



TUGAS AKHIR – TL 141584

**ANALISIS PENGARUH KOMPOSISI GLYCINE PADA
PROSES SINTESA ANODA Fe_2O_3 UNTUK APLIKASI
BATERAI ION LITHIUM**

**AGNY MUCHAMAD NUREZA
NRP 2713 100 126**

Dosen Pembimbing :
Lukman N., S.T., M.Sc.Eng., Phd
Budi Agung, S.T., M.Sc

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2017

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT – TL 141584

**THE EFFECT OF GLYCINE COMPOSITON TO Fe_2O_3
ANODE SYNTHESIS PROCESS FOR APPLICATION
BATTERY ION LITHIUM**

**AGNY MUCHAMAD NUREZA
NRP 2713 100 126**

Advisors :
Lukman N., S.T., M.Sc.Eng., Phd
Budi Agung, S.T., M.Sc

Materials and Metallurgical Engineering Department
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institut of Technology
Surabaya 2017

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

LEMBAR PENGESAHAN

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Teknik

Pada

Bidang Studi Korosi dan Analisa Kegagalan

Program Studi S-1 Departemen Teknik Material dan Metalurgi

Fakultas Teknologi Industri

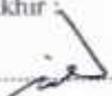
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh

AGNY MUCHAMAD NUREZA

NRP 2713 100 126

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Lukman N., S.T., M.Sc.Eng., Phd.  (Pembimbing I)

2. Budi Agung, S.T., M.S.  (Pembimbing II)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

Analisis Pengaruh Komposisi Glycine Pada Proses Sintesa Anoda Fe₂O₃ Untuk Aplikasi Baterai Ion Lithium

Nama : Agny Muchamad Nureza
NRP : 2713100126
Jurusan : Teknik Material
Pembimbing : Lukman N., S.T., M.Sc.Eng, Phd
Budi Agung, S.T., M.Sc

ABSTRAK

Pengembangan dan penelitian terhadap baterai telah lama dilakukan untuk menghasilkan baterai yang memiliki kapasitas energi yang tinggi dan mampu digunakan dalam waktu lama. Pada penelitian ini akan dilakukan Sintesa anoda Fe₂O₃ dengan variasi komposisi glycine sebesar 9 mmol, 12 mmol dan 15 mmol pada temperatur hidrothermal 160 °C, setelah serbuk Fe₂O₃ berhasil di dapat dilakukan proses kalsinasi untuk pelapisan carbon. Dari hasil pengujian XRD didapatkan puncak yang sesuai dengan standar -Fe₂O₃ pada ketiga sample dengan variasi penambahan glycine, pada ketiga sample yang dikalsinasi terjadi pembentukan senyawa baru berupa Fe₃O₄. Dari hasil pengujian struktur mikro dilakukan pengujian SEM dan TEM, pada sample 12 mmol memiliki diameter terbesar dan terbentuk *nanoelips* yang sempurna , Dari hasil uji EIS(*Electrochemical Impedance Spectroscopy*) didapatkan sample 12 mmol memiliki nilai konduktivitas yang terbaik sebesar 8.26×10^{-5} . Dari hasil uji CV(*Cyclic Voltametri*) sample sample 12 mmol sebesar V 0.82 memberikan tingkat interkalase/deinterkalase yang paling baik. Dari hasil uji CD (*Charge-Discharge*) sample 12 mmol menunjukkan kapasitas terbesar dengan kapasitas *charge* sebesar 428.4mAh/g dan *discharge* sebesar 300.1 mAh/g.

Kata kunci : Lithium ion batteries, Glycine, Fe₂O₃, Hydrothermal, carbon coated

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

The Effect of Glycine Composition To Fe₂O₃ Anode Synthesis Process For Application Battery Ion Lithium

Nama : Agny Muchamad Nureza
NRP : 2713100126
Jurusan : Teknik Material
Pembimbing : Lukman N., S.T., M.Sc.Eng, Phd
Budi Agung, S.T., M.Sc

ABSTRACT

Battery development and research has long been done to produce batteries that have high energy capacity and can be used in a long time. The Fe₂O₃ anode synthesis was carried out by variation of glycine composition by 9 mmol, 12 mmol and 15 mmol at hydrothermal temperature of 160 °C, after the Fe₂O₃ powder succeeded in the calcination process for coating carbon. From the XRD test results obtained peaks that correspond to the standard -Fe₂O₃ in the three samples with variations in the addition of glycine, on the three samples calcined appear a new compound is Fe₂O₃. From the results of microstructure testing performed SEM and TEM test, , in sample 12 have a greatest diameter and formed nanoelips,. From the result of EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*) test we got sample 12 mmol have a greatest conductivity is 8.26×10^{-5} . From result of CV (*Cyclic Voltametri*) sample at 12 mmol equal is V 0.82 give lithium ion easy to do intercalation/deintercalation . From the results of the CD test (*Charge-Discharge*) sample 12 mmol charge capacity at 428.4 mAh /g and discharge at 300.1 mAh/g,

***Kata kunci : Lithium ion batteries, Glycine, Fe₂O₃,
Hidrothermal, carbon coated***

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, karena atas segala rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir yang berjudul “**Analisa Pengaruh Komposisi Glycine Pada Proses Sintesa Anoda Fe₂O₃ untuk Aplikasi Baterai Ion Lithium**”.

Selama melaksanakan dan menyelesaikan Tugas Akhir ini, penulis banyak menerima bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada :

1. Allah SWT, yang telah memberikan kami rahmat dan karunia hingga saat ini.
2. Kedua orang tua tercinta, Bapak Nurgoha dan Ibu Intan, serta kedua kakak saya Nitya dan Yura yang selalu memberikan dukungan moriil dan materiil yang luar biasa.
3. Bapak Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.Eng., Phd selaku dosen pembimbing I yang telah sabar memberikan bimbingan dan dukungan kepada penulis untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.
4. Bapak Budi Agung S.T., M.Sc. selaku dosen pembimbing II dan dosen wali yang tidak bosan untuk selalu memberikan arahan dan masukan kepada penulis serta perhatian kepada mahasiswa-mahasiswa dalam menempuh proses perkuliahan ini.
5. Tim dosen penguji dan seluruh staf dosen serta karyawan di Departemen Teknik Material FTI-ITS.
6. Mas Ridah, Mba Iis, mas dafiq yang telah membantu penulis dalam pembuatan dan pengujian spesimen.
7. Pihak Lipi Fisika Serpong yang telah membantu saya dalam menyelesaikan skripsi baterai
8. Igfar, Kresna, Ikiw, Maul, Ilmi, Cebung, Rizal, Ayu, Nia, Badi, Suju, fikri adi, Adhiyaksa dan Naufal Iqbal

yang telah menemani dan menjadi pasukan Laboratorium Korosi.

9. Teman-teman MT 15 dan HMMT FTI-ITS.

10. Dan semua pihak yang turut serta membantu dan memberikan motivasi yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Penulis berharap semoga Allah SWT Berkenan membalas segala kebaikan yang penulis peroleh dari berbagai pihak yang telah membantu penulis. Penulis sadar bahwa masih banyak kekurangan pada penyusunan laporan Tugas Akhir ini dan mengharapkan kritik serta saran agar dapat lebih baik kedepannya.

Surabaya, Juni 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Baterai Lithium.....	5
2.2 Parameter Penting baterai.....	7
2.2.1 Kerapatan energy.....	7
2.2.2 Temperatur Operasi.....	7
2.2.3 Cycle.....	7
2.3 Prinsip Kerja Baterai Lithium.....	10
2.4 Dasar-dasar Elektrokimia.....	12
2.5 Karakteristik Anoda Baterai Lithium.....	15
2.6 Material Anoda Fe ₂ O ₃	16
2.7 Penambahan Glycine.....	19
2.8 Temperatur Hydrothermal.....	20
2.9 <i>Carbon Based Composite</i>	22
2.10 Elektrolit.....	23
2.11 <i>Cyclic voltammetry (CV)</i>	24
2.12 Charge-Discharge (CD).....	26
2.13 Penelitian Sebelumnya.....	27
2.14 Variasi PVDF dan SA.....	30

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian	33
3.2 Bahan Penelitian	34
3.3 Peralatan Penelitian.....	35
3.4 Metode Penelitian	36
3.5 Pengujian	39
3.6 Rancangan Penelitian.....	50

BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pengujian XRD Fe_2O_3	51
4.2 Hasil Pengujian TEM dan SEM Fe_2O_3	54
4.2.1 Serbuk Fe_2O_3 penambahan 9 mmol	54
4.2.2 Serbuk Fe_2O_3 penambahan 12 mmol	58
4.2.3 Serbuk Fe_2O_3 penambahan 15 mmol	61
4.3 Hasil Pengujian <i>EIS</i> pada anoda Fe_2O_3	65
4.3.1 Anoda Fe_2O_3 penambahan 9 mmol.....	65
4.3.2 Anoda Fe_2O_3 penambahan 12 mmol.....	69
4.3.3 Anoda Fe_2O_3 penambahan 15 mmol.....	71
4.3.4 Perbandingan Nilai Konduktivitas Listrik dan Impedansi	73
4.4 Hasil Pengujian CV Pada Anoda Fe_2O_3	74
4.4.1 Anoda Fe_2O_3 penambahan 9 mmol.....	74
4.4.2 Anoda Fe_2O_3 penambahan 12 mmol.....	78
4.4.3 Anoda Fe_2O_3 penambahan 15 mmol.....	81
4.4.4 Perbandingan Nilai Potensial Redoks	84
4.5 Hasil Pengujian CD Pada Anoda Fe_2O_3	85
4.5.1 Anoda Fe_2O_3 penambahan 9 mmol.....	85
4.5.2 Anoda Fe_2O_3 penambahan 12 mmol.....	87
4.5.3 Anoda Fe_2O_3 penambahan 15 mmol.....	88
4.5.4 Perbandingan Kapasitas Charge-discharge	89

BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan	90
5.2 Saran	90

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

BIOGRAFI PENULIS

DAFTAR GAMBAR

2.1	Perbandingan Beberapa Teknologi Baterai Pada Spesifik Power dan Spesifik Energy Density	6
2.2	Kombinasi Komponen Baterai Ion Lithium	9
2.3	Reaksi baterai Lithium dan Permukaan Lapisan SEI	11
2.4	Prinsip Operasi Baterai Lithium Ion Selama Charge dan Discharge	13
2.5	Perkembangan Material Katoda dan Anoda	15
2.6	Struktur Kristal Fe_2O_3	18
2.7	Alat hydrothermal PTFE Teflon	22
2.8	CV pada Proses Difusi <i>Reversible</i>	25
2.9	Karakteristik dari Discharge Terhadap Level tegangan	26
2.10	Morfologi Elliptical Fe_2O_3 pada FESEM	27
3.1	Diagram Alir Percobaan	34
3.2	A) larutan $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ B) Autoclave	36
3.3	A) Alat sentrifugal B) pencucian larutan Fe_2O_3	37
3.4	Serbuk Fe_2O_3 pengeringan udara bebas	38
3.5	SEM di jurusan Teknik Material ITS	41
3.6	Skema kerja XRD	42
3.7	Contoh grafik Pengujian XRD	43
3.8	Mesin XRD PAN analytical	45
3.9	Gambar Hasil Charging dan Discharging	46
3.10	Hasil kurva dari pengujian spektroskopi	47
3.11	<i>Voltamogram</i> Hubungan Arus Terhadap Potensial	50
4.1	<i>XRD pattern</i> pada serbuk Fe_2O_3	52
4.2	<i>XRD pattern</i> pada serbuk Fe_2O_3 yang dikalsinasi	53
4.3	Struktur mikro Fe_2O_3 <i>non-coated</i> pengamatan SEM penambahan 9 mmol glycine	54
4.4	Struktur mikro Fe_2O_3 Coated carbon pengamatan SEM penambahan 9 mmol glycine	55
4.5	Hasil pengujian TEM pada material Fe_2O_3 Coated carbon penambahan 9 mmol glycine	57
4.6	Struktur mikro Fe_2O_3 <i>non-coated</i> pengamatan SEM penambahan 12 mmol glycine	58
4.7	Struktur mikro Fe_2O_3 Coated carbon pengamatan SEM penambahan 12 mmol glycine	59
4.8	Hasil pengujian TEM pada material Fe_2O_3 Coated carbon penambahan 12 mmol glycine	61

4.9	Struktur mikro Fe_2O_3 <i>non-coated</i> pengamatan SEM penambahan 15 mmol glycine.....	61
4.10	Struktur mikro Fe_2O_3 Coated carbon pengamatan SEM penambahan 15 mmol glycine	62
4.11	Hasil pengujian TEM pada material Fe_2O_3 <i>Coated carbon</i> penambahan 12 mmol glycine.....	64
4.12	Hasil pengujian EIS Nyquist Plot pada elektroda Fe_2O_3 dengan penambahan 9 mmol glycine.....	66
4.13	Hasil pengujian EIS Plot Bode $ Z $ pada penambahan 9 mmol glycine	68
4.14	Hasil pengujian EIS Plot Nyquist pada elektroda Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol glycine	69
4.15	Hasil pengujian EIS Plot Bode $ Z $ pada sample Fe_2O_3 penambahan 12 mmol glycine.....	70
4.16	Hasil pengujian EIS Plot Nyquist pada elektroda Fe_2O_3 dengan penambahan 15 mmol glycine.....	71
4.17	Hasil pengujian EIS Plot Bode $ Z $ pada sample Fe_2O_3 penambahan 12 mmol glycine.....	72
4.18	Cycle Voltammogram Fe_2O_3 dengan 9 mmol Glycine.....	76
4.19	Cycle Voltammogram Fe_2O_3 dengan 12 mmol Glycine.....	78
4.20	Cycle Voltammogram Fe_2O_3 dengan 15 mmol Glycine.....	81
4.21	Hasil pengujian <i>Charge–Discharge</i> Menggunakan <i>C–Rates</i> 0,1C dengan penambahan 9 mmol Glycine	86
4.22	Hasil Pengujian <i>Charge–Discharge</i> Menggunakan <i>C–Rates</i> 0,1C dengan penambahan 12 mmol Glycine	87
4.23	Hasil Pengujian <i>Charge–Discharge</i> Menggunakan <i>C–Rates</i> 0,1C dengan penambahan 15 mmol.....	88

DAFTAR TABEL

2.1	Sejarah perkembangan baterai.....	5
2.2	Potensial dan Kapasitas Teoritik dari Metal Oksida.....	17
2.3	Elektrolit Yang Digunakan pada <i>Cell Coin Ion Lithium</i>	23
2.4	Penelitian Sebelumnya	27
3.1	Informasi Difraksi pada XRD.....	44
3.2	Perencanaan pengujian Anoda Fe_2O_3	50
4.1	Presentase jumlah komposisi unsur pada serbuk Fe_2O_3 penambahan 9 mmol glycine.....	56
4.2	Presentase jumlah komposisi unsur pada serbuk Fe_2O_3 penambahan 12 mmol glycine.....	59
4.3	Presentase jumlah komposisi unsur pada serbuk Fe_2O_3 penambahan 15 mmol glycine.....	63
4.4	Perbandingan Nilai Konduktivitas Listrik dan Impedansi pada Fe_2O_3 penambahan 9 mmol.....	67
4.5	Perbandingan Nilai Konduktivitas Listrik dan Impedansi pada Fe_2O_3 penambahan 12 mmol glycine	70
4.6	Perbandingan Nilai Konduktivitas Listrik dan Impedansi pada Fe_2O_3 penambahan 15 mmol	72
4.7	Perbandingan nilai konduktivitas listrik dan impedansi anoda Fe_2O_3	73
4.8	Nilai Potensial redoks Fe_2O_3 dengan penambahan 9mmol glycine	77
4.9	Nilai Potensial redoks Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol glycine	80
4.10	Nilai Potensial redoks Fe_2O_3 dengan penambahan 15 mmol glycine	83
4.11	Perbanding nilai potensial redoks Fe_2O_3	84
4.12	Perbandingan kapasitas <i>charge-discharge</i> pada anoda Fe_2O_3	89

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan akan energy terbarukan seperti baterai, panas bumi, dan *fuel cell* sangat dibutuhkan belakangan ini, dengan semakin majunya teknologi maka kebutuhan akan perangkat yang mampu menyimpan energi dan dapat menyediakan pasokan energy yang berkesinambungan kini menjadi perhatian utama. Perangkat penyimpan energi yang berpotensi untuk dikembangkan lebih lanjut yaitu baterai.

Pengembangan dan penelitian terhadap baterai telah lama dilakukan untuk menghasilkan baterai yang memiliki kapasitas energi yang tinggi dan mampu digunakan dalam waktu lama. Baterai Lithium ion menjadi perhatian sebab memiliki kepadatan energi, tegangan output dan fleksibilitas yang baik sehingga dapat digunakan sebagai sumber *rechargeable power* untuk perangkat elektronik (Valvo, dkk. 2013). Baterai Lithium ion sendiri terbagi atas tiga komponen utama yakni anoda, katoda dan elektrolit. Bahan yang pada umumnya digunakan sebagai anoda ialah grafit sebab memiliki harga yang lebih murah, umur pakai lebih lama dan ramah lingkungan, namun yang menjadi perhatian yakni kapasitas energi karbon yang relatif rendah, yakni hanya berkisar 372 mAh/g dan tentu saja tidak akan mampu memenuhi kebutuhan perangkat elektronik yang kini semakin membutuhkan kapasitas yang besar. Diantara pilihan bahan anoda, salah satu yang menjanjikan yakni pemanfaatan oksida logam, dimana terdapat beberapa keunggulan yang dimiliki antara lain Kapasitas yang besar, ketersediaan luas dan ramah lingkungan (Wang dkk, 2014). Penggunaan senyawa berbasis besi seperti Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , FeOOH dll telah menjadi perhatian sebab biaya pembuatan dan dampak lingkungan yang ditimbulkan rendah, yang menarik kapasitas spesifik yang dihasilkan jauh lebih tinggi dari grafit. (Hang, dkk. 2007)



Laporan Tugas Akhir Departemen Teknik Material FTI-ITS

Penelitian untuk meningkatkan performa anoda Fe_2O_3 terutama dalam hal peningkatan kemampuan *cycle* terus dilakukan, salah satunya dengan melakukan rekayasa terhadap bentuk morfologi Fe_2O_3 . Berbagai struktur telah disintesis untuk meningkatkan kemampuan Fe_2O_3 seperti *nanowires*, *nanoroads*, *nanoflakes*, *hollow spheres*, *flower* dan *ellips*. Seperti sintesis Fe_2O_3 dengan penambahan pelarut organik PEG400 menunjukkan perubahan morfologi dari *rod-like* menjadi *plat-like*. Selain itu diketahui jika pemanasan *hydrothermal* dan komposisi akan mempengaruhi pembentukan struktur dari Fe_2O_3 . Ketika *mikro-platelet* Fe_2O_3 *hexagonal* digunakan dalam baterai Li-ion kapasitas awal yang diperoleh sebesar 674,9 mAh/g. (Lihong dan Yungui, 2013)

Penelitian serupa juga dilakukan namun dengan penambahan *Lysine* dan *L-arginine* dalam sintesa Fe_2O_3 . *Lysine* dan *L-arginine* mampu berfungsi sebagai hidrolisis control yang memungkinkan untuk penyeragaman ukuran butir. Hasil yang diperoleh menunjukkan jika penambahan *lysine* pada temperatur 180°C akan membuat bentuk morfologi Fe_2O_3 menjadi *microspheres* sedangkan penambahan *L-arginine* membentuk morfologi Fe_2O_3 menjadi nanopartikel (Zhang dkk, 2012). Ditempat yang berbeda penelitian lain juga dilakukan dengan penambahan *Glycine* pada proses sintesis Fe_2O_3 . *Glycine* yang digunakan dengan bahan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ untuk mensintesis Fe_2O_3 pada temperatur 140°C selama 10 jam. Morfologi Fe_2O_3 yang diperoleh berupa *elliptical*, kapasitas yang dihasilkan mampu mencapai kapasitas stabil hingga 1164 mAh/g, dengan densitas arus 100 mA/g pada siklus ke 60. Kondisi ini menunjukkan jika komposisi *glycine*, temperature *hydrothermal*, dan waktu *hydrothermal* sangat mempengaruhi pembentukan morfologi Fe_2O_3 dan performa dari baterai.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesa Fe_2O_3 dengan melakukan variasi penambahan *glycine* sebesar 9 mmol, 12 mmol dan 15 mmol. *Glycine* merupakan salah satu jenis asam amino dimana penambahan *glycine* akan menjadi control *hydrolysis*



sehingga diharapkan mampu membentuk morfologi *elliptical*, peningkatan kapasitas dan memiliki stabilitas yang tinggi pada anoda Fe_2O_3 .

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka rumusan masalah dalam penelitian ini antara lain:

1. Bagaimana pengaruh komposisi *glycine* terhadap morfologi anoda Fe_2O_3 pada proses sintesa?
2. Bagaimana pengaruh komposisi *glycine* pada sintesa anoda Fe_2O_3 terhadap performa elektrokimia baterai lithium ion ?
3. Bagaimana pengaruh coating carbon pada anoda Fe_2O_3 terhadap performa elektrokimia baterai lithium ion ?

1.3 Batasan Masalah

Untuk mendapatkan hasil akhir yang sesuai dengan yang diinginkan serta tidak menyimpang dari permasalahan yang ditinjau, maka batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Ukuran butir pada *precursor* dianggap homogen
2. Temperatur saat *hydrothermal* tetap konstan
3. Komposisi karbon dianggap sama

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Menganalisis pengaruh komposisi *glycine* terhadap morfologi anoda Fe_2O_3 pada proses sintesa.
2. Menganalisis pengaruh komposisi *glycine* pada sintesa anoda Fe_2O_3 terhadap performa elektrokimia baterai lithium ion.
3. Menganalisis pengaruh coating carbon pada anoda Fe_2O_3 terhadap performa elektrokimia baterai lithium ion.

1.5 Manfaat Penelitian



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

Manfaat dari penelitian ini ditujukan kepada peneliti lain, industri, dan mahasiswa, yang dapat diuraikan sebagai berikut:

1. Mendapatkan komposisi glycine untuk mendapatkan performa elektrokimia terbaik dari anoda Fe_2O_3 untuk baterai lithium-ion
2. Mendapatkan komposisi coating carbon dengan hasil elektrokimia terbaik pada anoda Fe_2O_3
3. Sebagai referensi dalam melakukan penelitian selanjutnya untuk mengembangkan baterai lithium ion



BAB II KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

2.1 Baterai Lithium

Pada mulanya Baterai litium *non-rechargeable* ditemukan pada tahun 1970. Setelah itu berbagai usaha dilakukan dalam mengembangkan baterai litium *rechargeable* sampai 1980 tetapi gagal karena masalah keselamatan, Hal ini dipengaruhi karena sifat yang tidak stabil dari litium metal. Penelitian untuk memperoleh sel baterai terus dilakukan hingga pada tahun 1990 perusahaan sony berhasil mengkomersilkan baterai litium ion. Berikut Tabel 2.1 yang memperlihatkan rangkuman sejarah perkembangan baterai.

