.8332	0.0	0.0	11.70	0.0	0.0	164.2	1.9	1.1
0.9649	0.0	0.0	13.54	0.0	0.0	190.1	2.7	1.0
1.117	0.0	0.0	15.69	0.0	0.0	220.2	3.4	2.1
1.294	0.0	0.0	18.17	0.0	0.0	255.0	3.7	3.0
1.499	0.0	0.0	21.04	0.0	0.0	295.3	3.4	3.1
1.736	0.0	0.0	24.36	0.0	0.0	342.0	2.5	2.4
2.010	0.0	0.0	28.21	0.0	0.0	398.1	1.6	1.2
2.328	0.0	0.0	32.67	0.0	0.0	458.7	1.1	0.4
2.698	0.0	0.0	37.84	0.0	0.0	531.2	1.4	1.8
3.122	0.0	0.0	43.82	0.0	0.0	615.1	2.4	2.7
3.615	0.0	0.0	50.75	0.0	0.0	712.4	4.0	3.3
4.167	0.0	0.0	58.77	0.1	0.2	825.0	6.9	3.2
4.849	0.0	0.0	68.06	0.2	0.4	955.4	7.9	2.2



Untuk LFP/C 30%

Size Statistics Report by Intensity

v2.0



Malvern Instruments Ltd - © Copyright 2008

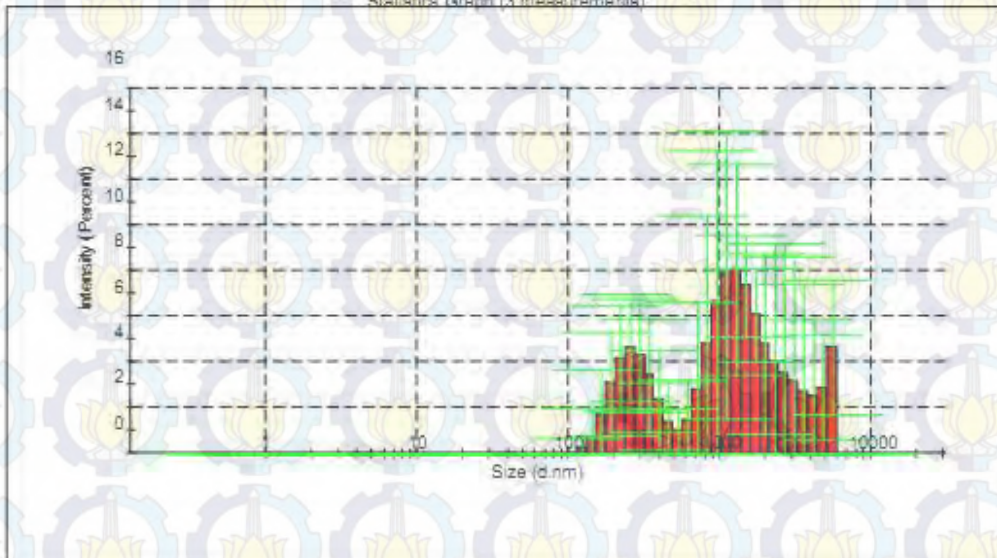
Sample Details

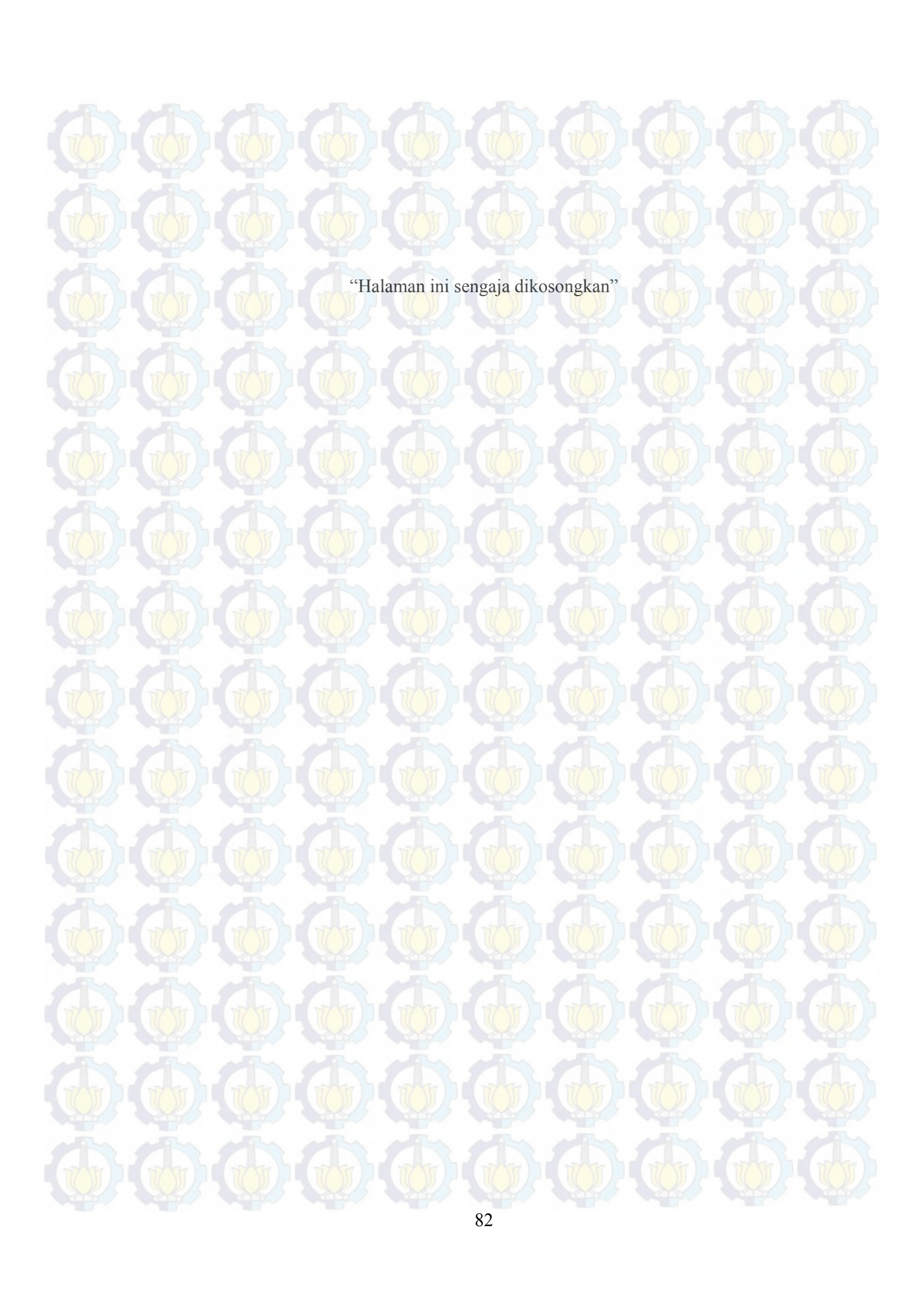
Sample Name: LFP/C 30% 1
 File Name: hem dop 0.1 Zn.dts
 SOP Name: mansettings.nano
 Measurement Date and Time: Monday, May 11, 2015 11:09:21 AM

Z-Average (nm): 874.4131 Derived Count Rate (kcps): 153315.32335...
 Standard Deviation: 97.64732 Standard Deviation: 14376.008156...