Tabel 2.1 Sejarah perkembangan baterai

Tahun	Peneliti (Negara)	Metode
1880	Volta	Penemuan baterai
1859	Plante (France)	Penemuan baterai lead-acid
1899	Jungner (Sweden)	Penemuan baterai <i>nickel – cadmium</i>
1901	Edison (USA)	Penemuan baterai <i>nickel-iron</i>
1932	Schlecht and Ackermann (Germany)	Penemuan teknik <i>sintered pole plate</i>
1947	Neumann (France)	Sukses membuat <i>sealing</i> baterai <i>nickel-cadmium</i>
1990	Sanyo (Japan)	Pengenalan pertama baterai komersial <i>NiMH</i>
1990	Sony (Japan)	Pengenalan pertama baterai komersial <i>Li-ion</i>

Sumber : Valer, 2008

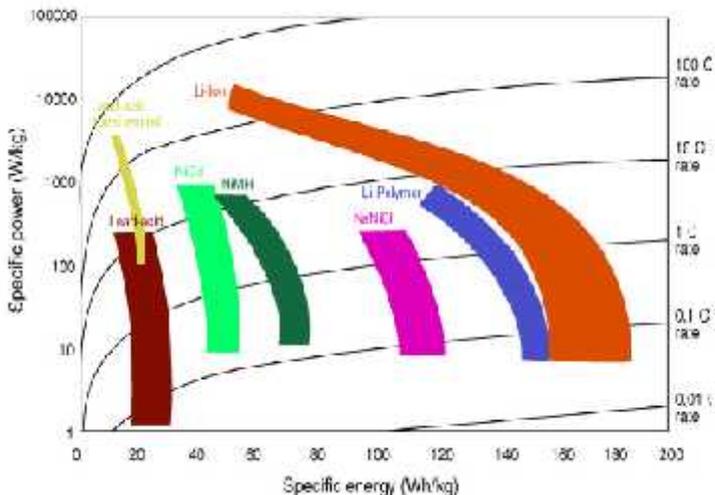
Beberapa baterai yang sering digunakan dan tersedia dipasaran dengan spesifikasi tertentu diantaranya nickel-cadmium, nickel-metal hydride, dan baterai litium-ion. Litium merupakan



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

metal yang ringan dan memiliki tegangan yang paling tinggi dibandingkan logam lainnya. Baterai litium memiliki kapasitas jenis (*Specific capacity*) yang cukup besar yakni 3.600 Ah/Kg, dari Tabel 2.1 dapat terlihat perbandingan baterai Litium ion dan lainnya. Baterai Litium ion ditemukan pertama kali pada tahun 1970 oleh M.s Whittingham dengan memanfaatkan Titanium (II) Sulfide sebagai katoda dan litium metal sebagai anoda.

Baterai litium lebih populer digunakan sebab lebih ringan, berkapasitas besar, lebih awet dan yang terpenting tidak terdapatnya efek memory hingga tidak perlu menunggu hingga baterai benar-benar kosong untuk melakukan pengisian ulang. Disamping kelebihan yang dimiliki terdapat beberapa kelemahan dari baterai litium antara lain sangat sensitif pada suhu tinggi, dapat meledak dan sering terjadi degradasi yang menyebabkan penurunan kapasitas, Namun tingginya kerapatan energi dan daya yang dimiliki baterai litium dibandingkan baterai lainnya menyebabkan pengembangan dan penelitian terhadap baterai ini terus berkesinambungan seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.1.



GAMBAR 2.1 Perbandingan Beberapa Teknologi Baterai Pada Spesifik Power dan Spesifik Energy Density. (Rahman,2011)



2.2 Parameter Penting Baterai

Sebagai media yang digunakan untuk mengubah energi kimia menjadi listrik terdapat beberapa parameter penting dari suatu baterai yakni:

2.2.1 Kerapatan Energi

Kerapatan energi menunjukkan seberapa besar jumlah energi yang mampu disediakan oleh sel baterai berbanding dengan massa dan volume yang dimiliki. Jika suatu baterai mampu menghasilkan kerapatan energi dua kali lebih besar dibandingkan baterai lain, secara teoritis sel tersebut mampu digunakan dua kali lebih lama dengan pemakaian beban yang sama. Kerapatan energi suatu baterai sangat ditentukan oleh komponen material aktif yang terdapat dalam sel baterai. Kerapatan energi juga dipengaruhi oleh faktor kemurnian komponen penyusun jika nilai potensial dan arus maksimum berbeda dengan nilai teoritis.

2.2.2 Temperatur Operasi

Pada umumnya sel baterai mengalami penurunan kinerja pada suhu lebih besar dari 25 °C, Kinerja suatu baterai menunjukkan kemampuan yang lebih baik jika berada dibawah suhu kritis. Dimana penurunan paling cepat terjadi ketika baterai telah mencapai temperatur diatas 55 °C .

2.2.3 Cycle

Siklus hidup atau cycle menunjukkan kemampuan pengisian dan pengosongan dalam satu siklus yang mampu diterima sebuah baterai sekunder. Sebuah baterai Ni-MH mempunyai siklus hingga 300-400 kali sedangkan baterai Ni-Cd mempunyai siklus normal hingga 600-900 kali. Pengisian berlebih pada sebuah sel baterai akan mengurangi kemampuan cycle suatu baterai. Baterai merupakan perangkat yang mampu mengubah energi kimia yang terkandung dalam material aktif menjadi energi listrik melalui sebuah reaksi elektrokimia dengan



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

proses oksidasi dan reduksi (Redoks). Reaksi ini melibatkan transfer elektron yang terjadi secara langsung, dimana terdapat tiga komponen utama yang terlibat yaitu :

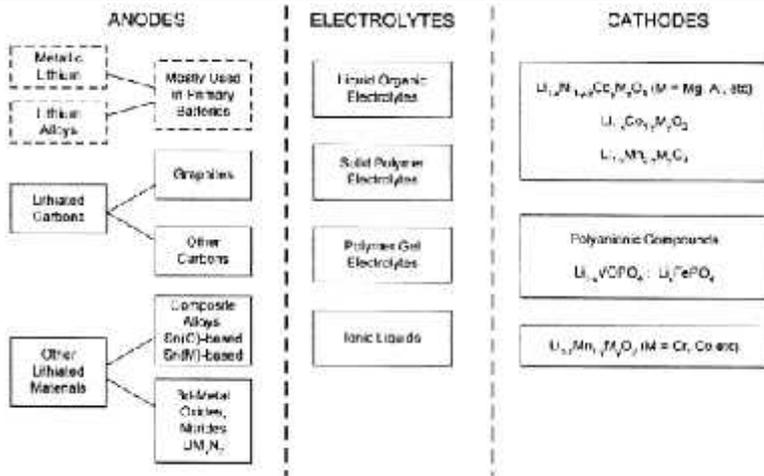
1. Anoda atau elektroda negatif yang memberikan elektron kedalam sirkuit selama proses discharging dan mengalami oksidasi selama proses berlangsung
2. Katoda atau elektroda positif yang menerima elektron selama proses discharging.
3. Elektrolit merupakan media untuk transfer muatan ion didalam sel antara anoda dan katoda. Elektrolit biasanya berbentuk cairan namun pada beberapa baterai juga terdapat elektrolit berupa padatan.

Pada umumnya anoda dipilih karena konduktivitas yang baik, stabilitas, kemudahan fabrikasi dan biaya produksi yang rendah. Sedangkan katoda harus stabil ketika kontak dengan elektrolit dan memiliki tegangan kerja yang baik. Untuk elektrolit bahan yang digunakan haruslah memiliki konduktivitas ionic yang baik. Karakteristik penting lainnya yakni tidak reaktif dengan bahan elektroda dan biaya pembuatan rendah. Secara fisik baik anoda dan katoda terisolasi dalam sel untuk mencegah hubungan arus pendek, namun tetap dihubungkan dengan elektrolit.

Untuk memperoleh baterai dengan kapasitas dan performa yang baik perlu diperhatikan dalam penentuan material yang digunakan sebagai anoda dan katoda. Gambar 2.2 memperlihatkan kombinasi material anoda, elektrolit dan katoda yang biasanya digunakan pada baterai litium ion.



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS



GAMBAR 2.2 Kombinasi Komponen Baterai Ion Lithium (Walter,2002)

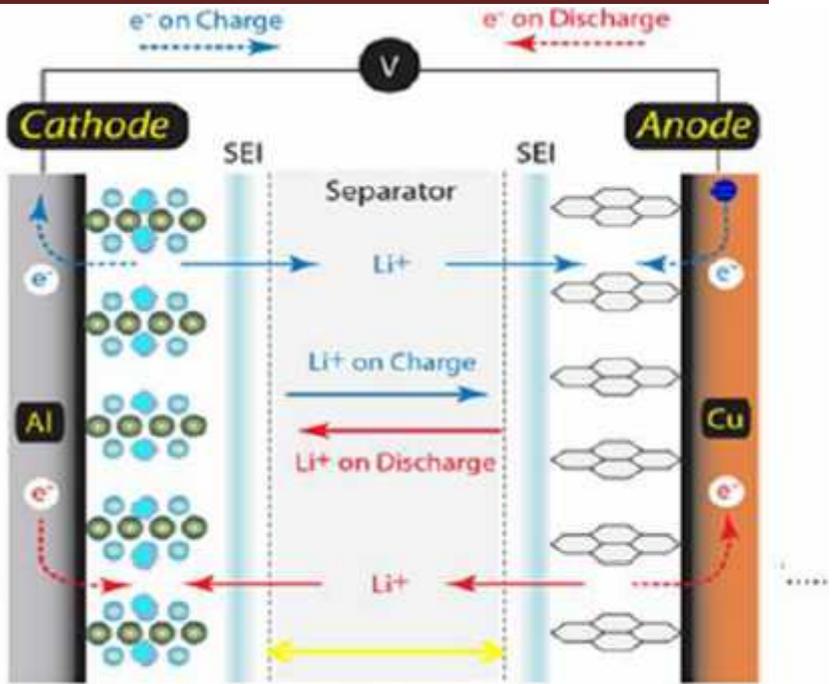
Pada umumnya material yang digunakan sebagai material katoda dapat berupa Litium atau paduannya sedangkan untuk bahan anoda dapat menggunakan karbon atau grafit. Namun kapasitas spesifik yang dimiliki oleh grafit hanya berkisar 372 mAh/g selain itu tidak dapat digunakan dalam kondisi *high rate power* hal ini disebabkan potensial sel akan mengalami drop ketika diberikan arus yang cukup besar. Untuk menggantikan fungsi grafit maka yang menjadi kandidat potensial ialah penggunaan oksida logam transisi seperti Fe₂O₃, NiO, Co₃O₄ dan lainnya yang mampu menghasilkan kapasitas tinggi hingga lebih dari 700 mAh/g (Wu dkk, 2014). Diantara bahan-bahan tersebut Fe₂O₃ lebih menarik perhatian sebab secara teoritis kapasitas yang dimiliki cukup besar 1005 mAh/g, murah, ramah lingkungan, dan tersedia dalam jumlah besar. (Wang dkk, 2014)



2.3 Prinsip Kerja Baterai Lithium

Prinsip kerja Baterai Litium memanfaatkan reaksi reduksi dan oksidasi untuk menghasilkan listrik pada kedua elektrodanya. Pada umumnya, Katoda dan Anoda terdiri dari dua bagian, yaitu material aktif sebagai tempat keluar masuknya ion Litium dan Pengumpul electron sebagai *collector current*.

Reaksi yang terjadi pada sistem litium ion baterai merupakan reaksi redoks atau reaksi reduksi dan oksidasi. Reaksi reduksi merupakan reaksi penambahan elektron sedangkan reaksi oksidasi merupakan reaksi pelepasan elektron. Pada proses saat penggunaan listrik atau *discharging* elektron akan mengalir dari anoda menuju katoda melalui kabel konektor sedangkan litium yang berada pada system akan terlepas dari anoda akibat kekurangan elektron dan berpindah menuju katoda melalui elektrolit. Sebaliknya pada proses pengisian atau *Charging* elektron dari katoda akan mengalir menuju anoda sedangkan ion litium dalam sistem akan berpindah dari katoda menuju anoda melalui elektrolit Prinsip kerja baterai litium- Ion ini adalah sebagai berikut.



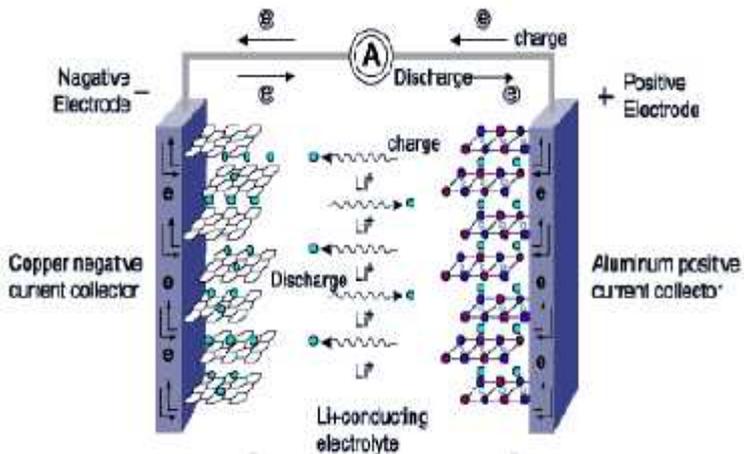
Gambar 2.3 Reaksi baterai Lithium dan Permukaan Lapisan SEI (Subhan,2011)

Pada gambar 2.3 ketika Anoda dan Katoda terhubung maka electron akan mengalir dari Anoda menuju Katoda, maka listrik pun akan mulai mengalir. Dibagian dalam baterai terjadi sebuah proses pelepasan Ion litium pada Anoda, kemudian Ion tersebut akan berpindah menuju Katoda melalui Elektrolit, untuk Proses pengisian baterai, berbanding terbalik dari proses ini.



2.4 Dasar-Dasar Elektrokimia

Elektrokimia merupakan sifat-sifat dan reaksi kimia yang melibatkan ion-ion didalam larutan atau padatan. Dalam rangka mempelajari sifat-sifat itu, pada umumnya elektrokimia dibangun dari sel-sel. Sebuah tipe sel terdiri dari dua elektrode, katode dan anode, didalam elektrolit ion-ion melakukan kontak. Sel galvanic adalah sel elektrokimia yang dapat mengkonversikan energi kimia menjadi energi listrik. Sel galvanic membangkitkan listrik yang disebabkan reaksi elektrode spontan didalamnya. Pada tipe arus baterai litium-ion, biasanya katoda (elektroda positif) terdiri dari material dengan struktur berlapis, seperti transisi litium metal oxides dan anoda (elektroda negatif) terbuat dari material graphite berlapis karbon seperti natural graphite dan material karbon namun dalam penelitian ini akan digunakan bahan berupa oksida logam yakni Fe_2O_3 . Sedangkan untuk Elektrolit *nonaqueous* (contoh LiPF_6 dalam ethylene carbonate/ dimethyl carbonate) dengan separator atau gel polimer atau selektrolit polimer padat yang ditempatkan antara elektroda sebagai tempat untuk transfer ion. Diagram skema proses charge/discharge didalam baterai litium-ion rechargeable ditunjukkan pada Gambar 2.4.



GAMBAR 2.4 Prinsip Operasi Baterai Lithium Ion Selama Charge dan Discharge (Wakihara,2001)

Mekanisme dari baterai litium-ion dapat di terlihat seperti aliran ion litium dalam baterai antara anoda dan katoda, dan pada saat yang sama, transportasi elektron luar baterai (sirkuit eksternal) antara anoda dan katoda. Ion-ion litium yang berada didalam katoda. Sel-sel tersebut memerlukan charge terlebih dahulu untuk mengalirkan ion-ion litium menjadi de-interkalasi dari katoda dan menyebar melalui elektrolit menuju anoda. selama proses discharge, ion-ion litium keluar dari anoda dan menyisip kedalam katoda melalui elektrolit. Proses interkalasi merupakan proses saat suatu ion atau molekul tersisipkan di antara celah van der waals partikel padat atau molekul lain. Saat bekerja sebagai sumber listrik, elektroda positif akan bekerja sebagai tempat interkalasi ion litium dan elektroda negatif sebagai tempat de-interkalasi ion litium dimana terjadi oksidasi dengan melepas sejumlah elektron dan ion Li^+ . Sedangkan saat baterai mengalami pengisian ulang terjadi proses eletrolisis dimana terjadi oksidasi pada elektroda positif dan terjadi interkalasi pada elektroda



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

negatif dimana ion litium akan menyusup pada celah-celah anoda. Rangkaian dari ion-ion litium dan elektron-elektron terjadi secara bersama-sama dari reaksi tersebut, $\text{Li} \rightarrow \text{Li}^+ + e^-$, dimana katoda dioksidasi dan anoda direduksi selama proses charge. Reaksi-reaksi yang terlibat dalam proses charge dan discharge pada anoda Fe_2O_3 digambarkan seperti dibawah.

Discharge



Charge



Reaksi keseluruhan:



Kemampuan elektroda harus dapat mengalirkan ion-ion lithium dan elektron-elektron, dengan demikian elektroda harus memiliki konduktifitas ionic dan konduktifitas elektronik yang baik. Ion-ion litium (Li^+) bergerak bolak-balik antara katoda dan anoda selama proses charge dan discharge, yang mana dapat menyebabkan perbedaan potensial sekitar 3 volt antara dua elektroda, sedangkan kapasitas baterai tergantung jumlah ion litium yang dapat keluar dari katoda. Nama litium ion untuk baterai karena mekanisme yang sederhana yaitu transfer ion-ion litium diantara anoda dan katoda. Baterai litium ion tersusun atas 4 kelompok utama yakni Katoda, anoda, elektrolit dan separator. baterai litium saat ini banyak menggunakan bahan material LiCoO_2 sebagai katoda, graphite sebagai anoda dan campuran LiPF_6 , EC, DEM, dan DMC sebagai elektrolit dan polypropylene sebagai separatornya. Yang menjadi perhatian saat ini ialah kapasitas energi yang dimiliki karbon yang relative rendah, yakni hanya berkisar 372 mAh/g. oleh sebab itu penelitian mulai beralih untuk memanfaatkan oksida logam sebagai pengganti karbon.

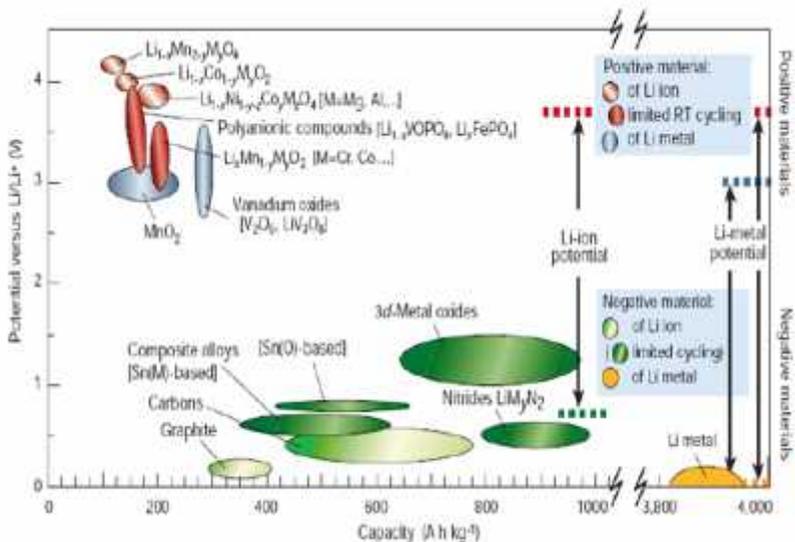


Salah satunya yang memiliki potensi yakni penggunaan Fe_2O_3 . (Rahman, 2011)

2.5. Karakteristik Anoda Baterai Litium Ion

Anoda pada umumnya tersusun atas 2 bagian yaitu bagian pengumpul elektron dan material aktif. Untuk bagian pengumpul elektron biasanya menggunakan lapisan film tembaga, selain stabil, harga relatif murah. Sedangkan pada bagian material aktif, tidak menggunakan logam litium secara langsung, namun menggunakan material karbon.

Potensial teoritis bergantung dari jenis bahan aktif yang digunakan dalam sel baterai. Kondisi ini dapat diketahui dari data energi bebas atau potensial elektroda standar pada Gambar 2.5 terlihat ringkasan tegangan dan kapasitas dari beragam bahan elektroda.



Gambar 2.5 Perkembangan Material Katoda dan Anoda (Wang, 2012)



Penggunaan bahan karbon sebagai elektroda negatif memiliki kekurangan yakni terjadi *irreversible capacity*. Yaitu, jika baterai dialiri listrik dari luar untuk pertama kalinya dari keadaan kosong, maka ketika digunakan, besar kapasitas / energi yang dilepas tidak sama ketika proses pengisian selain itu rendahnya kapasitas spesifik yang dimiliki oleh karbon hanya berkisar 372 mAh/g menyebabkan penggunaan oksida logam teransisi seperti Fe_2O_3 dapat menjadi solusi. Akan tetapi kunci dari pengembangan anoda ini adalah tidak hanya pada kepadatan energi yang tinggi namun juga siklus pemakaian (*cyclability*). Fe_2O_3 memiliki stabilitas cycle yang rendah selain itu akibat konduktivitas yang rendah menyebabkan degradasi kinerja dari Fe_2O_3 saat pengisian dan pemakaian pada kepadatan arus yang tinggi. (Wang, 2012)

2.6 Material Anoda Fe_2O_3

Beberapa karakteristik yang harus dipenuhi suatu material yang akan digunakan sebagai anoda antara lain material tersebut terdiri dari ion yang mudah melakukan reaksi reduksi dan oksidasi, memiliki konduktivitas yang tinggi seperti logam, memiliki kerapatan energi yang tinggi, memiliki kapasitas energi yang tinggi, memiliki kestabilan yang tinggi (tidak mudah berubah strukturnya atau terdegradasi baik saat pemakaian maupun pengisian ulang), harganya murah dan ramah lingkungan. Parameter untuk dapat meninjau besarnya arus yang dapat disimpan maka dapat dilihat dari kapaistas spesifik dengan satuan mAh/g yang berdefinisi sebagai besarnya arus yang dapat disimpan per berat bahan untuk tiap satuan waktu. Jika ditinjau untuk sebuah anoda semakin tinggi nilai kapasitas spesifik suatu material pembentuk anoda maka semakin cepat pula durasi pengisian baterai, begitu pula sebaliknya pada katoda semakin tinggi nilai kapasitas spesifik pada suatu material maka semakin cepat durasi pemakaian. parameter keandalan dari sebuah baterai litium ion ditentukan dari tingginya kapasitas spesifik dari anoda dan rendahnya kapasitas spesifik dari katoda, hingga



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

menyebabkan baterai memiliki durasi pengisian yang cepat dengan durasi pemakaian yang lama, dapat dilihat pada tabel 2.2.

Tabel 2.2 Eksperimen Potensial dan Kapasitas Teoritik dari Metal Oksida

Metal Oxides		E/V	Qs/mAhg ⁻¹
Cobalt Oxides	Co ₃ O ₄	1.1	890
Chromium Oxides	Cr ₂ O ₃	0.2	1058
Copper Oxides	CuO	1.4	674
Iron Oxides	Fe ₂ O ₃	0.8	1005
	Fe ₃ O ₄	0.8	926
Manganese Oxides	MnO ₂	0.4	1233
Molybdenum Oxides	MoO ₃	0.45	1117
Nickel Oxide	NiO	0.6	718
Ruthenium Oxides	RuO ₂	0.9	806
Zinc Oxides	ZnO	0.5	658

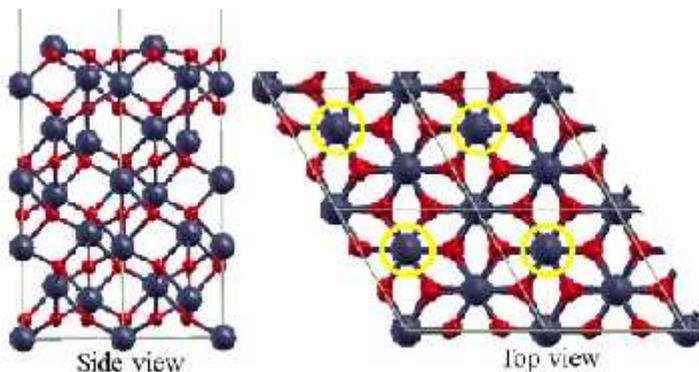
Sumber : Wang, 2014

Fe₂O₃ merupakan salah satu material yang paling potensial untuk menggantikan karbon sebagai anoda pada baterai sekunder litium, hal ini disebabkan kelebihan yang dimiliki antara lain kapasitas yang besar, biaya yang murah, dan pembuatannya yang sederhana. Sifat electrochemical dari material ini tergantung pada tahap persiapannya dan bahan campuran saat pembuatan baterai (Wang dkk, 2014). Berbagai macam persiapan untuk pembuatan anoda Fe₂O₃ untuk dilakukan untuk mendapatkan sifat electrochemical yang baik seperti dengan sintesis dengan metode microwave, metode hydrothermal, metode sol-gel, metode spray drying, dan penambahan polimer. Penelitian dilakukan untuk mengubah bentuk morfologi pada anoda Fe₂O₃ hal tersebut disebabkan Kondisi morfologi akan secara langsung



mempengaruhi kemampuan elektrokimia dari anoda baterai litium ion.

Besi (III) oksida memiliki rumus kimia Fe_2O_3 dengan massa molar 159.69 g/mol, memiliki bentuk padatan dengan warna merah kecoklatan. Fe_2O_3 memiliki densitas 5.242 g/cm³ saat berupa padatan dengan titik lebur mencapai 1566 °C. Fe_2O_3 yang paling umum ialah dalam bentuk $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dengan struktur Kristal rhombohedral. Senyawa ini bersifat antiferromagnetic pada suhu dibawah 260 K., Visual gambar Kristal dapat dilihat pada gambar 2.6.



Gambar 2.6 Struktur Kristal Fe_2O_3 (Dzade,2014)

Fe_2O_3 telah memenuhi beberapa kriteria untuk dapat digunakan sebagai anoda antara lain kapasitas teoritiknya mencapai 1005 mAhg⁻¹ keberadaan melimpah, murah, proses pengolahan mudah dan stabil dalam kondisi kimia. Namun terdapat beberapa kekurangan yang dimiliki Fe_2O_3 antara lain seperti lemah dalam mempertahankan *cyclibilitas*, dan dapat mengalami degradasi terutama saat pemakaian dengan kepadatan arus yang tinggi. Untuk itu telah banyak penelitian yang dilakukan untuk meningkatkan performa elektrokimia Fe_2O_3 ., antara lain dengan melakukan rekayasa terhadap bentuk morfologi Fe_2O_3 . Penelitian yang dilakukan sebelumnya

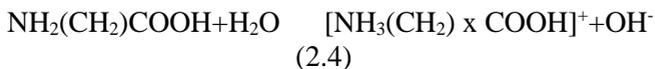


menunjukkan jika parameter reaksi memiliki efek penting terhadap pembentukan morfologi, beberapa parameter antara lain suhu hidrothermal, penambahan zat glycine dan waktu hydrothermal. (Wang dkk, 2014)

2.7 Penambahan Glycin

Glycin lebih dikenal sebagai sebuah asam amino non-esensial dengan formula $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$. Pada penelitian yang dilakukan Wang menunjukkan penambahan glisin mampu membentuk morfologi Fe_2O_3 menjadi eliptical, sebaliknya ketika tidak menggunakan glisin diperoleh partikel yang tidak teratur pada fasa campuran heksagonal besi oksida selain itu penggunaan glisin mampu menjaga kemurnian Fe_2O_3 (Wang dkk, 2014). Glysin seperti halnya lycine dan L-arginine merupakan jenis asam amino, Dimana penelitian yang dilakukan Jingjing Zhang menunjukkan jika baik glisine, lycine dan L-arginine mampu menjadi agen kontrol hidrolisis (Zhang, 2014).

Seperti diketahui jika pH asam amino tergantung jumlah kedua kelompok amino dan kelompok asam karbosilat dalam struktur molekul, mekanisme hydroxides dari glysin dapat terlihat pada persamaan dibawah ini :



Glycin dapat bekerja sebagai agen hidrolisis dalam mengendalikan pembentukan Fe_2O_3 selama proses hidrothermal. Dengan hidrolisis semakin banyak OH dan peningkatan pH yang membantu pembentukan fase $\text{Fe}(\text{OH})_3$ yang akhirnya membentuk Fe_2O_3 dari *dehydration hidroksida*.

Hidrolisis merupakan reaksi kimia yang memecahkan molekul air (H_2O) menjadi kation hidrogen (H^+) dan anion hidroksida (OH^-) pada suatu proses kimia. Jika berada dalam larutan glisin dapat bertindak sebagai amphoteric, sehingga mampu bereaksi dalam kondisi basa maupun dalam kondisi asam. Dalam penelitian ini akan dilakukan variasi terhadap komposisi



glysin yakni pada komposisi 9 mmol, 12 mmol dan 15 mmol. Variasi ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan glysin terhadap bentuk morfologi dan berapa komposisi maksimal untuk mendapatkan anoda Fe_2O_3 dengan performa elektrokimia yang baik.

2.8 Temperatur Hidrothermal

Metode hidrothermal merupakan salah satu metode yang digunakan dalam proses sintesa pengolahan material nano struktur untuk berbagai aplikasi teknologi seperti elektronik, optoelektronik, katalisis, keramik, penyimpanan data magnetik, biomedis, biophotonik, dan lain-lain. Istilah 'Hidrothermal' sendiri merupakan istilah geologi yang pertama kali digunakan oleh ahli Geologi Inggris, Sir Roderick Murchison (1792-1871).

Transformasi hidrothermal selalu mempertimbangkan modifikasi dari presipitat, pembentukan gel atau flokulasi yang dipengaruhi oleh temperatur, pemeraman atau kematangan dari *mother liquor* (biasanya air). Transformasi ini selalu berada pada temperatur yang lebih rendah (100-300°C). Beberapa factor yang mempengaruhi pada proses hidrothermal pada padatan ini antara lain adalah pH, temperatur, tekanan, waktu dan konsentrasi dimana transformasi pada proses hidrothermal berbeda dengan metode-metode lain. Perbedaannya yaitu selama proses hidrothermal seperti presipitasi, pencucian, pengeringan, dan tekanan.

Tinggi rendahnya temperatur pada proses hidrothermal akan mempengaruhi tingkat nukleasi pertumbuhan kristal. Pada penelitian ini temperatur hidrothermal yang digunakan berkisar antara 160 °C.

Alat untuk proses hidrothermal terdiri dari bejana baja yang bagian dalamnya terdapat wadah dari PTFE (*politetrafluoroetilen*) atau teflon sebagai tempat reaksi. PTFE atau Teflon digunakan didalam bejana karena teflon adalah bahan inert sehingga tidak bereaksi dengan reaktan. Teflon akan menjadi media yang mendukung untuk melarutkan sampel



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

dengan cepat dalam asam kuat atau alkalines. PTFE memiliki kegunaan untuk tahan pada temperatur tinggi. Namun PTFE memiliki dua sifat yang membuatnya kurang sempurna dalam aplikasinya:

1. PTFE memiliki kecenderungan untuk mengalir di bawah tekanan atau beban. Ini terjadi pada temperatur kamar dan diperlukan tekanan. Pada temperature yang lebih tinggi dari 1500°C efek creep menjadi lebih jelas yang membuatnya sulit untuk mempertahankan segel yang ketat sehingga terjadi deformasi dan akan memperpendek umur komponen PTFE. Pengaruh creep yang terjadi sebanding dengan temperatur operasi maksimum.
2. PTFE merupakan bahan berpori sehingga bisa terjadi migrasi uap di segel penutup dan melalui dinding bagian dalamnya sendiri. Jumlah zat terlarut hilang dengan cara ini selama proses pemanasan normal, namun migrasi uap akan terjadi dan sering akan menghasilkan perubahan warna pada dinding logam bagian dalam tubuh vessel dan tutup.

Memiliki beberapa keuntungan seperti pengontrolan bentuk dan ukuran dari serbuk, penggunaan temperatur yang rendah selama proses, tingkat kehomogenitasan yang tinggi, biaya operasional yang rendah dan juga proses sintesa yang mudah. (Yuan, 2007). Dalam semua reaksi, Teflon tidak perlu benar-benar diisi penuh karena disana harus ada ruang untuk uap di atas permukaan larutan. Ketika bekerja dengan bahan anorganik, total volume muatan tidak boleh melebihi dua pertiga (66%) dari kapasitas cangkir Teflon.



Gambar 2.7 Alat hydrothermal PTFE Teflon

2.9 Carbon-based composit

Bahan berbasis karbon adalah komponen kunci elektroda, karena tinggi Konduktivitas dan ketahanan elektronik, dan permukaan fungsional yang kaya karbon. Minat penelitian yang besar telah didedikasikan untuk pengembangan elektroda, dengan arsitektur canggih menggunakan bahan karbon berstruktur nano (karbon nanotube atau nanofibres) berbeda dengan bahan karbon 'klasik' berdasarkan grafit, karbon kaca, dan karbon hitam (Centi dan Perathoner, 2010). Namun, efek menguntungkan penambahan karbon atau *Coating* karbon telah banyak diamati dalam banyak penelitian. Perbaikan siklus kinerja komposit berbasis karbon dapat dikaitkan dengan peningkatan konduktivitas listrik dan efek *buffering* karbon (Park et al., 2006; Yoon dan Manthiram, 2009; Lee dan Lee, 2004). Aditif karbon juga memiliki kelebihan Konduktivitas ionik yang baik, ekspansi volume rendah, toleransi terhadap tegangan mekanik, dan penyimpanan Li (Park et al.,



2006a; Lee dan Lee, 2004). Ini juga terjadi bahwa lapisan karbon memberikan tekanan-tekan pada partikel aktif yang bertindak sebagai penahan terhadap perluasan volume partikel selama litigasi dan dengan mampu membatasi penghilangan partikel (Saint et al., 2007). Sebagai tambahannya Lapisan karbon, pelapis logam, seperti dengan perak, telah berhasil digunakan meningkatkan konduktivitas juga (Croce et al., 2002).

2.10 Elektrolit

Elektrolit merupakan komponen penting dalam sebuah baterai litium ion. Kebanyakan elektrolit yang digunakan pada baterai ion litium adalah LiPF_6 , karena memberikan konduktivitas ionic sebesar 10-3 S/cm, memiliki jumlah transfer ion litium yang tinggi sebesar (~0,35) dan faktor keselamatan yang baik (David, 2002)

Tabel 2.3 Elektrolit Yang Digunakan pada *Cell Coin* Ion Lithium

Nama Umum	Rumus	Mol Wt(g/mol)	Pengotor Khas	Keterangan
Litium Hexafluorophosphate	LiPF_6	151.9	H_2O	Paling umum digunakan
Litium Tetrafluoroborate	LiBF_4	93.74	H_2O HF	Hygroscopic lebih Rendah dari LiPF_6
Litium perchlorate	LiClO_4	106.39	H_2O HF	Ketika kering kurang stabil
Litium Hexafluoroarsenate	LiAsF_6	195.85	H_2O HF	Mengandung arsenic



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

Litium triflate	LiAsF ₆	387	N/A	Al korosi dibawah 2.8v , stabil untuk air
Litium triflatformoni de (BETI)	LiN (SO ₂ C ₂ F ₃)	238.7	N/A	Bukan Al korosi dibawah 4.4v, stabil untuk air

Sumber : David, dkk 2002

2.11 Cyclic Voltammetry (CV)

Cyclic Voltammetry merupakan suatu metode elektroanalisis yang didasarkan pada prinsip elektrolisis dari suatu larutan yang mengandung analit elektroaktif dan reaksi terjadi pada elektroda logam dengan larutan elektrolitnya. Elektroda pada sel elektrokimia terdiri dari elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda bantu. Elektroda kerja adalah tempat terjadinya reaksi elektrokimia yang diamati seperti arus yang dihasilkan., *cyclic voltammetry* adalah satu dari beberapa teknik yang tersedia dan sering digunakan dalam menganalisa proses elektrokimia. Teknik yang sangat esensial diaplikasikan dengan memberikan *range* tegangan yang berubah sesuai dengan karakteristik daripada elektroda. *Scan* tegangan biasanya dipakai ± 2 V dari potensial tegangan istirahat setelah proses reaksi pada elektroda telah terlalui. Pada umumnya, mesin yang ada di pasaran yang tersedia mempunyai *scan* tegangan dengan *range* ± 5 V. (Han, 2004).

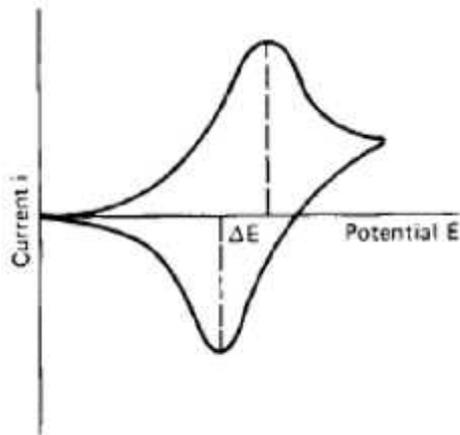
Dengan pengaplikasian tegangan yang tercapai pada saat potensial yang *reversible* pada proses di elektroda, aliran arus yang kecil, nilai yang akan dengan cepat tapi kemudian menjadi nilai potensial yang terbentuk diatas nilai potensial standar dengan efek adanya pelemahan reaksi. Pelemahan reaksi membentuk adanya profil konsentrasi dimana tersebar sampai ke



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

dalam campuran larutan. Dengan menyebar ke larutan, maka kecepatan dari perpindahan difusi pada permukaan elektroda dan yang dapat diteliti adalah arusnya.

Cyclic voltammetry menyediakan informasi yang kualitatif dan kuantitatif daripada proses yang terjadi di dalam elektroda. Proses reversibel, reaksi difusi yang menampilkan adanya 2 puncak yang bersimetri.



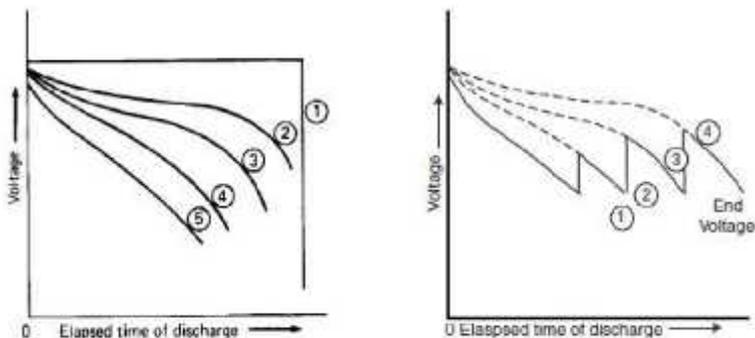
Gambar 2.8 CV pada Proses Difusi *Reversible* (han,2004)

Pada kasus yang ideal, nilai dari E pada sistem ini, hampir mendekati 0. Untuk proses *quasi-reversible*, puncak arus lebih terpisah, dan bentuk dari puncak tidak terlalu tajam dan biasanya lebih berbentuk melingkar yang seperti ditunjukkan pada Gambar 2.8 Jika mengesampingkan adanya kesalahan dalam grafik, metode CV ini merupakan metode yang sensitif, akurat dan baik untuk menganalisa proses fenomena elektrokimia pada sistem pengembangan baterai. (Han, 2004)



2.12 Charge – Discharge

Pengujian charge discharge digunakan untuk mengetahui kemampuan suatu material untuk menyimpan energy. Kapasitas energy atau muatan dinyatakan dalam satuan mAh/gram. Pada arus yang rendah secara ekstrim nilai *discharge* bisa mencapai tegangan teoritis dan kapasitas teoritis. Tetapi dengan semakin waktu dari pengisian ulang akan menjadikan penurunan pada kapasitas. Dengan menaiknya aliran aurs, maka tegangan pengisian ulang akan naik, dan *slope* dari kurva *discharge* menjadi lebih bisa ditampilkan, kemampuan kerja dari *life*, kapasitas *Coloumbic*, nilai kapasitas spesifik akan menjadi turun semua.(John, 2004)



Gambar 2.9 Karakteristik dari Discharge Terhadap Level tegangan (David,2004)

Tegangan akan naik dan *discharge* akan berlanjut terus menuju nilai yang spesifik sampai tegangan berakhir, dan seterusnya. Kemampuan unjuk kerja dapat ditentukan pada *rate* dari masing – masing *discharge* tapi untuk melengkapi kurva *discharge* untuk *rates discharge* yang rendah, sebagai yang ditunjukkan pada kurva dengan ditunjukkan pada porsi masing–masing kurva. Dalam beberapa kali interval diijinkan diantara



nilai *discharged* untuk baterai yang di equivalenkan dengan nilai *discharge* pada *rate* yang terendah secara terus-menerus.

2.13 Penelitian Sebelumnya

Untuk dapat memperbaiki kelemahan yang dimiliki Fe_2O_3 berbagai cara telah dilakukan. Salah satu teknik yang cukup populer yakni dengan melakukan rekayasa terhadap morfologi dari Fe_2O_3 . Penelitian-penelitian untuk mengembangkan anoda Fe_2O_3 dengan menggunakan metode hydrothermal dapat terlihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Penelitian Sebelumnya

No	Peneliti	Variasi	Hasil
1	Xia Wang, Ying Xiao, Changwen Hu, Minhua Cao (2014)	Material : $-\text{Fe}_2\text{O}_3$ nanoellipse Bahan : $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, glycine, ammonia, ethanol, PVD, SA Temperatur Hydrothermal: 140°C Waktu hydrothermal: 10 jam	Pengikat SA mampu berikan kapasitas stabil sebesar 1164 mAh/g pada densitas arus 100 mA/g selama lebih dari 60 cycle sedangkan dengan pengikat PVDF kapasitas mengalami penurunan yang sangat drastis dari 1520 hingga mencapai 680 mAh/g selama 60 cycle
2	Jingjing Zhang, Yifan Sun, Yu Yao, Tao Huang,	Material : Fe_2O_3 microspheres Fe_2O_3 nanoparticles Bahan : $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,	Dengan menggunakan lycine diperoleh morfologi Fe_2O_3 microspheres



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

	Aishui Yu (2012)	lycine, Larginin Temperatur Hidrothermal: 180 °C Waktu Hidrothermal : 4, 8, 12 jam	dengan kapasitas yang diperoleh sebesar 705 mAh/g setelah 430 cycle dengan densitas arus 100 mA/g sedangkan untuk penambahan L-arginin diperoleh morfologi Fe ₂ O ₃ nanoparticles dengan kapasitas yang lebih rendah
3	Yanna NuLi, Peng Zhang, Zaiping Guo, P. Munroe, Huakun Liu (2008)	Material : -Fe ₂ O ₃ Submicroflowers Bahan : PEG-600, methanol, FeCl ₃ , NaOH Temperatur Hidrothermal : 160 °C Waktu Hidrothermal : 24 jam	Hasil yang diperoleh kapasitas discharge awal sebesar 1248.1 mAh/g pada kepadatan arus 20 mA/g densitas arus terus meningkat hingga mencapai 100 mA/g
4	Hanfeng Liang, Wei Chen, Yiwen Yao, Zhoucheng Wang, Yong Yang (2014)	Material : -Fe ₂ O ₃ microspheres Bahan :K ₃ [Fe(CN) ₆], sodium citrate, and NaOH Temperatur Hidrothermal	penelitian ini menunjukkan pentingnya natrium sitrat sebagai bahan pembentuk -Fe ₂ O ₃ microspheres, hasil yang diperoleh yakni



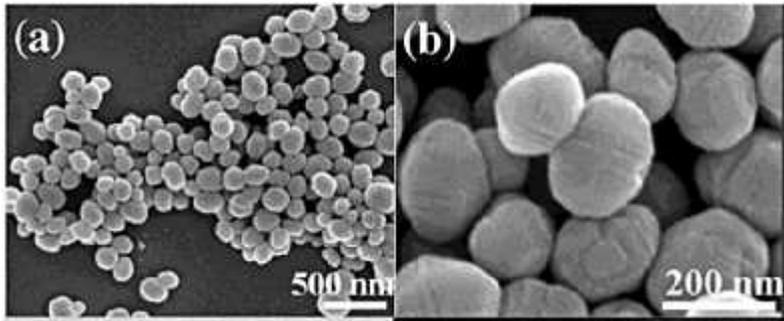
Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

		180 °C Waktu Hydrothermal : 12jam	kapasitas discharge sebesar 1453 mAh/g setelah 50 cycle
5	Huang Lihong, Chen Yungui (2013)	Material : -Fe ₂ O ₃ hexagonal microplatelets Bahan PEG400, Fe(NO ₃) ₃ , NaOH, Fe(OH) ₃ Temperatur Hydrothermal : 160 °C Waktu tahan Hydrothermal: 20 jam	penelitian ini menunjukkan pentingnya penggunaan PEG 400 untuk pembentukan struktur Mikro platelike -Fe ₂ O ₃ dimana kapasitas yang mampu dicapai sebesar 674.9 mAh/g
6	Eriek Aristya Pradana Putra (2015)	Material : -Fe ₂ O ₃ nanoellipse Bahan : FeCl ₃ .6H ₂ O, glycine, ammonia, ethanol, PVD Variasi Temperatur Hydrothermal: 140 °C, 160°C, 180°C Variasi Glycine : 3mmol, 6mmol, 9mmol Waktu hydrothermal: 10 jam	Hasil yang di peroleh pada penelitian ini bahwa kapasitas terbaik di peroleh pada temperature hydrothermal 160°C dengan penambahan 9 mmol glycin sebesar 634 mAh/g



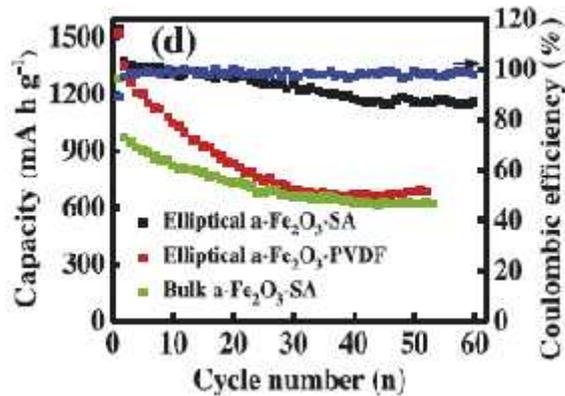
2.14 Variasi PVDF dan SA Serta Penambahan Glysine Dalam Sintesis Fe_2O_3 dengan Metode Hidrotermal

Pada penelitian yang dilakukan Wang menggunakan glycine sebagai bahan tambahan dengan perlakuan temperatur hidrotermal 140°C selama 10 jam. Pada penelitian ini dilakukan variasi terhadap perekat yang berupa PVDF dan SA.



Gambar 2.10 Morfologi Elliptical Fe_2O_3 pada FESEM Image (Xia,2014)

Serangkaian percobaan menunjukkan bahwa parameter reaksi memiliki efek penting pada morfologi produk akhir, seperti suhu hidrotermal, glisin dan waktu hidrotermal. Dalam penelitian ini diketahui bahwa tanpa menggunakan glisin akan terbentuk partikel tidak beraturan yang terdiri atas fasa campuran struktur besi oksida heksagonal dan goethite. Hal ini menunjukkan penggunaan glisin akan membantu pembentukan morfologi Fe_2O_3 menjadi *elliptical*.