 %Std Deviation: 11.16718 %Std Deviation: 9.3767588535...
 Variance: 9535 Variance: 206669610.52...

Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent	Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent	Size d.nm	Mean Intensity Percent	Std Dev Intensity Percent
0.4000	0.0	0.0	5.615	0.0	0.0	78.82	0.0	0.0
0.4832	0.0	0.0	6.503	0.0	0.0	91.28	0.0	0.0
0.5385	0.0	0.0	7.531	0.0	0.0	105.7	0.0	0.0
0.6213	0.0	0.0	8.721	0.0	0.0	122.4	0.2	0.4
0.7195	0.0	0.0	10.10	0.0	0.0	141.8	0.7	1.3
0.8332	0.0	0.0	11.70	0.0	0.0	164.2	1.7	1.9
0.9549	0.0	0.0	13.54	0.0	0.0	190.1	3.0	2.3
1.117	0.0	0.0	15.69	0.0	0.0	220.2	4.2	2.3
1.294	0.0	0.0	18.17	0.0	0.0	255.0	4.8	2.4
1.499	0.0	0.0	21.04	0.0	0.0	295.3	4.3	2.5
1.735	0.0	0.0	24.38	0.0	0.0	342.0	3.4	2.5
2.010	0.0	0.0	28.21	0.0	0.0	398.1	2.3	2.2
2.328	0.0	0.0	32.67	0.0	0.0	458.7	1.4	1.7
2.695	0.0	0.0	37.84	0.0	0.0	531.2	1.0	1.0
3.122	0.0	0.0	43.82	0.0	0.0	615.1	1.4	1.8
3.615	0.0	0.0	50.75	0.0	0.0	712.4	2.8	3.8
4.187	0.0	0.0	58.77	0.0	0.0	825.0	4.8	5.5
4.849	0.0	0.0	68.08	0.0	0.0	955.4	8.8	8.8