Gambar 2.11 Cycle Performa Terhadap Efisiensi Coulombic (Wang dkk, 2014)

Gambar 2.11 memperlihatkan penggunaan SA dan PVDF sebagai pengikat. Pada saat menggunakan SA pada awal cycle kapasitas discharge mencapai 1536.7 mAhg⁻¹ sedangkan kapasitas reversible charge mencapai 1364 mAh/g pada cycle berikutnya kapaistas reversible tetap stabil hingga pada cycle ke 60 mencapai 1164 mAh/g, hasil ini lebih tinggi dari kapasitas teoritis dari Fe₂O₃ sebesar 1007 mAhg⁻¹. Fenomena ini mungkin disebabkan oleh struktur berpori dari elliptical -Fe₂O₃.(Wang dkk, 2014)

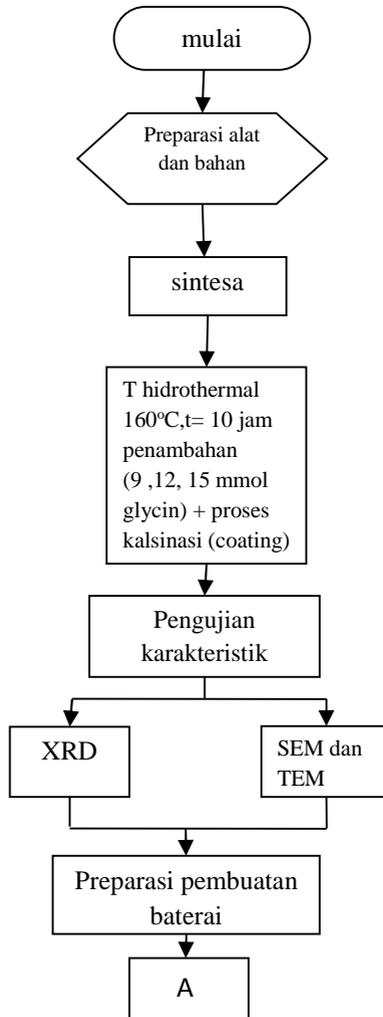


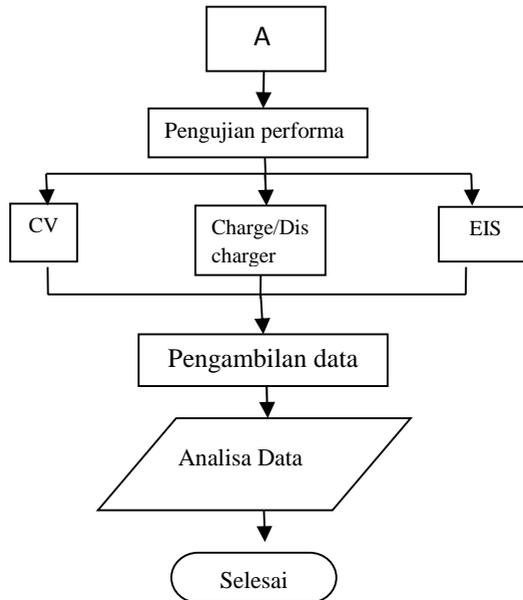
(Halaman ini sengaja dikosongkan)



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian





Gambar 3.1 Diagram alir Penelitian

3.2 Bahan & Alat

Bahan-bahan dan alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini yaitu:

1. $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
2. Glycine
3. Ammonia
4. *Ethanol* ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)
5. Glukosa
6. Aquades (H_2O)
7. *Counter Electrode* (lithium foil)
8. Coin-type 2025
9. Super P carbon black
10. *Polyvinylidene fluoride* (PVDF)



11. LiPF_6

Alat: Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. Analitik

Digunakan untuk menimbang massa

2. *Magnetic Stirrer*

Digunakan untuk proses pencampuran antara $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan glycin

3. XRD (X-ray Diffraction)

Digunakan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk

4. SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Digunakan untuk mengetahui bentuk dan morfologi Fe_2O_3

5. CV (*Cyclic Voltametri*)

Digunakan untuk mengukur siklus ketahanan (*cyclic performance*) dari hasil Fe_2O_3

6. EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*)

Digunakan untuk mengukur nilai impedance pada hasil Fe_2O_3

7. *Galvanostatic Charge – Discharge*

Digunakan untuk mengukur nilai tegangan saat proses charge dan discharge dibanding dengan nilai *cycle lifetime*

8. *Glove box filled*

9. *Teflone Line Autoclave*

Untuk perakitan baterai ion lithium dengan *Glove box* dilakukan diluar dari jurusan. *Glove box* yang dimaksud akan membentuk baterai ion lithium yang tersusun atas komponone–komponen berupa anoda Fe_2O_3 , separator *cellgard*, katoda Li serta larutan elektrolit LiPF_6 . Diberi gas argon (Ar) supaya udara dari luar tidak terinduksi masuk ke dalam *glove box* dan tidak mempengaruhi kinerja performansi elektrokimia dari baterai ion lithium yang akan diuji performa elektrokimia.



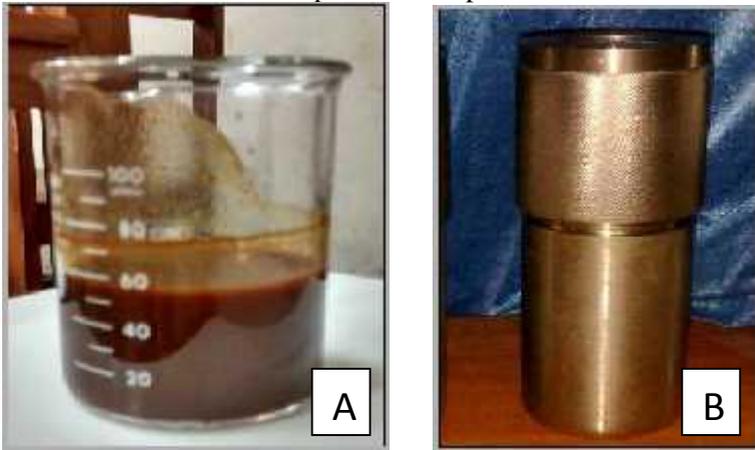
3.3 Metode Penelitian

Untuk mendapatkan hasil yang baik dalam penelitian ini, dilakukan beberapa tahapan penelitian untuk dapat membuat anoda Fe_2O_3 . Tahapan-tahapan tersebut diantaranya:

3.3.1 Sintesis Fe_2O_3

Pembuatan anoda Fe_2O_3 membutuhkan Prekursor berupa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Glycine dan Ammonia, bahan-bahan tersebut direaksikan dan kemudian dimasukan kedalam Autoclave. Wadah dari Autoclave terbuat dari PTFE atau biasa juga disebut Teflon yang akan menjaga reaksi didalamnya.

Dalam proses sintesa Fe_2O_3 Jumlah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan sebanyak 6 mmol, Ammonia 15 ml dan Glycine dilakukan tiga variasi sebanyak 9 mmol, 12 mmol, dan 15 mmol. Proses awal dilakukan dengan melarutkan serbuk $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kedalam 45 ml *Aquades* dan kemudian di aduk dengan kecepatan konstan selama 15 menit seperti terlihat pada Gambar 3.2



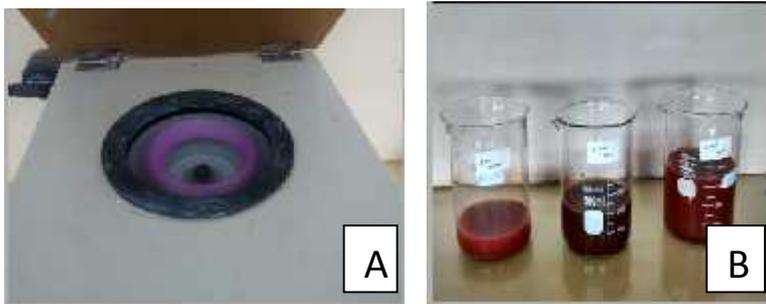
GAMBAR 3.2 A) larutan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ B) Autoclave



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

Setelah penambahan *Glycine* larutan diaduk selama lima belas menit untuk kemudian ditambahkan ammonia. Ketika di tambahkan *Ammonia* sebanyak 15 ml larutan akan menjadi sedikit mengental. Setelah diaduk dengan kecepatan konstan selama 15 menit larutan dimasukkan kedalam *teflon line Autoclave*.

Teflon yang telah berisikan larutan Fe_2O_3 kemudian dimasukkan kedalam wadah *Autoclave* yang terbuat dari stainless seperti yang terlihat pada gambar 3.2B untuk selanjutnya untuk kemudian dipanaskan dalam *furnace* pada temperatur yakni 160 C. Selama pemanasan terjadi reaksi antara $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, *Glycine* dan *Ammonia* akibat suhu dan tekanan yang terdapat di dalam *Autoclave*.



GAMBAR 3.3 A) Alat sentrifugal B) pencucian larutan Fe_2O_3

Setelah pemanasan selama 10 jam dalam *furnace* kemudian larutan dikeluarkan dari *Autoclave* untuk kemudian di sentrifugasi selama 1 jam hingga semua sample Fe_2O_3 mengendap dan menyisahkan cairan sisa yang kemudian dibuang. Setelah proses sentrifugasi kemudian dilakukan proses pencucian bahan sebanyak 4 kali dengan menggunakan *Ethanol* dan *Aquades* seperti halnya yang terlihat pada gambar 3.3. Pencucian yang dilakukan diawali dengan *ethanol* dan diakhiri dengan *Aquades*,



proses pencucian dilakukan untuk membuang sisa-sisa bahan yang kemungkinan dapat menjadi pengotor. Kemudian dilakukan proses kalsinasi dengan penambahan glukosa 80% w.t dari material aktif + aquades + material aktif berupa Fe_2O_3 selama 3 jam dialiri gas argon dengan temperature 600°C .



GAMBAR 3.4 serbuk Fe_2O_3

Proses selanjutnya dilakukan pengeringan pada udara bebas selama 12 jam dengan temperatur 60°C . Setelah proses pengeringan akan diperoleh serbuk Fe_2O_3 yang selanjutnya akan dilakukan pengujian SEM dan XRD untuk mengetahui komposisi dan morfologi dari bahan tersebut.

3.3.2 Preparasi *working electrode*

Elektroda kerja dibuat dengan mendispersikan *N-methyl-2-pyrrolidone* (NMP) yaitu diperoleh dari campuran bahan aktif, *acetylene black*, dan polyvinylidene difluoride (PVDF) pada rasio persen berat 75:5:20 Campuran tersebut kemudian



disisipkan ke sebuah foil tembaga dan dikeringkan dalam vakum pada 80°C selama 12 jam.

3.3.3 Assembling baterai Ion lithium cell

Perakitan baterai ion lithium *cell* dapat dilakukan dengan langkah-langkah seperti berikut:

1. Mempersiapkan Anoda Fe_2O_3 dalam bentuk satu rangkaian dengan separator membran dan elektroda negatifnya berupa Li.
2. Mempersiapkan untuk larutan elektrolit yaitu LiPF_6 sebesar 1 M.
3. Setelah itu, mempersiapkan *glove box* untuk tempat dari katoda dan anoda serta larutan elektrolit. *Glove box* yang dipersiapkan diisi dengan gas Argon (Ar) yang berfungsi supaya tidak terinduksi udara dari luar masuk ke dalam ruang *glove box*. Untuk perakitan ini dilakukan di Lipi Serpong.

Baterai ion lithium dengan Anoda Fe_2O_3 sudah siap untuk diuji performa elektrokimianya.

3.4 Pengujian

3.4.1 Scanning electron microscope (SEM)

Pengujian SEM ini dilakukan dengan menggunakan alat SEM FEI Inspect S50 dan dilakukan di Laboratorium karakterisasi, Jurusan Teknik Material. Pengujian Scanning Electron Microscope ini bertujuan untuk mengamati morfologi yang terbentuk dari sampel Fe_2O_3 yang menggunakan variasi penambahan glycine sebanyak 9 mmol, 12 mmol dan 15 mmol dengan temperatur hidrotermal 160°C selama 10 jam. *Scanning electron microscope* adalah jenis mikroskop yang menampilkan gambar morfologi sampel dengan memanfaatkan sinar elektron berenergi tinggi dalam pola *raster scan*. Cara kerja SEM adalah dengan menembakkan elektron dari *electron gun* lalu melewati *condensing lenses* dan pancaran elektron akan diperkuat dengan



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

sebuah kumparan, setelah itu elektron akan difokuskan ke sampel oleh lensa objektif yang ada di bagian bawah. Pantulan elektron yang mengenai permukaan sampel akan ditangkap oleh *backscattered electron detector* dan *secondary electron detector* yang kemudian diterjemahkan dalam bentuk gambar pada *display*. Elektron yang dipercepat dalam SEM membawa sejumlah besar energi kinetik, dan energi ini hilang saat berbagai sinyal yang dihasilkan oleh interaksi elektron-elektron pada sampel ketika melambat dalam sampel padat. Sinyal-sinyal ini termasuk elektron sekunder (yang menghasilkan gambar SEM), elektron *backscattered* (BSE), elektron *backscattered* difraksi (EBSD yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dan orientasi dari mineral), foton (karakteristik sinar-X yang digunakan untuk analisis elemen dan kontinum X-ray), cahaya tampak (cathodoluminescence-CL), dan panas. Elektron sekunder dan elektron *backscattered* biasanya digunakan untuk sampel pencitraan: elektron sekunder yang paling berharga karena menunjukkan morfologi dan topografi pada sampel dan elektron *backscattered* yang paling berharga bagi menggambarkan kontras dalam komposisi sampel multifase (yaitu fase diskriminasi cepat).

Langkah-langkah yang dilakukan dalam menggunakan SEM adalah sebagai berikut :

1. Meletakkan Spesimen diatas holder yang telah dilekatkan dengan *carbon tape* agar sample tidak terlepas dari holder pada saat pengujian.
2. Memasukkan spesimen yang telah berisi *holder* kedalam mesin SEM.
3. Mengondisikan udara dalam tabung pada alat menjadi vakum dan siap melakukan proses pengamatan.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor. Pada layar komputer akan tampak permukaan spesimen dengan berbagai perbesaran yang bisa diatur sesuai dengan kebutuhan.



Gambar 3.5 alat uji SEM FEI Inspect S50 di jurusan Teknik Material ITS

Dalam penelitian ini, SEM digunakan untuk mengkarakterisasi morfologi serta ukuran partikel dari prekursor. Mesin SEM yang akan digunakan seperti pada Gambar 3.5 tersedia di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, ITS.

3.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Uji Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Karakterisasi, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi menggunakan alat *Philip Analytical*. Pengujian XRD ini adalah sebuah pengujian yang dilakukan untuk mengetahui senyawa/unsur (analisis kualitatif) yang terbentuk pada sampel dan penentuan komposisi sampel (analisis kuantitatif). Analisis yang dilakukan berhubungan dengan pengujian lain, misalnya SEM atau TEM. Pengamatan dengan mikroskop akan menjelaskan bagaimana distribusi fasa yang teridentifikasi berdasarkan hasil karakterisasi XRD.

Pengujian ini memanfaatkan difraksi dari sinar-X. Secara umum prinsip kerja XRD dapat dilihat pada Gambar 3.7, yaitu generator tegangan tinggi yang berfungsi sebagai pembangkit daya sumber sinar-X pada bagian *x-ray tube*. Sampel padat dan

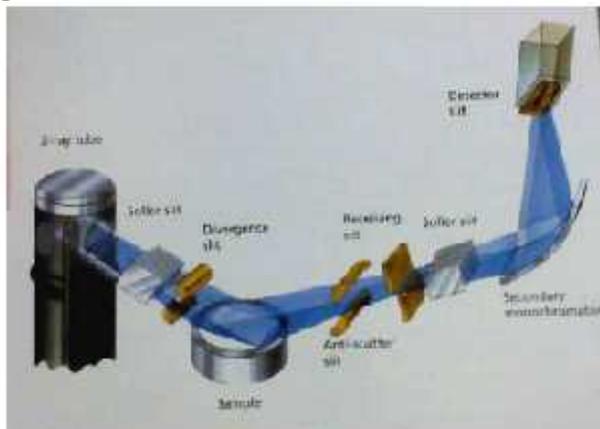


Laporan Tugas Akhir Departemen Teknik Material FTI-ITS

serbuk yang telah dimampatkan diletakkan di atas wadah yang dapat diatur posisinya. Berkas sinar-X ditembakkan ke sampel dan sinar-X didifraksikan oleh sampel, kemudian berkas sinar-X masuk ke alat pencacah. Intensitas difraksi sinar-X ditangkap oleh detektor dan diterjemahkan dalam bentuk kurva.

Langkah-langkah yang dilakukan dalam menggunakan SEM adalah sebagai berikut :

1. Menempatkan sample pada titik fokus hamburan sinar-X yaitu tepat di tengah-tengah *plate* yang berfungsi sebagai wadah yaitu sebuah plat tipis yang berlubang di tengah berukuran sesuai dengan sampel (pelet) dengan perekat pada sisi baliknya.
2. Sampel di tembak oleh sinar X yang kemudian di difraksikan.
3. Sinar X yang di difraksikan di tangkap oleh *X-ray detector* dan menghasilkan grafik pada layar monitor.
4. Data dan grafik hasil pengujian XRD selanjutnya dicocokkan dengan JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*) untuk mengetahui struktur kristal yang sesuai.



Gambar 3.6 Skema kerja XRD (Pratapa,2014)



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

Sampel dianalisis menggunakan XRD dengan mesin *Panalytical* seperti ditunjukkan pada Gambar 3.6. Data dan grafik hasil pengujian XRD selanjutnya dicocokkan dengan menggunakan JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*) untuk mengetahui struktur kristal yang sesuai.

Analisis kualitatif tidak hanya mengidentifikasi unsur apa saja yang ada dalam sampel, tetapi juga konsentrasi unsur tersebut. Untuk melakukan analisis kuantitatif maka perlu dilakukan beberapa proses seperti meniadakan *background*, *dekonvolusi peak* yang bertumpang tindih dan menghitung konsentrasi unsur seperti yang tercantum pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Informasi Difraksi pada XRD

No	Karakter	Informasi Dari Material	Informasi dari instrument
1	Posisi puncak (2 θ)	<ul style="list-style-type: none">- Fasa kristal/identifikasi- Struktur kristal- Parameter kisi- Regangan seragam	<ul style="list-style-type: none">- Kesalahan 2- Ketidaktepatan penempatan sampel
2	Tinggi puncak (intensitas)	<ul style="list-style-type: none">- Identifikasi- Komposisi- Hamburan tak koheren- <i>Extinction</i>- <i>Preferred orientation</i>	
3	Lebar dan bentuk puncak	<ul style="list-style-type: none">- Ukuran kristal (bukan partikel atau <i>grain</i>)- Distribusi ukuran	<ul style="list-style-type: none">- Duplet radiasi- Divergensi aksial- Kedataran permukaan sampel

Sumber : Pratapa, 2004



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

Interpretasi konstruktif radiasi sinar-X yang telah dideteksi detektor selanjutnya akan diperkuat gelombangnya dengan menggunakan *amplifier*. Lalu interpretasi konstruktif radiasi sinar-X tersebut akan terbaca secara spektroskopi sebagai puncak-puncak seperti Gambar 3.8. Dengan menganalisis puncak-puncak grafik tersebut maka kandungan material dan struktur kristal serta komponen-komponen kristalografinya dapat diketahui. Dan dari data hasil grafik dapat diperoleh persamaan untuk menghitung ukuran kristal sesuai dengan persamaan Debye Scherrer yang ditunjukkan pada Persamaan (3.1).

$$D = \frac{0.9}{\beta} \quad (3.1)$$

dimana:

D : Ukuran kristal (Å)

: Panjang gelombang radiasi (Å); (CuK α =1.5406Å)

B : *Full Width at Half Maximum* (rad); ($1^\circ=0.0174$ rad)

: Sudut Bragg ($^\circ$)

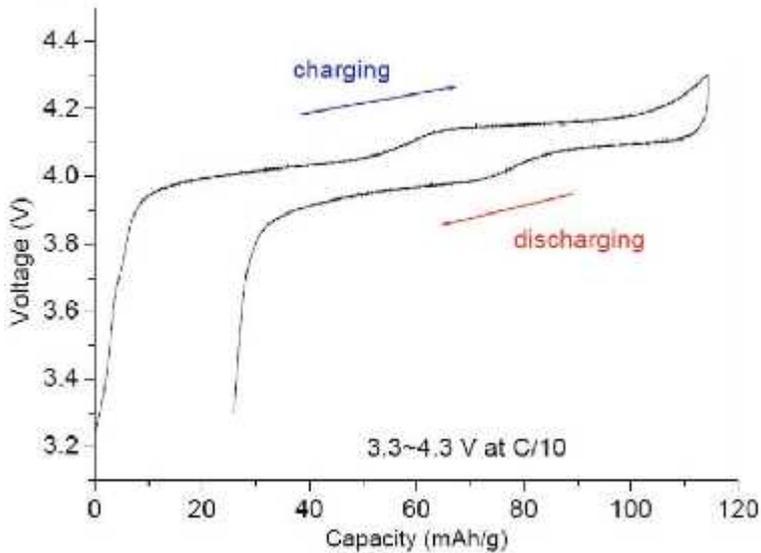
Seluruh sampel substrat dianalisis dengan menggunakan alat XRD PAN analytical seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.8 dan dicocokkan dengan *Joint Committee of Powder Diffraction Standard* (JCPDS). Mesin XRD PAN analytical yang akan digunakan telah tersedia di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, ITS.



Gambar 3.8 Mesin XRD PAN analytical

3.4.3 Proses analisa performance *galvanostatic charge/discharge*

Pengujian *Charge/Discharge* pada penelitian ini dilakukan di laboratorium Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) dengan spesifikasi mesin *Automatic Battery Cycler* WonATech dengan *range* tegangan antara 0.1-3V. Pengujian charge discharge digunakan untuk mengetahui kemampuan suatu material untuk menyimpan energy. Kapasitas energy atau muatan dinyatakan dalam satuan mAh/gram. Tes charge-discharge dilakukan dengan kepadatan arus konstan. Kapasitas (Q) dapat dihitung berdasarkan waktu charge discharge menggunakan rumus $Q = I \times t$, dimana I adalah kerapatan arus dan t adalah waktu. Grafik charge discharge menampilkan hubungan potensial dan waktu seperti yang terlihat pada Gambar 3.9 di bawah ini:



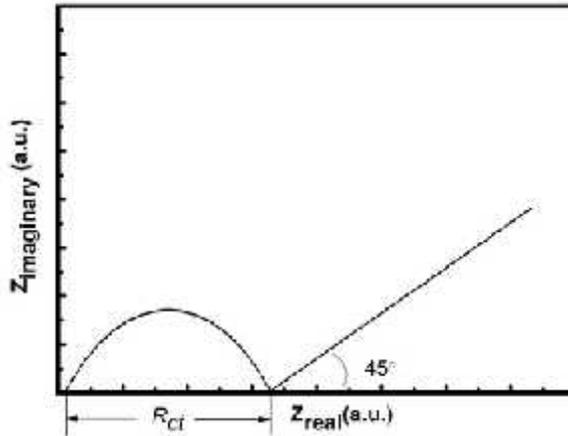
Gambar 3.9 Gambar Hasil Charging dan Discharging

3.4.4 Proses analisa performance *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*

Electrochemical impedance spectroscopy (EIS) adalah suatu metode untuk menganalisa suatu elektroda terhadap sinyal potensial AC pada amplitudo rendah (~ 10 mV) dari rentang frekuensi yang sangat lebar. AC impedance spectroscopy merupakan teknik yang sangat bagus untuk menentukan parameter kinetik dari proses elektroda' termasuk didalam elektrolit, pasivasi layer, charge transfer, dan Li^+ diffusion. Charge-transfer resistance (R_{ct}) salah satu parameter yang penting untuk mengkarakterisasikan kuantitatif kecepatan sebuah reaksi elektroda. Biasanya, resistansi charge-transfer yang besar menunjukkan reaksi elektrokimia yang lambat. R_{ct} dapat dihitung dari electrochemical impedance spectroscopy dengan nilai sama



dengan diameter setengah lingkaran didalam region medium-frekuensi, seperti Gambar 3.10



Gambar 3.10 Hasil kurva dari pengujian spektroskopi impedansi elektrokimia dari sistem baterai lithium

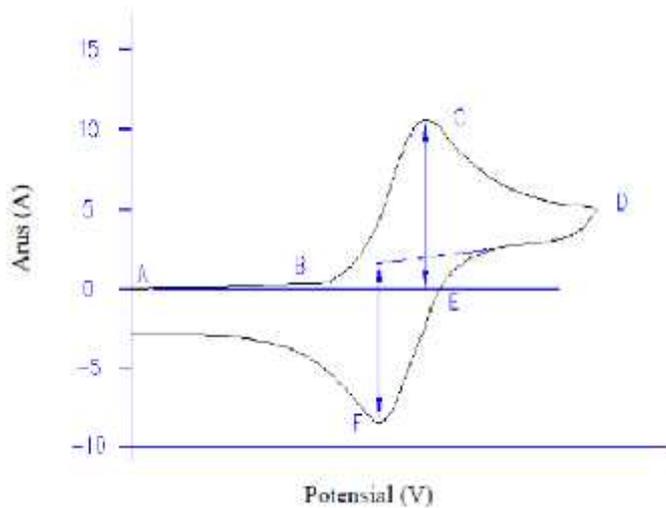
3.4.5 Proses analisa performance *Cyclic Voltammetry (CV)*

Pada penelitian ini pengujian *Cyclic Voltammetry* dilakukan di laboratorium Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) dengan spesifikasi mesin *Automatic Battery Cycler WonATech* dengan *range* tegangan antara 0.01-3 V dan *scan rate* 0.1 mV/s. *Cyclic Voltammetry* merupakan suatu metode elektroanalisis yang didasarkan pada prinsip elektrolisis dari suatu larutan yang mengandung analit elektroaktif dan reaksi terjadi pada elektroda logam dengan larutan elektrolitnya. Elektroda pada sel elektrokimia terdiri dari elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda bantu. Elektroda kerja adalah tempat terjadinya reaksi elektrokimia yang diamati seperti arus yang dihasilkan. Elektrode kerja yang umumnya berasal dari logam, bahan semikonduktor dan karbon. Fungsi elektroda pembanding



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

adalah sebagai pembanding beda potensial pada elektroda dalam sel elektrokimia, biasanya menggunakan SCE calomel. Elektrode bantu merupakan elektroda yang berperan sebagai tempat berkumpulnya elektron sehingga arus dapat dilewatkan melalui sel tetapi tidak mempengaruhi reaksi pada elektroda kerja (elektroda bantu harus bersifat inert), biasanya menggunakan kawat Pt. Prinsip kerja adalah dengan memberikan potensial tertentu pada elektroda kerja, maka akan diketahui arus yang terjadi. Plot antara arus yang diukur dengan potensial kerja yang diberikan disebut *voltammogram*. Arus yang dihasilkan dari reaksi reduksi disebut arus katodik dan arus yang dihasilkan dari reaksi oksidasi disebut arus anodik. Berdasarkan potensialnya, CV dilakukan sapuan bolak-balik sehingga informasi reduksi dan oksidasi dapat diketahui dengan baik. Dimulai dengan tanda polaritas negatif. Pada titik B potensial menjadi semakin negatif sehingga analit pada elektroda kerja dapat direduksi, ditandai dengan munculnya arus katodik. Proses reduksi berlangsung hingga hampir semua analit tereduksi, ditandai dengan munculnya puncak arus katodik pada titik C. Arus akan berkurang hingga mencapai titik D, dan tanda polaritas negatifnya mulai berkurang. Arus katodik terus berkurang hingga potensial mencapai titik E, kemudian arus katodik mulai dominan. Pada titik F arus anodik akan bertambah dengan berkurangnya konsentrasi analit yang tereduksi. Arus anodik berkurang dari puncak hingga kembali kepotensial awal.



Gambar 3.11 Voltamogram Hubungan Arus Terhadap Potensial

3.5 Analisa Data

Analisa data dititik beratkan pada identifikasi gambar uji SEM, grafik dan nilai komposisi bahan material dari uji XRD, kurva voltammogram dari uji CV, kurva frekuensi pada uji EIS, dan grafik hubungan potensial dan waktu dari uji *Galvanostatic charge/discharge*



3.6 Perencanaan Penelitian dan Pengujian

Perencanaan penelitian ini dibuat untuk menyesuaikan kerja pembuatan anoda Fe_2O_3

Tabel 3.2 Perencanaan Pengujian Anoda Fe_2O_3

Temperatur Hydrothermal	Komposisi	Karakterisasi Material		Performa elektrokimia baterai		
		XR D	SEM /TE M	Charge/ Discharge	C V	EI S
160 °C	9 mmol	✓	✓	✓	✓	✓
	12 mmol	✓	✓	✓	✓	✓
	15 mmol	✓	✓	✓	✓	✓
160°C	9mmol + kalsinasi	✓	✓	✓	✓	✓
	12mmol+ kalsinasi	✓	✓	✓	✓	✓
	15mmol+ kalsinasi	✓	✓	✓	✓	✓

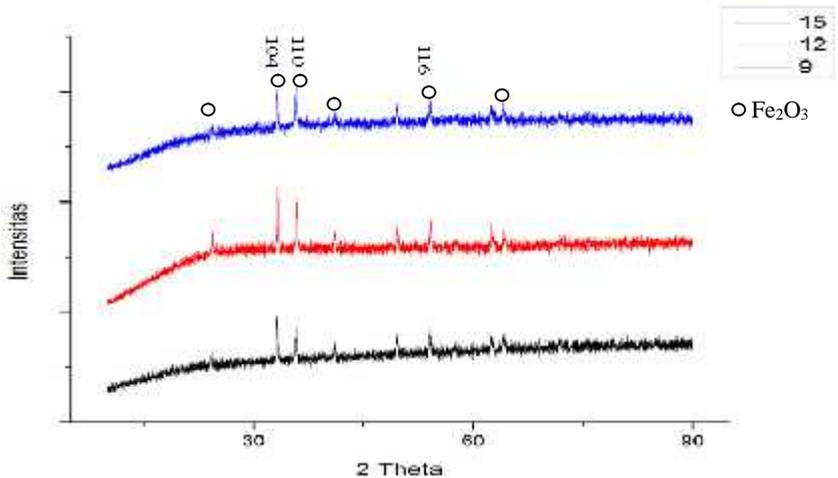


BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil karakterisasi *x-ray diffraction* (XRD) Fe_2O_3 dengan variasi penambahan Glycine 9, 12 dan 15 mmol

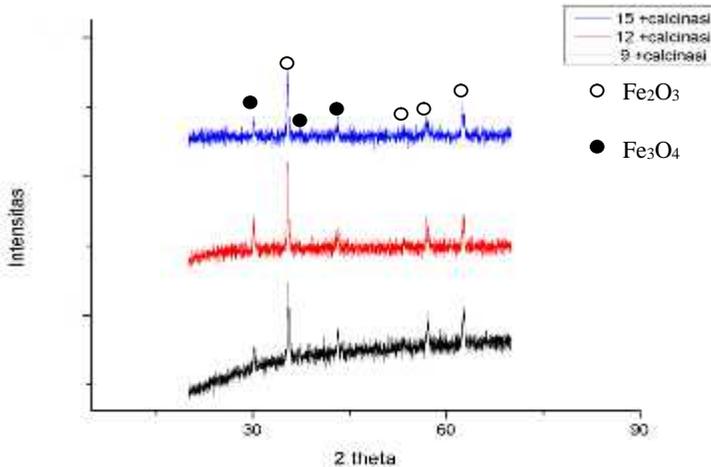
Serbuk yang di hasilkan pada proses sintesa - Fe_2O_3 menunjukkan warna merah bata tanpa adanya perbedaan warna dengan sampel lainnya. Identifikasi pembentukan fasa hematite dilakukan dengan menggunakan analisa XRD pada sampel uji. Analisa XRD dilakukan dengan variasi Glycine penambahan 9, 12 dan 15 mmol pada temperature 160°C terlihat pada gambar 4.1, dimana semua puncak difraksi terindeks sebagai oksida besi Fe_2O_3 (hematite) dengan sistem kristal Hexagonal pada space group R-3c, hal ini berdasarkan standar JCPDS 033-0664 atau CAS 1309-37-1 dengan tiga puncak difraksi yang dominan, yakni dengan notasi (hkl) (1 0 4) pada $2\theta = 33,153^\circ$, (1 1 0) pada $2\theta = 35,612^\circ$ dan (1 1 6) pada $2\theta = 54,091^\circ$.

Pada gambar 4.1 juga terlihat tidak terdapat puncak lain sebagai pengotor yang teramati, hal ini menunjukkan jika semua sample yang diperoleh memiliki kemurnian yang tinggi. Pada sample dengan penambahan 9 mmol intensitas tertinggi pada posisi dengan notasi (hkl) (1 0 4) pada $2\theta = 33.2314^\circ$, (1 1 0) pada $2\theta = 35.7381^\circ$ dan (1 1 6) pada $2\theta = 54.0981^\circ$, puncak yang tajam menunjukkan bahwa sampel - Fe_2O_3 mempunyai sifat kristalin yang bagus, pada sample 12 mmol intensitas tertinggi pada posisi dengan notasi (hkl)(1 0 4) pada $2\theta = 33.3023^\circ$, (1 1 0) pada $2\theta = 35.8246^\circ$ dan (1 1 6) pada $2\theta = 54.1711^\circ$ dan pada sample 15 mol intensitas tertinggi pada posisi dengan notasi (hkl)(1 0 4) pada $2\theta = 33.2725^\circ$ (1 1 0) pada $2\theta = 35.7911^\circ$ dan (1 1 6) pada $2\theta = 54.0896^\circ$.



Gambar 4.1 XRD pattern pada serbuk Fe₂O₃ penambahan glycine 9,12 dan 15 mmol

Dari identifikasi fasa menggunakan difraksi sinar-x, indeks yang terjadi pada 12 mmol menunjukkan intensitas yang paling tinggi dibandingkan ketiga sample dan puncak yang tajam mengindikasikan bahwa penambahan 12 mol memiliki tingkat kristalinitas yang lebih baik. Pada ketiga sample tidak memperlihatkan perbedaan puncak yang signifikan dan sesuai dengan pola standar Fe₂O₃.



Gambar 4.2 XRD *pattern* pada serbuk Fe_2O_3 yang dikalsinasi dengan penambahan glycine 9,12 dan 15 mmol

Pada gambar 4.2 didapatkan hasil XRD serbuk Fe_2O_3 yang dicoating carbon dengan proses kalsinasi pada temperature $600\text{ }^\circ\text{C}$. Pada ketiga sample terjadi perubahan diameter hkl ditunjukkan dengan bergesernya puncak. Pembentukan senyawa baru berupa Fe_3O_4 diakibatkan karena penambahan glukosa yang menyebabkan terjadi reduksi pada Fe_2O_3 , pada proses kalsinasi(Xiang,2017). Pada sample 9 mmol intensitas tertinggi puncak terjadi pada posisi $2\theta = 35.54^\circ$, $2\theta = 57.08^\circ$, dan $2\theta = 62.65^\circ$, pada sample 12 mmol terjadi pada posisi $2\theta = 30.12^\circ$, $2\theta = 35.47^\circ$, dan $2\theta = 62.56^\circ$, pada sample 15 mmol terjadi pada posisi $2\theta = 30.12^\circ$, $2\theta = 35.46^\circ$, dan $2\theta = 62.47^\circ$. perbandingan pada ketiga sample hasil kalsinasi tidak memperlihatkan perbedaan puncak yang signifikan.

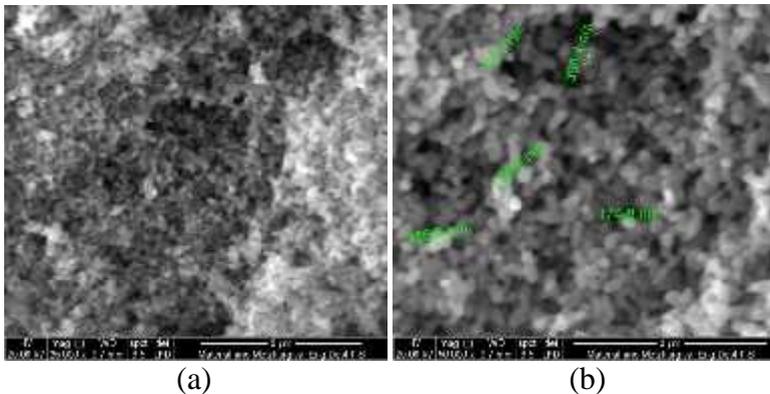


4.2 Hasil karakterisasi TEM dan SEM Fe₂O₃

Setelah serbuk Fe₂O₃ di karakterisasi dengan XRD dan di dapatkan material sesuai dengan standar, percobaan dilanjutkan dengan melihat morfologi struktur mikro dan persebaran hasil coating carbon dengan pengaruh variasi komposisi glycine yang ditambahkan pada material Fe₂O₃. Dengan bahasan diatas diharapkan akan terlihat bagaimana pengaruhnya terhadap struktur mikro sehingga akan didapatkan parameter optimal .

4.2.1 Serbuk Fe₂O₃ dengan variasi penambahan Glycine 9 mmol

Serbuk Fe₂O₃ selanjutnya dilakukan pengujian TEM dan SEM-EDX *Mapping* untuk mengetahui struktur morfologi permukaan Fe₂O₃ dan persebaran unsur hasil *coating*. struktur morfologi sampel Fe₂O₃ pada penambahan 9 mmol glycine *coated- carbon* diamati dengan SEM dapat dilihat pada Gambar 4.3 Pengamatan perbesaran dilakukan dengan perbesaran 25.000X dan 50.000X

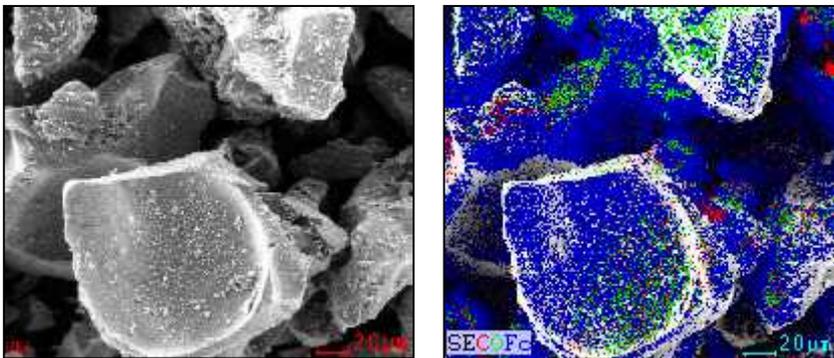


Gambar 4.3 Struktur mikro Fe₂O₃ *non-coated* dengan pengamatan SEM pada perbesaran (a)25.000 x dan (b) 50.000x

Gambar diatas pada perbesaran sampai 50.000x cukup terlihat butiran Fe₂O₃, namun pada perbesaran 25.000x nampak



kurang jelas dikarenakan ukuran partikel yang cukup kecil, ini berdasarkan hasil pengukuran butir secara manual dengan SEI FEI inspect S50 diketahui ukuran butir berkisar 100-300 nm, merupakan ukuran yang cukup kecil untuk dilihat melalui alat SEM, secara sekilas butir tampak merata dan halus, bentuk butiran terlihat nanoelips dikarenakan penambahan glycine. Pada penelitian yang dilakukan Wang menunjukkan penambahan glisin mampu membentuk morfologi Fe_2O_3 menjadi eliptical, sebaliknya ketika tidak menggunakan glisin diperoleh partikel yang tidak teratur pada fasa campuran heksagonal besi oksida selain itu penggunaan glicyne mampu menjaga kemurnian Fe_2O_3 (Wang dkk, 2014). Perlakuan metode hydrothermal menghasilkan butiran dengan skala nano, didapatkan bahwa ukuran butir nano Fe_2O_3 dapat menghindari transformasi fase irreversible ketika reaksi terjadi (wen-jing, 2010). Hasil lainnya serbuk yang dicoating dengan carbon terlihat butiran yang lebih besar dapat dilihat pada gambar 4.4.



(a)

(b)

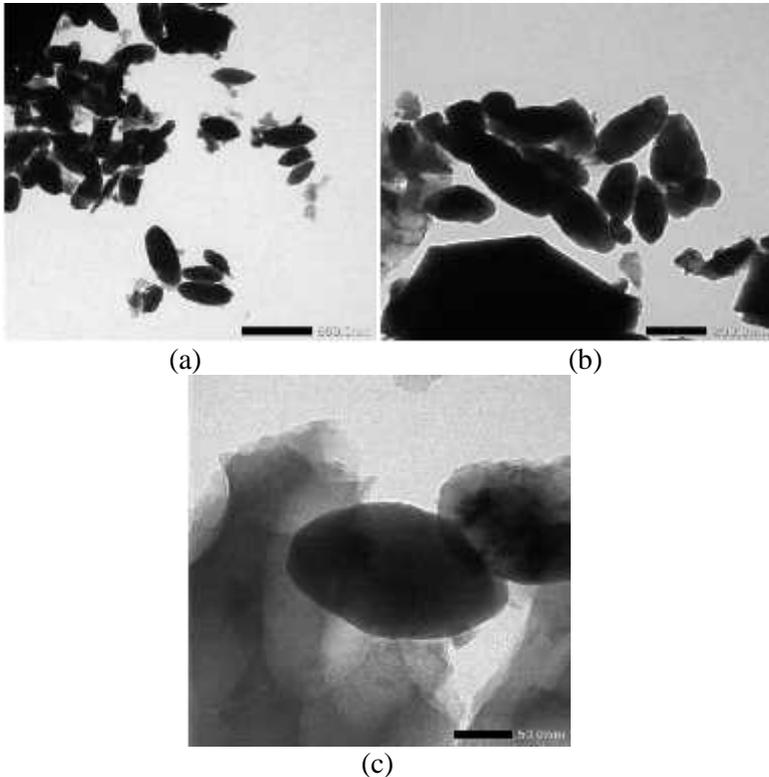
Gambar 4.4 Struktur mikro Fe_2O_3 Coated carbon dengan pengamatan SEM dengan perbesaran 2.000x (a) Fe_2O_3 coating carbon (b) persebaran unsur Fe_2O_3 coating carbon



Table 4.1 Presentase jumlah komposisi unsur pada serbuk Fe_2O_3 penambahan 9 mmol glycine

Element	Wt%	At%
CK	09.75	26.58
OK	14.05	28.75
FeK	76.20	44.68
Matrix	Correction	ZAF

Pada perbesaran 2.000x jauh terlihat lebih jelas partikel Fe_2O_3 , hal ini disebabkan perlakuan kalsinasi dalam pencoatingan carbon pada serbuk Fe_2O_3 , kalsinasi dilakukan pada temperature 600°C, secara pengamatan visual warna dari serbuknya pun berubah dari merah bata menjadi hitam dengan bintik-bintik putih yang dihasilkan dari campuran glukosa, dan ketika disentuh serbuknya pun terasa lebih kasar, pada gambar 4.4 terlihat ketidakberaturan morfologi butiran dan butirannya pun tampak besar-besar. Dibagian sekitar butir terlihat warna putih mengindikasikan bahwa itu merupakan lapisan coating yang dibentuk oleh carbon, untuk membuktikan hal tersebut dilakukan mapping untuk melihat persebaran dari unsur Fe_2O_3 yang dicoating carbon, pada gambar 4.4b terlihat bahwa persebaran dari coating carbon tidak merata, hanya di beberapa bagian pada butir hal ini diakibatkan karena kesalahan waktu mixing. Untuk melihat lebih jelas hasil coating maka dilakukan pengujian morfologi lebih lanjut yaitu dengan TEM, dapat dilihat pada gambar 4.5. Dengan perhitungan manual didapatkan panjang butir ~250nm dan lebar butir ~125 nm

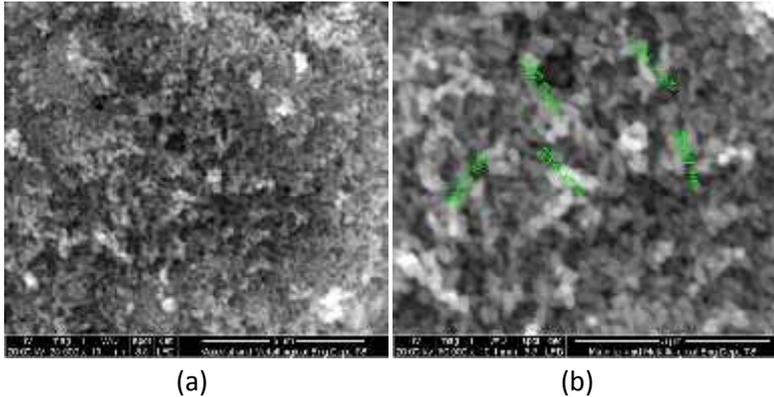


Gambar 4.5 hasil pengujian TEM pada material Fe_2O_3 dengan penambahan 9 mmol glycine *coated- carbon* ukuran (a)500 nm (b)200 nm (c)50 nm

Pada skala gambar 500 nm terlihat butiran menggumpal, bentuk dan ukuran butir kurang merata. Pada gambar 4.5b Beberapa Butiran berbentuk *nanoelips* atau lonjong karena penambahan glycine. Pada gambar 4.5c hasil calcinasi memperlihatkan *coating* Carbon yang berwarna lapisan putih pada sekeliling butiran Fe_2O_3 , persebaran coating-carbon sedikit terlihat pada sisi butir tapi hanya beberapa bagian dan sangat sedikit.



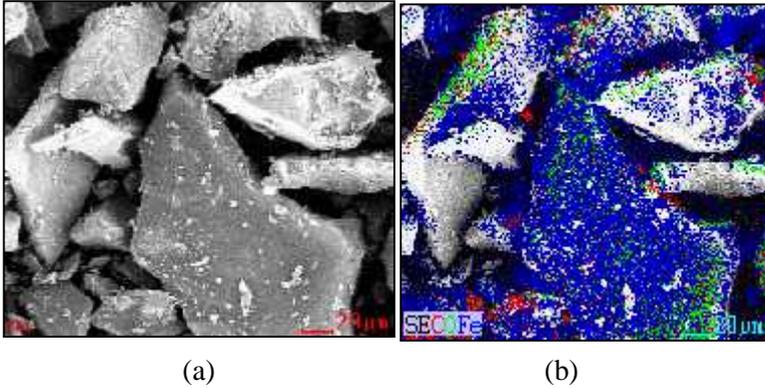
4.2.2 Serbuk Fe_2O_3 dengan variasi penambahan Glycine 12 mmol



Gambar 4.6 Struktur mikro Fe_2O_3 *non-coated* dengan pengamatan SEM pada perbesaran (a)25.000 x dan (b) 50.000x

Pada gambar 4.6b diatas sample dengan penambahan 12 mmol glycine dengan pengukuran manual didapatkan ukuran sekitar 240-350 nm , ukuran yang didapat lebih besar dari rata-rata butiran pada penambahan 9 mmol glycine, pada perbesaran 25.000x butiran terlihat lebih elips, persebarannya merata dan homogen pada sample Fe_2O_3 tanpa coating. Sebaliknya pada sample yang dicoating pada perbesaran 2.000x sudah terlihat sangat jelas butirannya, dapat dilihat pada gambar 4.7

Pada gambar di bawah setelah proses kalsinasi butiran yang dihasilkan besar-besar, menunjukkan bahwa serbuk yang di hasilkan lebih kasar, pola persebaran dari coating carbon terlihat tidak merata, pada gambar 4.7 b carbon terlihat menggumpal pada satu titik, tidak menyebar melapisi butiran Fe_2O_3 .



Gambar 4.7 Struktur mikro Fe_2O_3 Coated carbon dengan pengamatan SEM dengan perbesaran 2.000x (a) Fe_2O_3 coating carbon (b) persebaran unsur Fe_2O_3 coating carbon

Table 4.2 Presentase jumlah komposisi unsur pada serbuk Fe_2O_3 penambahan 12 mmol glycine

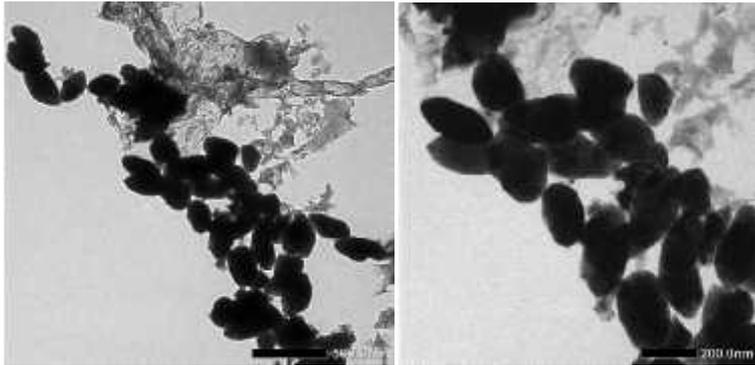
Element	Wt%	At%
CK	14.83	35.85
OK	15.36	27.87
FeK	69.81	36.28
Matrix	Correction	ZAF

Pada pengujian TEM gambar yang dihasilkan terlihat lebih jelas dimana pada skala gambar 500nm butir terlihat lebih rapih dibandingkan pada penambahan 9 mmol, yang tampak menggumpal, bentuk butirannya sebagian besar berbentuk nanoelips. Pada gambar 4.8c dengan perhitungan manual dari



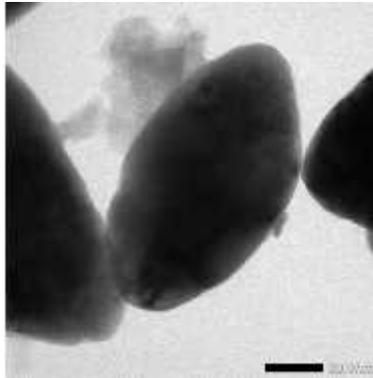
Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

gambar dengan panjang butir $\sim 400\text{nm}$ dan lebar butir $\sim 200\text{nm}$, lebih besar dibandingkan dengan sample sebelumnya, jika penambahan carbon meningkat maka ukuran besar partikel membesar serta terjadi aglomerasi akibat proses kalsinasi pembuatan coating (Zeddy, 2014). Disekeliling butir tampak ada lapisan putih di beberapa bagian mengindikasikan merupakan coating carbon, dapat dilihat pada gambar 4.8.