Statistics (Graph 1) measurements





“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN 6: Hasil Pengujian Konduktivitas Listrik LFP dan LFP/C

$$\begin{aligned}\text{Diameter (d)} &= 1,55 \text{ cm} \\ \text{Jari-jari (r)} &= 0,775 \text{ cm} \\ \text{Tebal (l)} &= 0,27 \text{ cm} \\ \text{Luas (A)} &= 3,14 \times (0,775)^2 \\ &= 1,885 \text{ cm}^2\end{aligned}$$

$$R = \rho l / A$$

Atau

$$\rho = R A / l$$

➤ untuk penambahan grafit 10%

$$\begin{aligned}\rho &= 0,871 \times 1,885 / 0,27 \\ &= 0,164 \text{ 1}/\Omega\end{aligned}$$

maka konduktivitas listrik

$$\begin{aligned}\sigma &= 1 / \rho \\ &= 1 / 0,164 \\ &= 6,097 \text{ mS/cm}\end{aligned}$$

➤ untuk penambahan grafit 20%

$$\begin{aligned}\rho &= 0,996 \times 1,885 / 0,27 \\ &= 0,143 \text{ 1}/\Omega\end{aligned}$$

maka konduktivitas listrik

$$\begin{aligned}\sigma &= 1 / \rho \\ &= 1 / 0,143 \\ &= 6,993 \text{ mS/cm}\end{aligned}$$

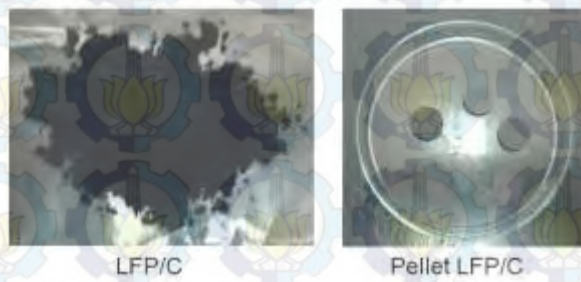
➤ untuk penambahan grafit 30%

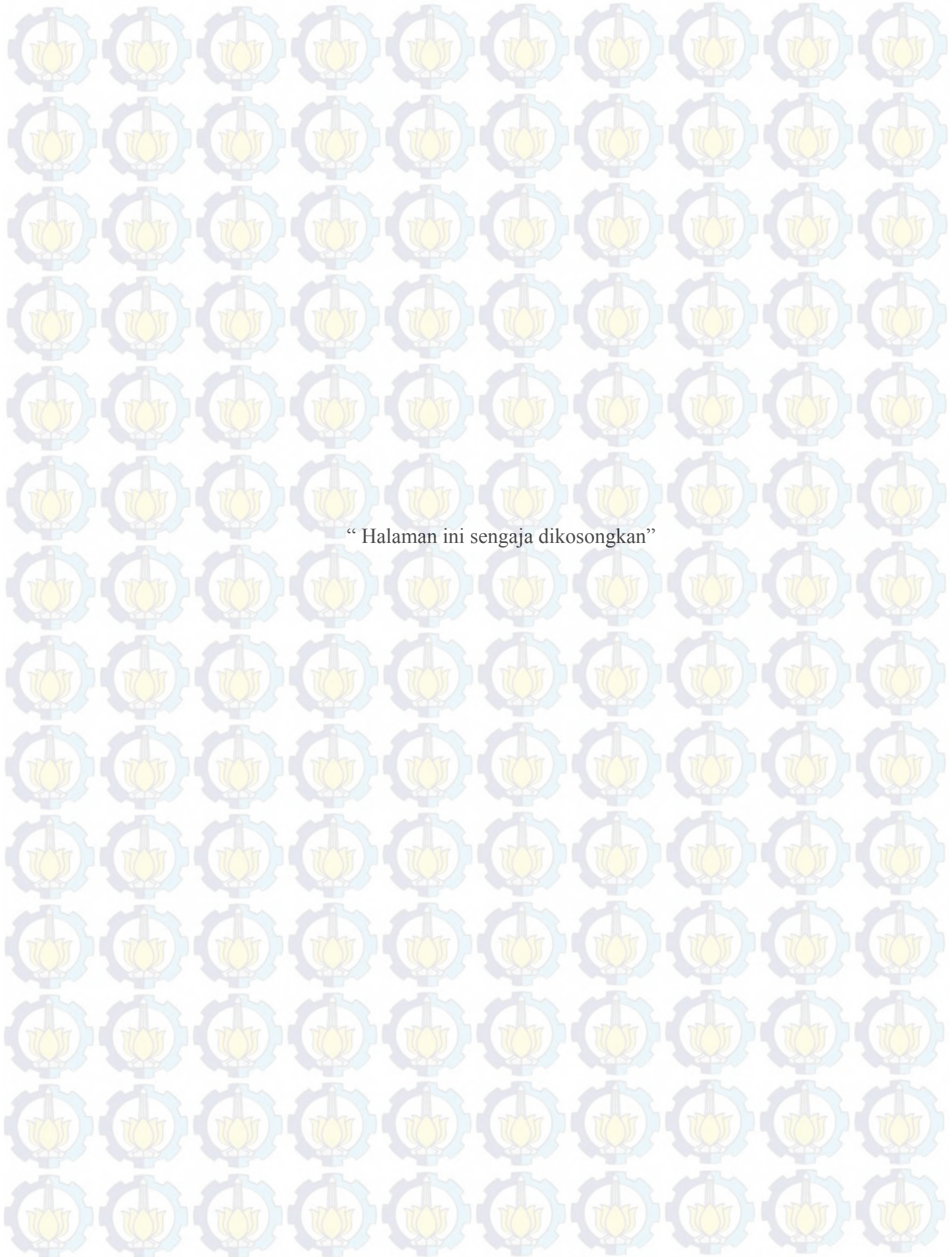
$$\begin{aligned}\rho &= 1,205 \times 1,885 / 0,27 \\ &= 0,119 \text{ 1}/\Omega\end{aligned}$$