(a)

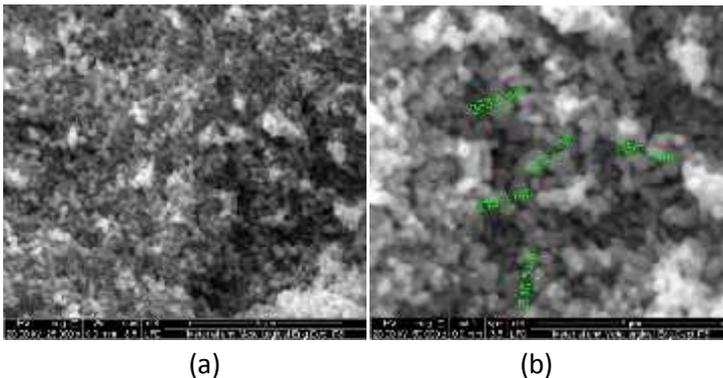
(b)



(c)

Gambar 4.8 hasil pengujian TEM pada material Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol glycine *coated-carbon* ukuran (a)500 nm (b)200 nm (c)50 nm

4.2.3 Serbuk Fe_2O_3 dengan variasi penambahan Glycine 15 mmol



(a)

(b)

Gambar 4.9 Struktur mikro Fe_2O_3 *non-coated* dengan pengamatan SEM pada perbesaran (a)25.000 x dan (b) 50.000x

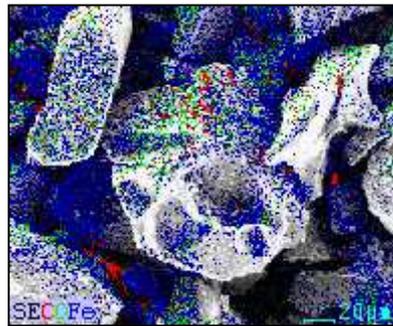


Pada gambar 4.9b diatas sample dengan penambahan 15 mmol glycine dengan pengukuran manual didapatkan ukuran sekitar 250-400 nm, nanostruktur memberikan keuntungan pada electron dan *transport* ion Li^+ dengan mengurangi jalur difusi; menaikkan kinetic interkalase dengan memberikan electrode/eletrolity yang besar pada kontak area (Arico, 2005), pada perbesaran 25.000x butiran terlihat lebih elips, persebarannya merata dan homogen pada sample Fe_2O_3 tanpa coating. Sebaliknya pada sample yang dicoating pada perbesaran 2.000x sudah terlihat sangat jelas butirannya, dapat dilihat pada gambar 4.10

Pada gambar di bawah setelah proses kalsinasi butiran yang dihasilkan besar-besar, menunjukkan bahwa serbuk yang di hasilkan lebih kasar, pola persebaran dari coating carbon terlihat tidak merata, pada gambar 4.10b carbon terlihat menggumpal pada satu titik, tidak menyebar melapisi butiran Fe_2O_3 .



(a)



(b)

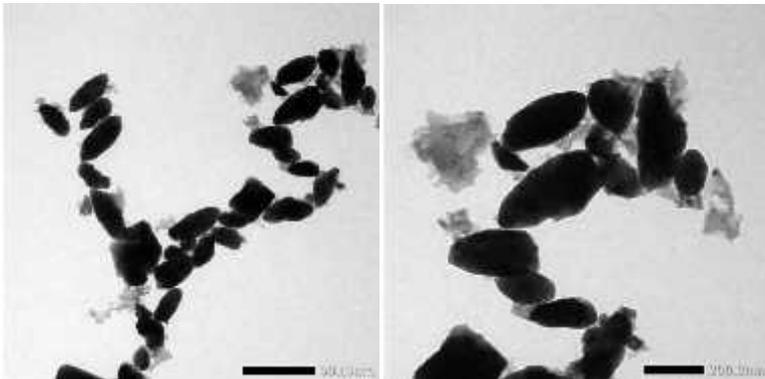
Gambar 4.10 Struktur mikro Fe_2O_3 Coated carbon dengan pengamatan SEM dengan perbesaran 2.000x (a) Fe_2O_3 coating carbon (b) persebaran unsur Fe_2O_3 coating carbon



Table 4.3 Presentase jumlah komposisi unsur pada serbuk Fe_2O_3 penambahan 15 mmol glycine

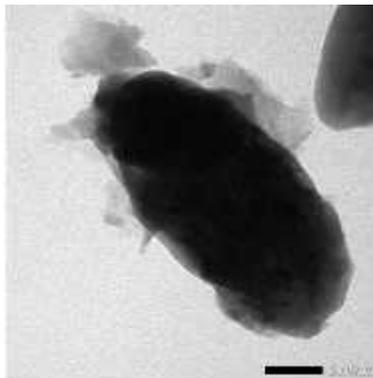
Element	Wt%	At%
CK	10.91	27.51
OK	17.86	33.84
FeK	71.23	38.65
Matrix	Correction	ZAF

Pada pengujian TEM hasil yang didapatkan butiran terlihat berbentuk nanoelips. Pada gambar 4.11c dengan perhitungan manual dari panjang butir ~350nm dan lebar butir ~125nm, disekeliling butir tampak ada lapisan putih di beberapa bagian mengindikasikan merupakan coating carbon, namun hasilnya coatingnya tampak pecah dan keluar-keluar dari pinggiran butirnya, sehingga carbonnya menyebar keluar., dapat dilihat pada gambar dibawah ini.



(a)

(b)



(c)

Gambar 4.11 hasil pengujian TEM pada material Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol glycine *coated- carbon* ukuran (a)500 nm (b)200 nm (c)50 nm



4.3 Hasil Pengujian EIS pada anoda Fe₂O₃

Karakterisasi dengan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) dilakukan untuk mengetahui sifat-sifat elektrokimia yaitu di antaranya impedansi anoda Fe₂O₃ dan nilai konduktivitas dari ion Li⁺ yang berinterkalasi selama proses *charge/discharge*. Hasil karakterisasi membentuk suatu impedansi yang berubah terhadap fungsi frekuensi dari arus AC yang diberikan. Nilai impedansi inilah yang nantinya akan menentukan sifat elektrokimia anoda, variasi dilakukan dengan penambahan glycine sebanyak 9,12 dan 15 mmol pada pembuatan Fe₂O₃ dan pemberian coating carbon pada serbuk Fe₂O₃

4.3.1 anoda Fe₂O₃ dengan penambahan 9 mmol glycine

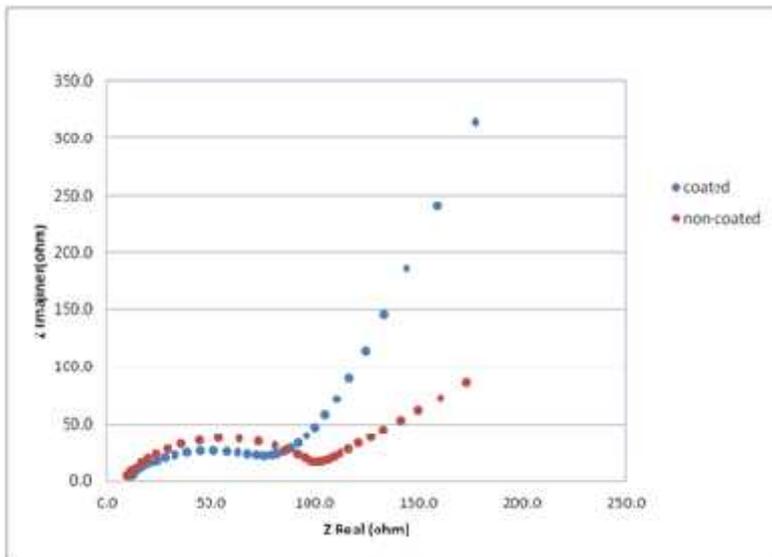
Setelah sampel di-*assembling* menjadi baterai dengan tipe koin sel, selanjutnya adalah penentuan nilai konduktivitas dan impedansi melalui pengujian *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) pada frekuensi 0,5 - 20000 Hz dan tegangan 0,1 Volt. Karakterisasi ini dilakukan dengan mengaliri arus AC pada baterai, sehingga hasil karakterisasi membentuk suatu impedansi yang berubah terhadap fungsi frekuensi dari arus AC yang diberikan. Nilai impedansi inilah yang nantinya akan menentukan sifat elektrokimia anoda yaitu konduktivitas ionic. Hasil dari pengujian ini direpresentasikan dalam dua plot yaitu Plot Nyquist dan Plot Bode. Nilai dari impedansi didapatkan untuk mengetahui adanya proses interkalasi ion lithium yang terjadi antara *interface* pada anoda Fe₂O₃ dan larutan elektrolit LiPF₆. Bentuk dari grafik EIS yang didapatkan yaitu berbentuk *semicircle* dan *slopes*. Setengah lingkaran di daerah frekuensi moderat menunjukkan proses transfer charge dari ion lithium pada permukaan Fe₂O₃ dan elektrolit. (Liang, 2013)

Plot Nyquist menjelaskan hubungan antara impedansi real (Z_{real}) dan impedansi imajiner (Z_{imajiner}) pada frekuensi tertentu dimana impedansi real diletakkan pada sumbu-X dan impedansi imajiner pada sumbu-Y. Berikut ini adalah Plot Nyquist dari sampel anoda Fe₂O₃ dan Fe₂O₃-*coated* Carbon.



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

Dari gambar 4.12 dapat diketahui bahwa kedua sampel membentuk pola yang serupa yaitu pola setengah lingkaran (*semi-circle*) dan pola garis lurus (*straight line*). Pola *semi-circle* merepresentasikan adanya hambatan elektrolit yang terjadi karena reaksi elektrokimia dalam elektrolit tersebut dimana dalam keadaan tertentu antara elektrolit dan permukaan material aktif akan terbentuk lapisan ganda (*double-layer*). Sedangkan pola *straight line* merepresentasikan proses difusi ion lithium ke dalam *bulk* material elektroda atau biasa disebut difusi Warburg. Pola ini menunjukkan bahwa elektroda yang dibuat mampu menyimpan ion lithium sehingga dapat digunakan pada baterai lithium-ion.



Gambar 4.12 Hasil pengujian EIS Nyquist Plot pada elektroda Fe_2O_3 dengan penambahan 9 mmol glycine

Titik awal dari pola *semi-circle* merupakan hambatan elektrolit (Re). Jarak dari titik Re ke titik akhir pola *semi-circle* merupakan hambatan *charge-transfer*. Ukuran lebar dari



hambatan *charge-transfer* ini menentukan nilai konduktivitas listrik baterai. Semakin sempit polanya maka nilai konduktivitas listriknya semakin besar. Hal ini dikarenakan total hambatannya (impedansi) semakin kecil seiring dengan semakin sempitnya pola *semi-circle*. Dari plot Nyquist diatas dapat dilihat bahwa sampel anoda Fe_2O_3 -coated Carbon dengan penambahan 9 mmol glycine memiliki pola *semi-circle* yang lebih sempit dari sampel anoda Fe_2O_3 non-coated dimana hal ini mengindikasikan bahwa impedansi sampel lebih besar, sehingga konduktivitas listrik sampel anoda Fe_2O_3 lebih kecil dari sampel anoda Fe_2O_3 -coated Carbon. lapisan karbon dapat secara efektif meningkatkan konduktivitas elektron elektron (yang.2016). Adapun perbandingan nilai konduktivitas listrik dan impedansi dari kedua sampel anoda dapat dilihat pada tabel 4.4.

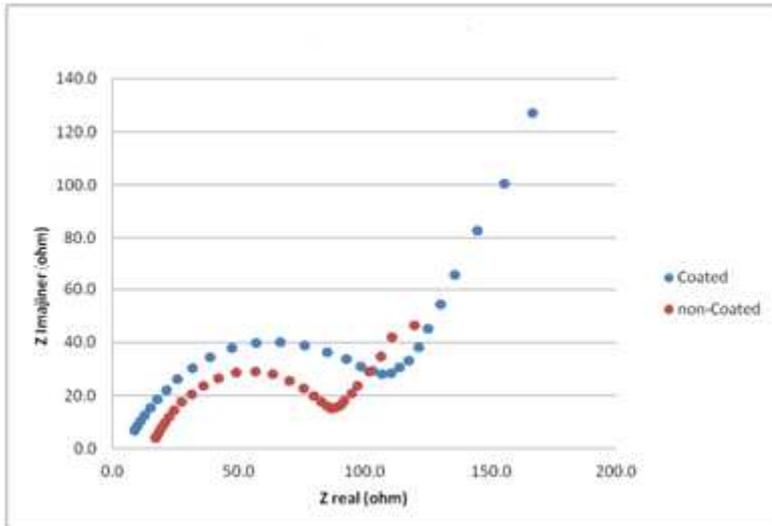
Tabel 4.4 Perbandingan Nilai Konduktivitas Listrik dan Impedansi pada Fe_2O_3 penambahan 9 mmol

Sampel Anoda	Konduktivitas Listrik / (S/cm)	Impedansi (ohm)
Fe_2O_3	$6,28 \times 10^{-5}$	6,81
Fe_2O_3 -coated Carbon	$9,51 \times 10^{-5}$	3,65



4.3.2 anoda Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol glycine

Pada sample dengan penambahan 12 mmol glycine, hasil pengujian dari EIS dapat di lihat pada gambar dibawah ini,



Gambar 4.13 Hasil pengujian EIS Plot Nyquist pada elektroda Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol glycine

Ukuran lebar dari hambatan *charge-transfer* ini menentukan nilai konduktivitas listrik baterai. Semakin sempit polanya maka nilai konduktivitas listriknya semakin besar. Dari plot Nyquist diatas dapat dilihat bahwa sampel anoda Fe_2O_3 non-coated Carbon dengan penambahan 12 mmol glycine memiliki pola *semi-circle* yang lebih sempit dari sampel anoda Fe_2O_3 -coated dimana hal ini mengindikasikan bahwa impedansi sampel yang di *coating* lebih besar. Adapun perbandingan nilai konduktivitas listrik dan impedansi dari kedua sampel anoda dapat dilihat pada tabel 4.5.



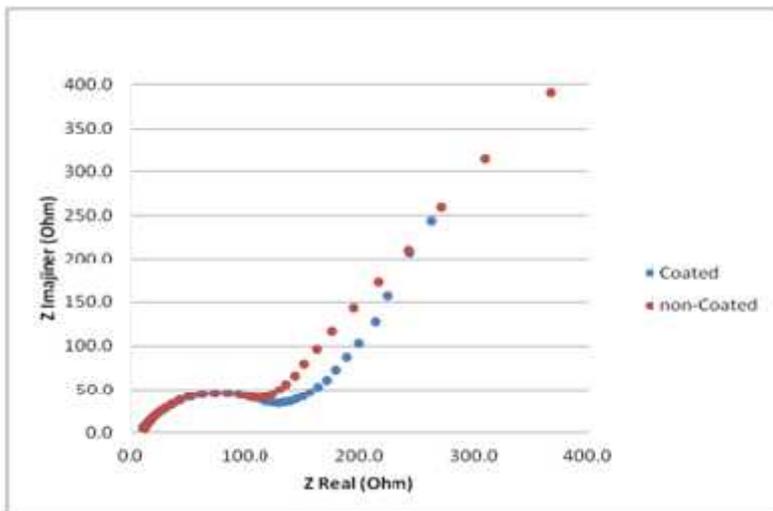
Tabel 4.5 Perbandingan Nilai Konduktivitas Listrik dan Impedansi pada Fe_2O_3 penambahan 12 mmol glycine

Sampel Anoda	Konduktivitas Listrik / (S/cm)	Impedansi (ohm)
Fe_2O_3	8.26×10^{-5}	3,84
Fe_2O_3 -coated Carbon	5.67×10^{-5}	7,16

Dari tabel diatas di dapat bahwa nilai sample Fe_2O_3 non-coated memiliki nilai konduktivitas yang lebih baik , penambahan karbon coating dari sukrosa hanya memperbaiki sifat konduktivitas elektronik tetapi tidak memperbaiki sifat konduktivitas ionik(yurwendra,2014)

4.3.3 anoda Fe_2O_3 dengan penambahan 15 mmol glycine

Pada sample dengan penambahan 15 mmol glycine , hasil pengujian dari EIS dapat di lihat pada gambar dibawah ini,



Gambar 4.14 Hasil pengujian EIS Plot Nyquist pada elektroda Fe_2O_3 dengan penambahan 15 mmol glycine



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

lebar dari hambatan *charge-transfer* ini menentukan nilai konduktivitas listrik baterai. Semakin sempit polanya maka nilai konduktivitas listriknya semakin besar. Dari plot Nyquist diatas dapat dilihat bahwa sampel anoda Fe_2O_3 non-coated Carbon dengan penambahan 15 mmol glycine memiliki pola *semi-circle* yang lebih sempit dari sampel anoda Fe_2O_3 -coated dimana hal ini mengindikasikan bahwa impedansi sampel yang di *coating* lebih besar. Adapun perbandingan nilai konduktivitas listrik dan impedansi dari kedua sampel anoda dapat dilihat pada tabel 4.6.

Tabel 4.6 Perbandingan Nilai Konduktivitas Listrik dan Impedansi pada Fe_2O_3 penambahan 15 mmol

Sampel Anoda	Konduktivitas Listrik / (S/cm)	Impedansi (ohm)
Fe_2O_3	7.02×10^{-5}	3,15
Fe_2O_3 -coated Carbon	6.92×10^{-5}	4.10



4.3.4 Perbandingan nilai konduktifitas listrik dan impedansi pada serbuk Fe_2O_3 penambahan 9,12 dan 15 mmol

Adapun perbandingan nilai konduktivitas listrik dan impedansi dari keenam sampel anoda dapat dilihat pada tabel 4.7

Table 4.7 Perbandingan nilai konduktivitas listrik dan impedansi anoda Fe_2O_3

Penambahan Glycine	Sampel Anoda	Konduktivitas Listrik / (S/cm)	Impedansi (ohm)
9mmol	Fe_2O_3	$6,28 \times 10^{-5}$	6,81
9mmol	Fe_2O_3 -coated Carbon	$9,51 \times 10^{-5}$	3,65
12mmol	Fe_2O_3	$8,26 \times 10^{-5}$	3,84
12mmol	Fe_2O_3 -coated Carbon	$5,67 \times 10^{-5}$	7,16
15mmol	Fe_2O_3	7.02×10^{-5}	3,15
15mmol	Fe_2O_3 -coated Carbon	6.92×10^{-5}	4,1

Pada perbandingan penambahan glycine, konduktifitas mencapai titik optimum pada penambahan 12 mmol *non-coated*, hal ini dikaitkan dengan pengujian XRD dimana pada penambahan 12 mmol *non-coated*, intensitas yang muncul pada puncak lebih tinggi mengindikasikan tingkat kristalin pada sample tersebut lebih baik, Kisi kristal Fe_2O_3 mampu menyimpan enam ion Li per unit rumus dengan mekanisme interkalasi / de-interkalasi lithium ion sesuai persamaan $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 6\text{Li} \rightarrow 3\text{Li}_2\text{O} + 2\text{Fe}$ (Liu,2009). Penambahan karbon coating dari glukosa hanya memperbaiki sifat konduktivitas elektronik tetapi tidak



memperbaiki sifat konduktivitas ionic, Pada sample 9 mmol coated carbon terjadi peningkatan nilai konduktivitas jika dikaitkan dengan hasil SEM-EDX jumlah coating carbon pada sample ini paling sedikit, penambahan kadar % karbon, jika penambahan meningkat maka ukuran besar partikel membesar serta terjadi aglomerasi akibat proses kalsinasi pembuatan coating. Hal ini dapat menyebabkan menurunnya konduktivitas elektronik seiring bertambahnya kadar % karbon yang dikarenakan aglomerasi dan meningkatnya ukuran besar partikel, sehingga menutupi lapisan permukaan (argasani.2014) , nilai konduktivitas yang dicapai yaitu $9.51 \times 10^{-5} \text{ S/cm}$.

4.4 Hasil pengujian CV(Cyclic Voltametri) anoda Fe₂O₃

Karakterisasi dengan *Cyclic Voltametry* (CV) dilakukan untuk memperoleh informasi tentang potensial redoks dan kapasitas spesifik dari anoda Fe₂O₃. Dari hasil percobaan yang diperoleh, dapat dilakukan beberapa pembahasan yang meliputi: variasi penambahan glycine terhadap CV (*Cyclic Voltametry*) dan pengaruh coating carbon terhadap hasil pengujian.

4.4.1 anoda Fe₂O₃ dengan penambahan 9 mmol

Pengujian *Cyclic Voltametry* (CV) bertujuan untuk mengetahui performa elektrokimia dari baterai yang telah dibuat, yaitu dilihat dari proses interkalasi/deinterkalasi ion lithium. Pengujian ini menggunakan alat WBCS 3000, *Automatic Battery Cycler* Ver. 3.2 dengan rentang tegangan 0 – 3 V dan *scan rate* 0,1 mV/s. Pada proses *discharge*, terjadilah oksida pada anoda Fe₂O₃ yang memenuhi persamaan reaksi :



Dan pada saat *charge* terjadi reaksi reduksi dengan persamaan :



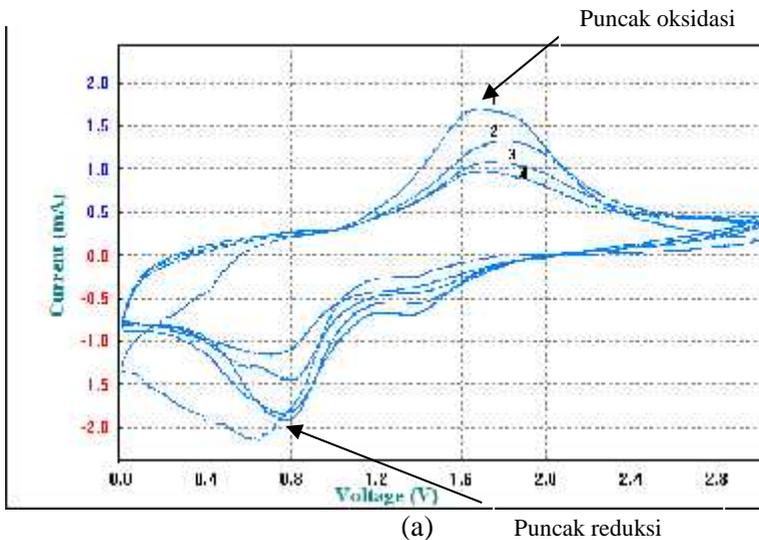
Pada cycle pertama terlihat untuk kedua sampel, diperoleh puncak reduksi sebesar 0.7 V untuk sample tanpa *coated* dan 0,9 V untuk sample yang *coated* hal ini berhubungan dengan penyisipan ion lithium kedalam struktur kristal Fe₂O₃ dimana

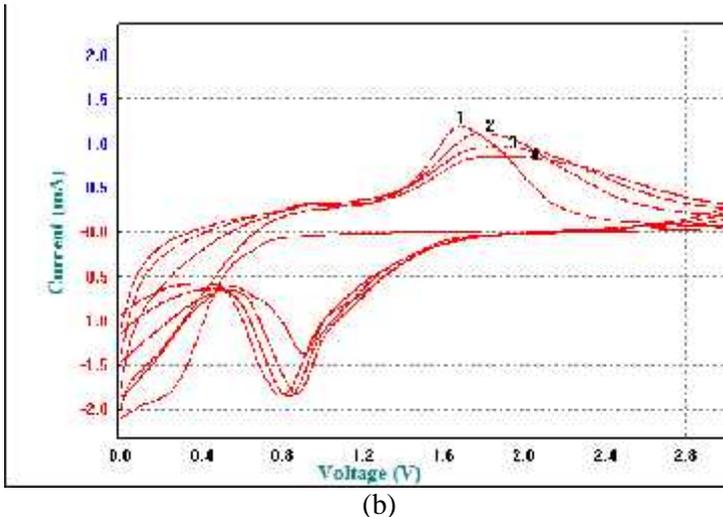


Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

terjadi pengurangan Fe^{3+} menjadi Fe^0 dan reaksi reduksi irreversible dari elektrolit (Larcher, 2003).

Selain itu terlihat puncak utama pada proses oksidasi sebesar 1,7 V untuk sample tanpa *coated* dan 1,7 V sample yang *coated*. Hal ini sesuai dengan kondisi oksidasi reversible dari Fe^0 untuk Fe^{3+} . Puncak-puncak redoks berhubungan dengan proses interkalasi (reduksi) dan deinterkalasi (oksidasi) dari ion lithium. Adanya pasangan puncak redoks pada siklus pertama, mengindikasikan bahwa baterai bersifat *reversible*. Pada Gambar 4.15 terlihat jika pada siklus ke dua terjadi penurunan intensitas puncak hal ini terkait faktor ireversibel interkalasi dari ion Li^+ dalam kisi kristal, pembentukan lapisan Solid-electrolyte interface (SEI) yang ireversibel dan dekomposisi elektrolit yang biasa terjadi pada kebanyakan logam oksida transisi yang digunakan sebagai anoda (Liang, 2013). Hal-hal tersebut dapat mempengaruhi puncak reduksi pada cycle ke dua dimana terjadi pergeseran menjadi 1,8V tanpa *coated* dan 1,9 V dengan *coated* sedangkan puncak oksidasi menjadi 1,3 V dan 1,1V.





Gambar 4.15 Cycle Voltammogram Fe_2O_3 dengan 9 mmol Glycine (A) *non-Coated* (B) *Coated* – Carbon

Dari pengamatan hasil grafik CV pada gambar 4.1 dilihat kurva untuk pengujian siklus kedua, ketiga dan keempat dapat disimpulkan bahwa baterai bersifat *reversible* karena pasangan puncak redoks terlihat pada kedua sample, puncak oksidasi dan reduksi yang semakin tajam menandakan bahwa laju pemindaian pada ion lithium besar, ini berarti laju pemindaian ion lithium pada penelitian ini cukup baik karena puncak redoks nya terlihat. Adapun pengujian beberapa faktor seperti, laju reaksi transfer elektron, kereaktifan elektrolit, kecepatan *scan rate*, dan rentang tegangan yang digunakan. Bila dikaitkan dengan hasil pengujian EIS, dengan adanya perlakuan *coating* Carbon ini memberikan perbaikan pada konduktivitas elektronik pada anoda. Namun, tidak untuk konduktivitas ionik. Dapat dilihat bahwa arus yang dihasilkan pada anoda Fe_2O_3 -*coated* Carbon cenderung lebih kecil dari anoda *non-coated*.



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

Jarak antara puncak kurva redoks diartikan sebagai jarak interkalasi dan deinterkalasi, semakin kecil jarak antara puncaknya maka semakin mudah pula ion lithium untuk berinterkalasi atau pun berdeinterkalasi, adapun jarak antar puncak pada sample non-coated dengan rata-rata 4 *cycle* sebesar ~ 0.995 V dan sample dengan *coated* sebesar ~ 0.92 V. Pada tabel dibawah perbedaannya V sample coating dan non-coating tidak terlalu signifikan, namun anoda Fe_2O_3 yang dicoating carbon memiliki nilai yang lebih kecil, sehingga tingkat interkalasi /deinterkalasi dari ion lithium sedikit lebih baik, dapat dilihat pada tabel 4.8.

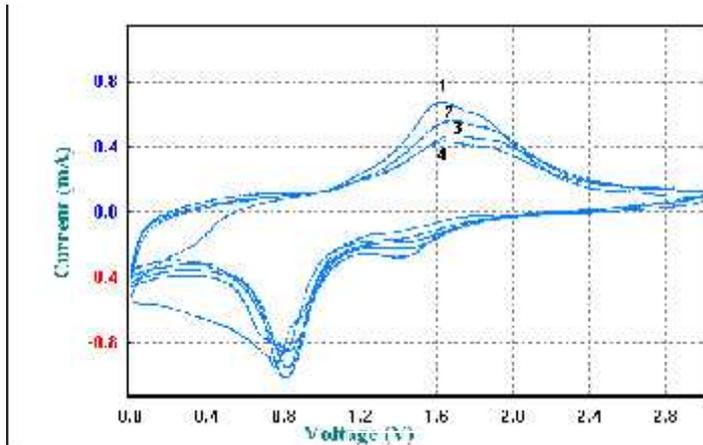
Tabel 4.8 Nilai Potensial redoks Fe_2O_3 dengan penambahan 9mmol glycine

Sampel Anoda	Vok	Vred	V	Vredoks
Fe_2O_3	1.72	0.73	0.99	1.225
Fe_2O_3 - <i>coated</i> Carbon	1.78	0.86	0.92	1.32

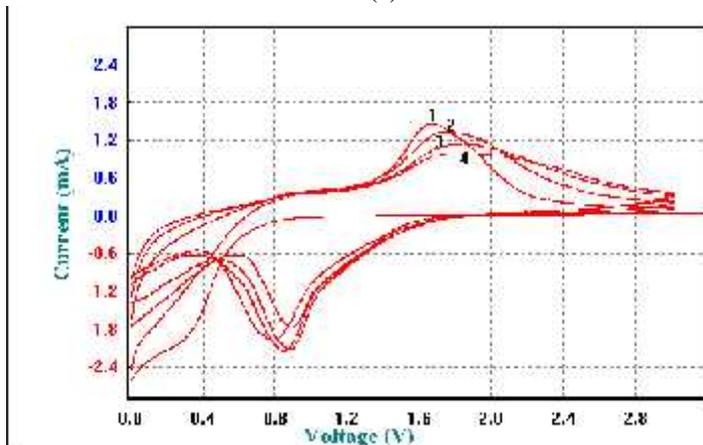


4.4.2 anoda Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol

Pada sample dengan penambahan 12 mmol glycine , hasil pengujian dari CV dapat di lihat pada gambar dibawah ini,



(a)



(b)

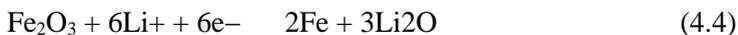
Gambar 4.16 Cycle Voltammogram Fe_2O_3 dengan 12 mmol Glycine (A) *non-Coated* (B) *Coated* – Carbon



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

Hasil cycle voltammogram dari Fe_2O_3 dengan penambahan glycine sebesar 12 mmol pada Gambar 4.16 Nilai Cycle Voltametri diukur antara rentang 0.01 -3.0V dengan scan rate 0.1mV/s. Pada cycle pertama pada puncak sampel *coated* dimana puncak reduksi yang diperoleh sebesar ~0.88 V pada sample carbon-coated dan ~0.75V sample non-*coated*.

Pada proses oksidasi pada sample *coated* berada pada potensial sebesar 1.68 V dan ~1.6 V pada sample non-coated jika merujuk pada Reaksi yang terjadi dalam sel litium yakni :



hal ini sesuai dengan kondisi oksidasi reversible dari Fe^0 untuk Fe^{3+} . Pada Gambar 4.2 terlihat jika pergeseran besar potensial yang terjadi pada cycle ke dua. Faktor dominan yang mempengaruhi disebabkan pembentukan lapisan Solid electrolyte interface SEI yang ireversibel atau dekomposisi elektrolit yang biasa terjadi pada kebanyakan logam oksida transisi yang digunakan sebagai anoda (wang, 2014). Hal-hal tersebut mampu menjadi faktor yang mempengaruhi terjadi pergeseran pada puncak reduksi pada cycle ke dua menjadi 0,87 V sedangkan puncak oksidasi menjadi 1,77 V pada sample *coated* dan ~0.81 V pada puncak reduksi sedangkan puncak oksidasi menjadi ~1.66 V

Pada cycle ketiga dan keempat terjadi penurunan puncak reduksi maupun oksidasi dimana terlihat penurunan puncak yang tidak terlalu jauh dengan cycle pertama, terdapat pada sampel *coated*, Perbedaan puncak reduksi dan oksidasi yang pada setiap cycle yang tidak terlalu signifikan menunjukkan jika kemampuan reversible dari sample ini lumayan baik untuk sampai siklus tertentu, tetapi tetap saja kestabilan menjadi *point* penting

Pada gambar 4.16 Jarak antara puncak kurva redoks diartikan sebagai jarak interkalasi dan deinterkalasi, semakinkecil jarak antara puncaknya maka semakin mudah pula ion lithium untuk berinterkalasi atau pun berdeinterkalasi, pada sample



coated nilai rata-rata 4 cycle sebesar ~ 0.918 V dan ~ 0.84 V pada sample *non-coated*.

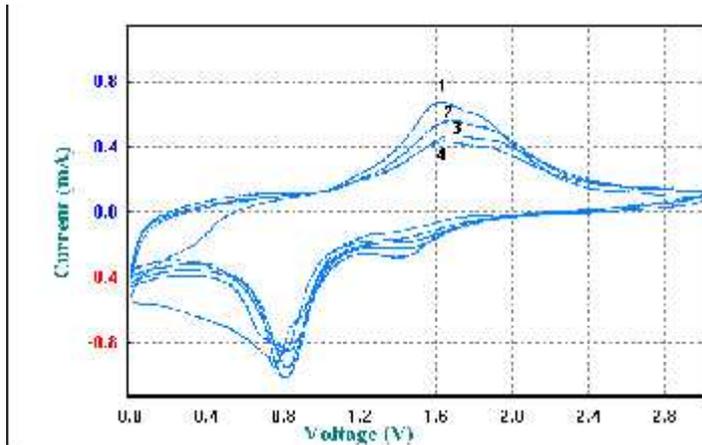
Table 4.9 Nilai Potensial redoks Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol glycine

Sampel Anoda	Vok	Vred	V	Vredoks
Fe_2O_3	1.63	0.81	0.82	1.22
Fe_2O_3 - <i>coated</i> Carbon	1.76	0.84	0.92	1.31

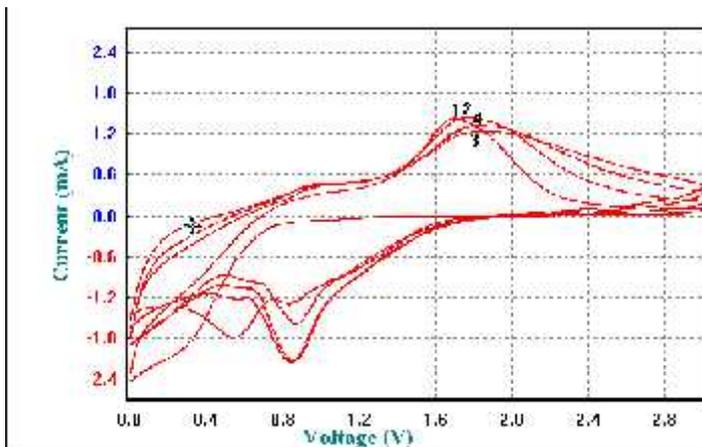


4.4.3 anoda Fe_2O_3 dengan penambahan 15 mmol

Pada sample dengan penambahan 15 mmol glycine , hasil pengujian dari CV dapat di lihat pada gambar dibawah ini,



(a)



(b)

Gambar 4.17 Cycle Voltammogram Fe_2O_3 dengan 15 mmol Glycine (A) *non-Coated* (B) *Coated* – Carbon



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

Pada gambar 4.17 terlihat hasil cycle voltammogram dari Fe_2O_3 dengan penambahan glycine sebesar 15 mmol. Nilai cycle voltametri diukur antara rentang 0,01 -3,0V dengan scan rate 0.1mV/s. Pada cycle pertama puncak reduksi yang diperlihatkan pada kedua sampel dimana puncak reduksi yang diperoleh sebesar , 0,748 V untuk sample *non-coated* dan 0,86 V untuk sample *coated*. Sedangkan pada proses oksidasi kedua sample berada pada potensial sebesar 1,6 V untuk sample *non-coated* dan 1,7 V untuk sample *coated*. Pada Gambar 4.17 terlihat jika terjadi pergeseran besar potensial pada cycle ke- dua pada kedua sampelnya . Faktor dominan yang mempengaruhi disebabkan pembentukan lapisan Solid-electrolyte interface SEI yang ireversibel atau dekomposisi elektrolit yang biasa terjadi pada kebanyakan logam oksida transisi yang digunakan sebagai anoda (wang, 2014). Hal-hal tersebut yang mampu mempengaruhi puncak reduksi pada cycle ke dua dimana nilai potensial menjadi 0,81 V pada sample *non-coated* dan 0,86 V pada sample *coated* sedangkan puncak oksidasi menjadi ~1,66 V sample *non-coated* dan 1,77 V sample *coated*

Posisi puncak baik reduksi maupun oksidasi pada cycle ke dua, tiga dan empat saling berdekatan hal ini menunjukkan jika kemampuan reversible dari sample dengan penambahan 15 mmol glycine sangat baik. Jarak antara puncak kurva redoks diartikan sebagai jarak interkalasi dan deinterkalasi, semakin kecil jarak antara puncaknya maka semakin mudah pula ion lithium untuk berinterkalasi atau pun berdeinterkalasi, adapun jarak antar puncak pada sample *non-coated* dengan rata-rata 4 cycle sebesar ~ 0.84 V dan sample dengan *coated* sebesar ~1.008 V. hal ini dapat dikaitkan bahwa baterai sample *non-coated* memiliki performa siklik yang lebih baik, berdasarkan hasil SEM morfologi yang terbentuk pada sampel *non-coated* berukuran nanopartikel dan terlihat lebih halus, ukuran nano membuat luas permukaan partikel lebih besar sehingga jalur difusi Li^+ lebih baik.



Tabel 4.10 Nilai Potensial redoks Fe_2O_3 dengan penambahan 15 mmol glycine

Sampel Anoda	Vok	Vred	V	Vredoks
Fe_2O_3	1.64	0.79	0.84	1.22
Fe_2O_3 -coated Carbon	1.78	0.77	1.01	1.27



4.4.4 Perbandingan nilai potensial redoks pada anoda Fe₂O₃ penambahan 9,12 dan 15 mmol

Dengan potensial redoks yang tidak jauh berbeda standard Fe₂O₃, 1,5 V, diharapkan anoda Fe₂O₃ coated carbon mempunyai tingkat kestabilan yang baik, dibawah ini merupakan nilai potensial redoks dari keenam sample.

Table 4.11 Perbanding nilai potensial redoks Fe₂O₃

Sampel Anoda	Penambahan glycine	Vok	Vred	V	Vredoks
Fe ₂ O ₃	9 mmol	1.72	0.73	0.99	1.23
Fe ₂ O ₃ - coated Carbon	9 mmol	1.78	0.86	0.92	1.32
Fe ₂ O ₃	12 mmol	1.63	0.81	0.82	1.22
Fe ₂ O ₃ - coated Carbon	12 mmol	1.76	0.84	0.92	1.31
Fe ₂ O ₃	15 mmol	1.64	0.79	0.84	1.22
Fe ₂ O ₃ - coated Carbon	15mmol	1.78	0.77	1.01	1.27

Variasi pada penambahan glycine mempengaruhi morfologi dari serbuk Fe₂O₃, pada pengujian SEM butir pada sample dengan penambahan 12 mmol *non-coated* memperlihatkan susunan yang lebih seragam yang berbentuk *nanoelips*, jika dikaitkan dengan pengujian EIS, nilai konduktifitasnya terbaik didapat pada penambahan 12 mmol *non-coated*, hal ini mendukung data dari tabel diatas dimana Fe₂O₃ dengan 12 mmol glycine memiliki ΔV paling kecil menunjukkan



bahwa semakin mudah pula ion lithium untuk berinterkalasi atau pun berdeinterkalasi yang lebih baik dibanding sample yang lain.

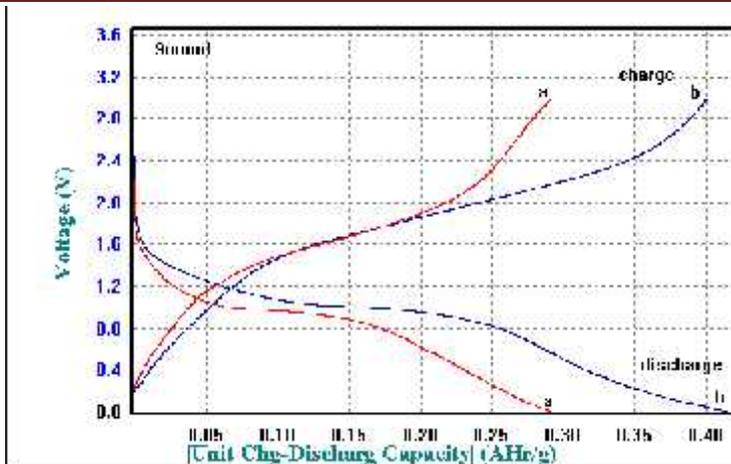
perubahan volume Fe_2O_3 selama pengoperasian baterai dapat disangga dengan baik oleh lapisan carbon (Tu,2017) Selain itu, lapisan karbon dapat mencegah kontak langsung antara material aktif dengan elektrolit, sehingga menstabilkan SEI (Zhang,2016)

4.5 Hasil Pengujian Charge/Discharge anoda Fe_2O_3

Pengujian charge-discharge digunakan untuk mengetahui kemampuan suatu material untuk menyimpan energy. Kapasitas energy atau muatan dinyatakan dalam satuan mAh/gram. Tes charge-discharge dilakukan dengan kepadatan arus konstan. Pada penelitian ini dilakukan variasi penambahan glycine dan pengaruh coating carbon terhadap hasil pengujian.

4.5.1 anoda Fe_2O_3 dengan penambahan 9 mmol

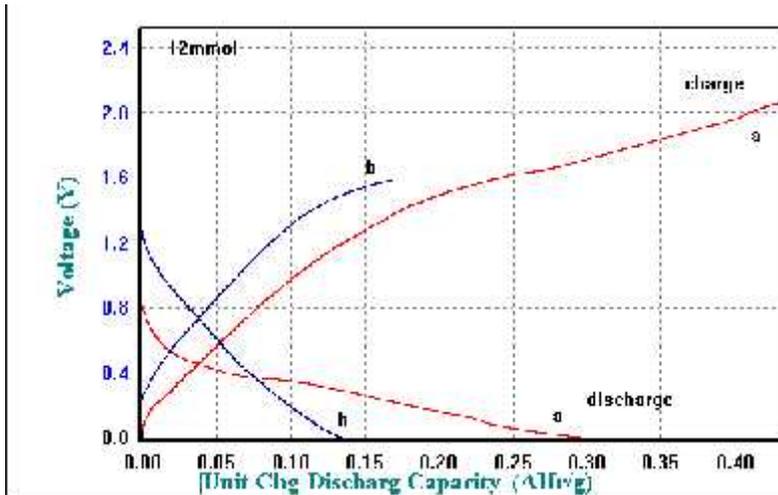
Hasil pengujian *charge/discharge* Fe_2O_3 dengan penambahan 9 mmol glycine seperti yang terlihat pada Gambar 4.18 Pengujian *charge-discharge* dengan *rates* 0.1 C ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan dari baterai dalam menerima pembebanan arus, kapasitas yang diperoleh pada sample saat charge yang non-Coated sebesar 297.3 mAh/g dan Coated sebesar 401.2 mAh/g. kapasitas discharge pada sample non-coated sebesar 296.8 mAh/g dan sample coated sebesar 400.2 mAh/g



Gambar 4.18 Hasil pengujian *Charge-Discharge* Menggunakan C-Rates 0,1C dengan penambahan 9 mmol Glycine (A) non-Coated (B) Coated



4.5.2 anoda Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol



Gambar 4.19 Hasil Pengujian *Charge–Discharge* Menggunakan *C–Rates* 0,1C dengan penambahan 12 mmol Glycine pada (A) non-Coated (B) Coated

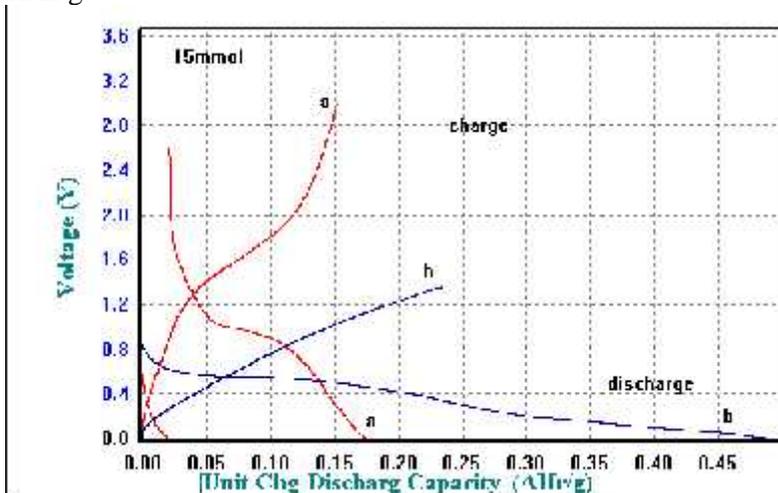
Hasil pengujian *charge/discharge* Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol glycine seperti yang terlihat pada Gambar 4.19 Pengujian *charge–discharge* dengan *rates* 0.1 C ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan dari baterai dalam menerima pembebanan arus, kapasitas yang diperoleh pada sample saat charge yang non-Coated sebesar 428.4 mAh/g dan Coated sebesar 158.7 mAh/g. kapasitas discharge pada sample non-coated sebesar 300.1 mAh/g dan sample coated sebesar 158.2 mAh/g. Jika di kaitkan dengan hasil XRD dimana sample tersebut. Memiliki kristalinitas yang tinggi, Kisi kristal Fe_2O_3 mampu menyimpan enam ion Li per unit rumus dengan mekanisme interkalasi / de-interkalasi lithium ion sesuai persamaan $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 6\text{Li} \rightarrow 3\text{Li}_2\text{O} + 2\text{Fe}$ (Liu,2009). Namun hasil yang diperoleh menunjukkan kapasitas paling rendah dibanding dengan sample lainnya



Hal ini menandakan masih banyak permasalahan-permasalahan dan harus diinvestigasi lebih lanjut faktor-faktor fundamental dari kegagalan sel baterai, disertai juga harus dibenahi cara pembuatannya sehingga mampu meningkatkan performa dalam melakukan fabrikasi sel baterai ke depan(jossen,2006)

4.5.3 anoda Fe_2O_3 dengan penambahan 15 mmol

Hasil pengujian *charge/discharge* Fe_2O_3 dengan penambahan 15 mmol glycine seperti yang terlihat pada Gambar 4.20 Pengujian *charge-discharge* dengan *rates* 0.1 C ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan dari baterai dalam menerima pembebanan arus, kapasitas yang diperoleh pada sample saat *charge* yang non-Coated sebesar 235.3 mAh/g dan Coated sebesar 178.7 mAh/g. kapasitas *discharge* pada sample non-coated sebesar 235.3 mAh/g dan sample coated sebesar 137.6 mAh/g



Gambar 4.20 Hasil Pengujian *Charge-Discharge* Menggunakan C-Rates 0,1C dengan penambahan 15 mmol Glycine pada (A) non-Coated (B) Coated



4.5.4 Perbandingan kapasitas *charge-discharge* anoda Fe_2O_3 penambahan 9,12 dan 15 mmol

Dari data yang diperoleh, dapat diketahui bahwa anoda Fe_2O_3 dengan penambahan 12 mmol *non-coated* mempunyai kapasitas spesifik tinggi, kapasitas spesifik yaitu kapasitas *charge* sebesar 428,2 mAh/g dan kapasitas *discharge* sebesar 400,2 mAh/g, sesuai dengan hasil EIS dimana konduktivitasnya memiliki nilai paling tinggi diantara semua sample yang di coating dan non-coating, dapat dilihat pada tabel 4.12.