maka konduktivitas listrik

$$\begin{aligned}\sigma &= 1 / \rho \\ &= 1 / 0,119 \\ &= 8,403 \text{ mS/cm}\end{aligned}$$

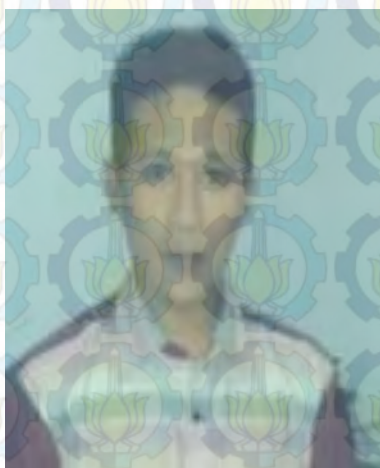
LAMPIRAN 7 : Dokumentasi





“ Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIOGRAFI PENULIS



Penulis merupakan anak ke-6 dari tujuh bersaudara dari pernikahan Bapak Munadi dan Ibu Sulikah. Pada 6 Oktober 1988 penulis dilahirkan dengan nama Ali Mufid di desa sekaran Kec. Sekaran Kab. Lamongan, Provinsi Jawa Timur. Penulis mengenyam pendidikan dasar di MIMA NU Sekaran pada tahun 1995-2001, kemudian pendidikan menengah pertama di SMP N 1 Maduran pada tahun 2002-2005, sedangkan pendidikan menengah atas diselesaikan di SMA Wachid Hasjim Parengan pada tahun 2005-2008. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan tingkat perguruan tinggi di Universitas Islam Negeri (UIN) Malang di Jurusan Fisika pada tahun 2008-2012. Setelah lulus, penulis berkesempatan untuk melanjutkan pendidikan pascasarjana di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya di Jurusan Fisika dengan memilih bidang keahlian Fisika Material pada semester ganjil tahun 2013.

Bidang penelitian penulis adalah Material, khususnya terkait Rekayasa Material dan Analisis karakterisasi bahan. Selama menjalani studi di jurusan Fisika ITS, penulis berkesempatan untuk mengikuti *international conferences materials research society (MRS)id* di Bali 2014, dan International Conference on Advanced Materials Science and Technology di Semarang 2015, *Nanoscience and Nanotechnology Symposium (NNS)* Di Solo 2015. Penulis juga berkesempatan untuk mempublikasikan hasil penelitian di *Jurnal Fisika dan Aplikasinya* (neutrino) UIN Malang tahun 2014. Selain dunia pendidikan, penulis juga gemar badminton, musik dan baca buku.

Bagi para pembaca yang tertarik dengan topik penelitian penulis, bisa menghubungi email berikut:

muvidphysics@gmail.com atau mufid13@mhs.physics.its.ac.id

Semoga Bermanfaat,, 😊 😊 😊