Terlalu banyak kandungan carbon di dalam Fe_2O_3 , menyebabkan serbuk menggumpal, akan sulit di preparasi pada tahap pembuatan lembaran anoda yang bisa membuat terhambatnya transfer ion lithium pada proses *charge-discharge*, komposisi carbon sangat mempengaruhi kapasitas dari baterai

Tabel 4.12 perbandingan kapasitas *charge-discharge* pada anoda Fe_2O_3

Penambahan Glycine	Sampel Anoda	Kapasitas Charge (mAh/g)	Kapasitas Discharge (mAh/g)
9mmol	Fe_2O_3	297.3	296.8
9mmol	Fe_2O_3 - <i>coated</i> Carbon	401.2	400.2
12mmol	Fe_2O_3	428.4	300.1
12mmol	Fe_2O_3 - <i>coated</i> Carbon	158.2	158.2
15mmol	Fe_2O_3	235.3	235.3
15mmol	Fe_2O_3 - <i>coated</i> Carbon	178.7	137.6



(Halaman ini sengaja dikosongkan)



BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil dari analisi data dan pembahasan yang telah diuraikan pada BAB IV, maka didapatkan kesimpulan pada penelitian ini sebagai berikut :

1. Penambahan Glycine dapat mengubah morfologi pada serbuk Fe_2O_3 dimana pada hasil XRD penambahan glycine 12 mmol memiliki tingkat kristalinitas paling baik ditunjukkan dengan puncak yang tajam dan intensitas yang tinggi, pada hasil SEM menunjukkan penambahan glycine dapat menjaga pembentukan butir menjadi *nanoelips*
2. Penambahan komposisi glycine mengakibatkan peningkatan performa elektrokimia dimana penambahan optimum ketika ditambahkan sebanyak 12 mmol
3. Coating carbon berpengaruh terhadap performa elektrokimia baterai, dengan komposisi campuran yang pas carbon akan melapisi nanopartikel Fe_2O_3 pada bagian interface batas butir yang membuat kontribusi pada peningkatan stabilitas struktural dan menaikkan kemampuan kinetik lithium dengan menurunkan waktu perpindahan electron dan lithium ion dan dapat yang dapat menaikkan rate dan cycling performance

5.2 Saran

1. Penelitian ini diperlukan proses yang berkelanjutan , karena masih banyak bagian yang harus diteliti seperti , material aktif, binder , komposisi pelapisan, pelarut yang digunakan , serta komposisi pembuatan electrode nya
2. Dalam pembuatan baterai ini banyak *step-step* yang musti diperhatikan Karena akan sangat mempengaruhi hasil akhir
3. Khususnya untuk mahasiswa tugas akhir yang mengambil topik baterai, akan sangat membantu jika di kerjakan dari awal di pusat penelitian baterai di LIPI fisika serpong, dilihat



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI-ITS

dari ketersediaan bahan dan alat, serta metodologi penelitian yang sudah tersusun rapih oleh para peneliti disana.

Daftar Pustaka

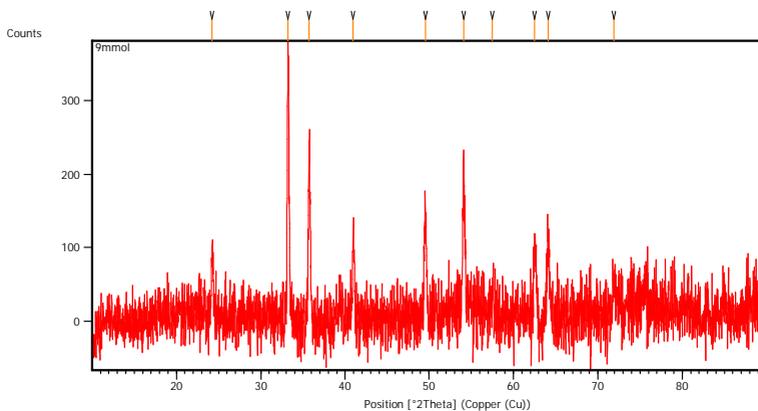
- Bui Thi hang, Shigeto Okada, Jun-ichi Yamaki (2008). "Effect of binder content on the cycle performance of nano-sized Fe_2O_3 loaded carbon for use as a lithium battery negative electrode." *Journal of power source*, hal 402-408
- Chunyu Wu, Xiaoping Li, Weishan Li, Bin Li, Yaqiong Wang, Yating Wang, Mengqing Xua, Lidan Xing (2014). " Fe_2O_3 Nanorods/Carbon nanofibers composite: Preparation and performance as anode of high rate lithium ion battery. " *Journal of Power Source*, hal 85-91.
- Daishu Hara, Junichi Shirakawa, Hiromasa Ikuta, Yoshiharu Uchi moto, Masataka Wakihara, Takafumi Miyanaga, and Iwao Watanabe (2002). "Charge-discharge reaction mechanism of manganese vanadium oxide as a high capacity anode material for lithium secondary battery." *Materials Chemistry*.
- Hanfeng Liang, Wei Chen, Yiwen Yao, Zhoucheng Wang, Yong Yang (2014). "Hydrothermal synthesis, self-assembly and electrochemical performance." *Ceramics International*, hal.10283-10290.
- Hao liu, Guoxiu Wang, Jinsoo Park, Jiazhao Wang, Huakun Liu, Chao Zhang (2009). " Electrochemical performance of Fe_2O_3 nanorods as anode material for lithium-ion cells." *Electrochimica Acta*, hal. 1733-1736.
- Mohd Faiz Hassana, Zaiping Guo, Zhixin Chen, Huakun Liu (2011). " Fe_2O_3 as an anode material with capacity rise and high rate capability for lithium-ion batteries." *Materials Research Bulletin*, hal 858-864.

- Rahman, MD. Mokhlesur (2011). *Advance material for Lithium-ion batteries*. University of Wollongong: Institute For Superconducting & Electronic Materials Faculty Of Engineering.
- Rohman, Fadli (2012). *Aplikasi Graphene untuk Lithium ion battery*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Subhan, Achmad (2011). *Fabrikasi dan karakterisasi Li₄Ti₅O₁₂ untuk bahan, Indonesia: Universitas Indonesia*.
- Xia Wang, Ying Xiao, Changwen Hu, Minhua Cao (2014). "A dual strategy for improving lithium storage performance, a case of Fe₂O₃." *Materials Research Bulletin*, hal 162-169.
- Xin-Yu Xue, Chun-Hua Ma, Chun-Xiao Cui, Li-Li Xing (2011). "High lithium storage performance of -Fe₂O₃ /Graphene nanocomposite as lithium-ion battery anodes." *Solid State Science*, hal 1526-1530
- Ying Wang (2012). *Design of Nanostructured Materials for Advanced Lithium Ion Batteries*. Sydney : University Of Technology Sydney.
- Yinzhu Jing, Dan Zhang, Yong Li, Tianzhi Yuan, Naoufal Bahlawane, Chu Liang, Wenping Sun, Yunhao Lu, Mi Yan (2014). "Amorphous Fe₂O₃ as a high capacity, high rate and long life anode material for lithium ion batteries." *Nano Energy*, hal 23-30

Lampiran 1

Hasil XRD

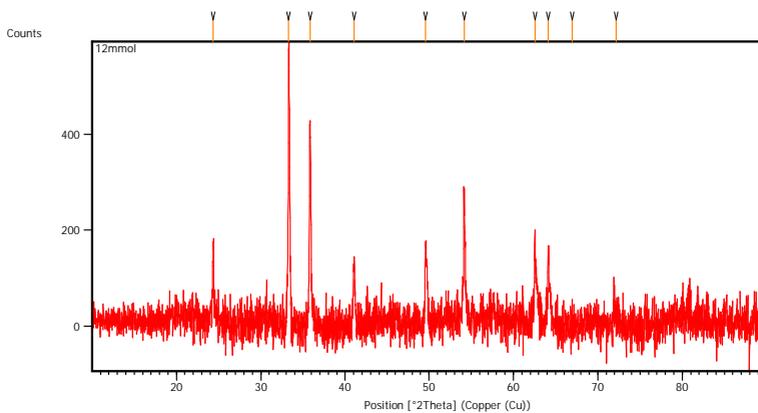
9 mmol glycine



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
24.2211	92.12	0.2342	3.67465	25.52
33.2314	360.90	0.2007	2.69604	100.00
35.7381	238.10	0.2342	2.51248	65.97
40.9437	114.68	0.1673	2.20427	31.78
49.5494	132.65	0.2676	1.83972	36.76
54.0981	171.70	0.1004	1.69529	47.58

57.4747	31.13	0.4015	1.60346	8.62
62.5319	101.06	0.3346	1.48540	28.00
64.1201	117.17	0.2676	1.45238	32.47
71.9239	46.88	0.4015	1.31280	12.99

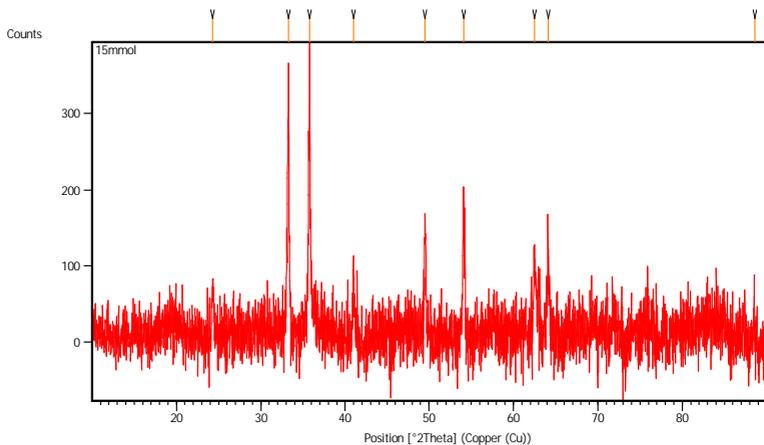
12 mmol glycine



Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
24.3664	169.19	0.1338	3.65306	28.82
33.3023	586.98	0.1004	2.69047	100.00
35.8246	431.56	0.1338	2.50661	73.52

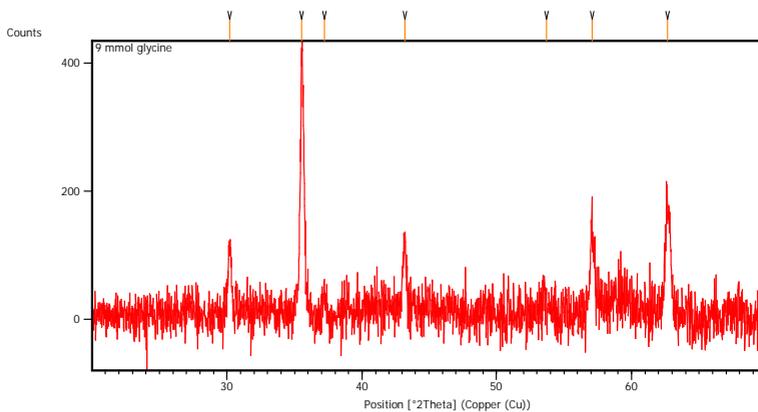
41.0292	122.84	0.1338	2.19987	20.93
49.5895	172.66	0.1338	1.83833	29.41
54.1711	252.69	0.1673	1.69318	43.05
62.5341	171.49	0.1004	1.48535	29.22
64.1499	162.44	0.1338	1.45178	27.67
66.9472	22.94	0.1004	1.39776	3.91
72.1811	32.18	0.8029	1.30875	5.48

15 mmol glycine



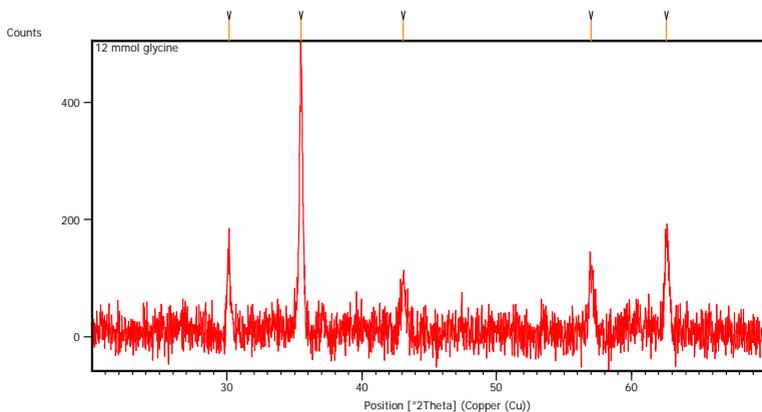
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
24.2992	72.33	0.2007	3.66302	19.05
33.2725	316.36	0.1673	2.69281	83.30
35.7911	379.78	0.0669	2.50889	100.00
40.9567	98.53	0.1004	2.20360	25.94
49.5427	140.75	0.1673	1.83995	37.06
54.0896	182.46	0.2342	1.69553	48.04
62.4910	105.53	0.2676	1.48627	27.79
64.1370	103.30	0.2007	1.45204	27.20
88.6022	29.54	0.5353	1.10382	7.78

9 mmol glycine + coating carbon



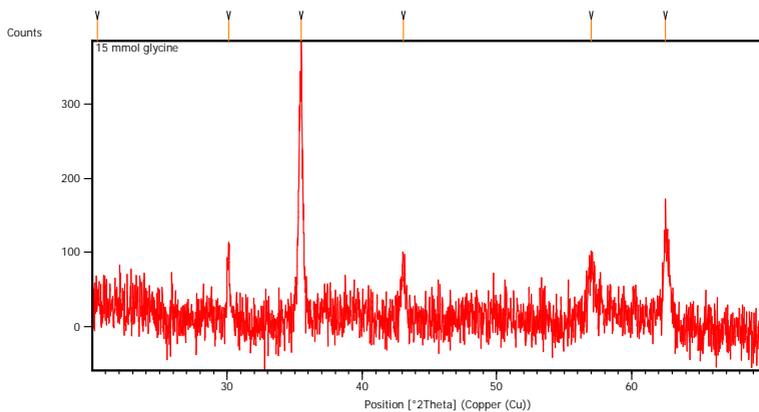
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.1793	99.49	0.2007	2.96138	22.43
35.5456	443.58	0.0836	2.52565	100.00
37.2067	48.36	0.4015	2.41662	10.90
43.2145	120.91	0.3011	2.09356	27.26
53.6888	29.33	0.8029	1.70724	6.61
57.0830	142.55	0.2676	1.61353	32.14
62.6581	173.95	0.4015	1.48271	39.22

12 mmol glycine + coating carbon



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
30.1422	165.39	0.2007	2.96494	33.49
35.4773	493.78	0.1171	2.53035	100.00
43.0907	99.42	0.1673	2.09929	20.13
56.9914	99.70	0.3346	1.61591	20.19
62.5647	153.03	0.1673	1.48470	30.99

15 mmol glycine + coating carbon



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
20.4085	10.74	0.4684	4.35170	3.18
30.1271	100.98	0.1673	2.96639	29.87
35.4655	338.05	0.2007	2.53117	100.00
43.0883	75.19	0.4015	2.09940	22.24
56.9968	65.50	0.5353	1.61576	19.38
62.4759	124.68	0.4015	1.48659	36.88

Standar iron oxide (hematite), $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

CAS 1309-37-1

Iron Oxide (Hematite), $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

Synonyms

Iron sesquioxide
 Iron trioxide
 Ferric oxide

CAS registry no.
 1309-37-1

Sample

The sample was obtained from Pfizer, Inc., New York, NY. It was heated at 800 °C for 5 days.

Color

Dark reddish brown

Structure

Hexagonal, R $\bar{3}c$ (167), Z = 6. The structure was determined by Pauling and Hendricks (1925) and refined by Blake et al. (1966). It is isostructural with $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, corundum.

Lattice constants of this sample

a = 5.0356(1) Å
 c = 13.7489(7)

c/a = 2.7303

Volume

301.93 Å³

Density

(calculated) 5.270 g/cm³

Figure of merit

F₂₀ = 67.5(C,011,40)

Polymorphism

Three other forms of this compound have been reported. Delta-Fe₂O₃ crystallizes in a hexagonal form. Maghemite, γ-Fe₂O₃ has been reported in both a cubic and a tetragonal form.

Reference intensity

11] corundum = 2.60(1)

Additional patterns

PDF card 13-534 [Aravindakshan and All, Council of Sci. and Indust. Res., Central Fuel Res. Inst., Bham., India]

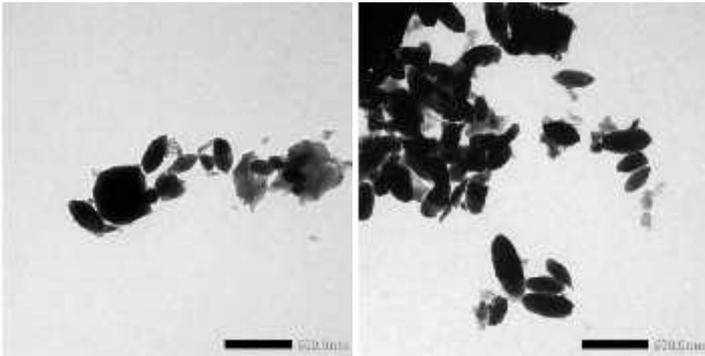
CuKα, λ = 1.540593 Å; temp. 2311 °C Internal standard Ag, a = 4.08651 Å			
d (Å)	I ^{rel}	hkl	2θ (°)
n = 12			
3.634	30	0 1 2	25.16
2.700	100	1 0 4	35.74
2.519	71	1 1 0	38.63
2.292	3	0 0 6	39.28
2.207	22	1 1 1	40.86
2.0775	3	2 0 2	43.52
1.8406	39	0 2 4	49.48
1.6941	47	1 1 0	54.09
1.6365	1	2 1 1	56.15
1.6035	5	1 2 2	57.43
1.5992	10	0 1 2	57.55
1.4855	30	2 1 4	62.45
1.4535	30	3 0 6	65.99
1.3497	3	2 0 2	69.60
1.3111	10	1 0 10	71.96
1.2064	6	1 1 9	72.20
1.2592	8	2 2 0	73.42
1.2276	4	3 0 6	77.73
1.2141	2	2 2 3	78.76
1.1895	5	1 2 2	80.73
1.1657	5	0 2 10	82.94
1.1411	7	1 3 4	84.92
1.1033	7	2 2 6	88.54
1.0768	2	0 4 2	91.35
1.0557	7	2 1 10	93.73
1.0425	11	1 1 12	95.24
1.0391	3	4 0 4	97.66
1.0092	4	3 1 8	102.25
1.0111	11	2 2 9	104.92
1.0065	5	2 2 4	106.63
1.0581	4	0 1 14	107.03
1.0515	5	4 1 0	108.08
1.0315	2	4 1 3	111.51
1.0205	2	0 4 8	113.60
1.0081	5	1 3 10	118.04
1.0095	1	0 0 12	119.75

Lampiran 2

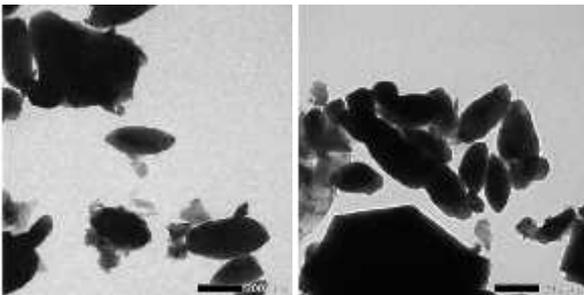
Hasil pengujian TEM

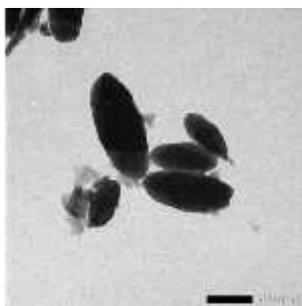
9mmol + calcinasi

500nm

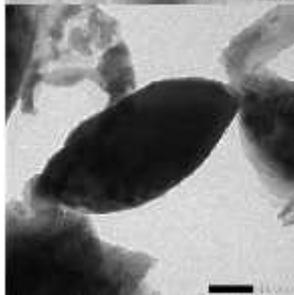
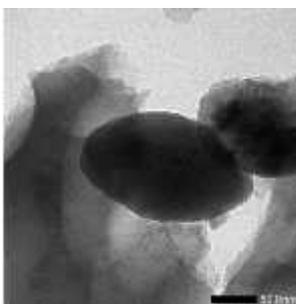
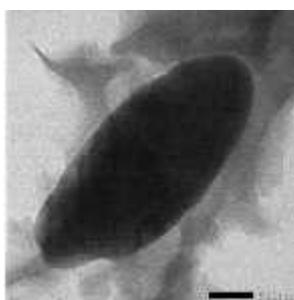


200nm

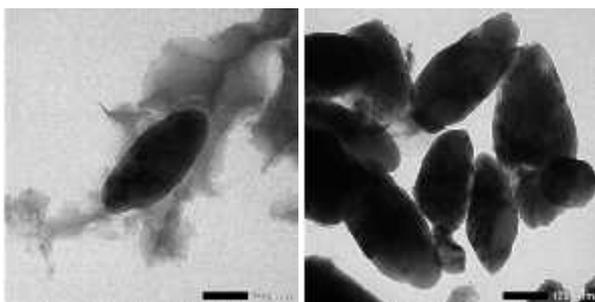




50nm

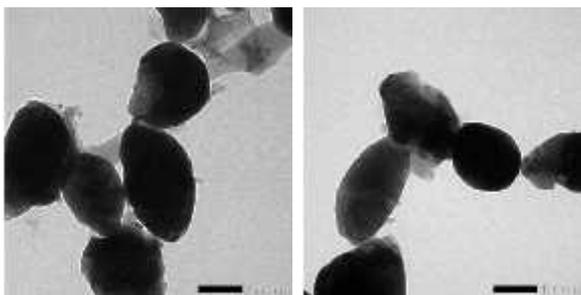


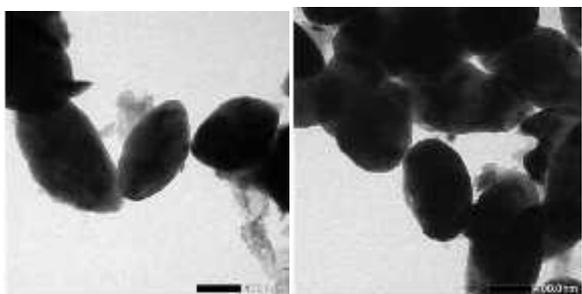
100nm



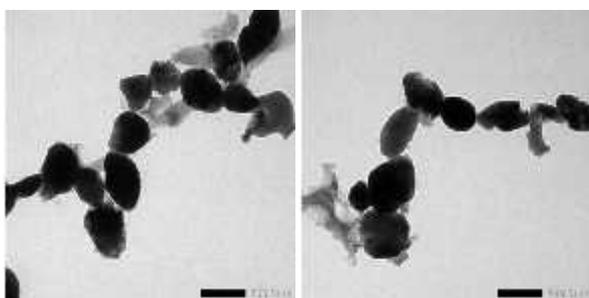
12 mmol + calcinasi

100nm

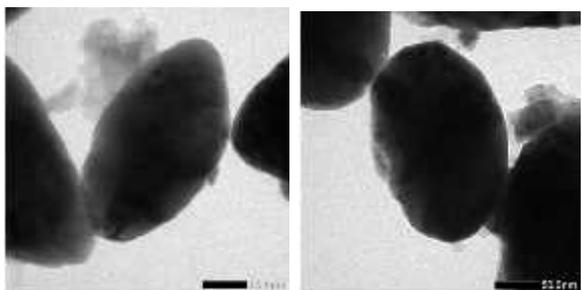


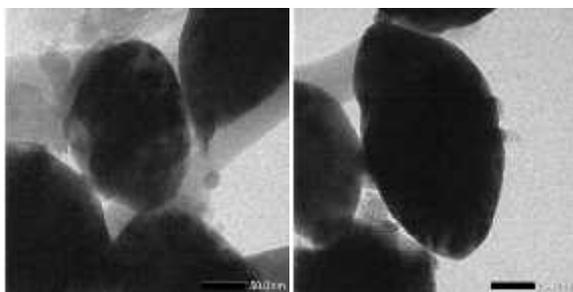


200nm

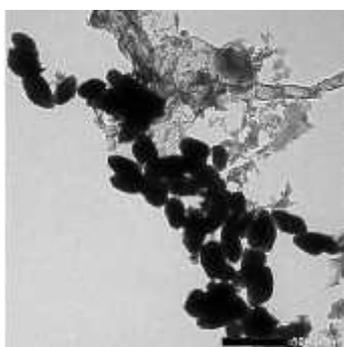


50nm



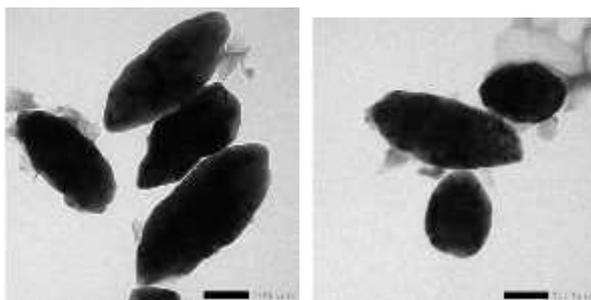


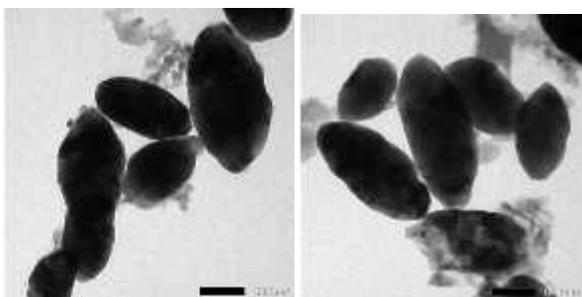
500nm



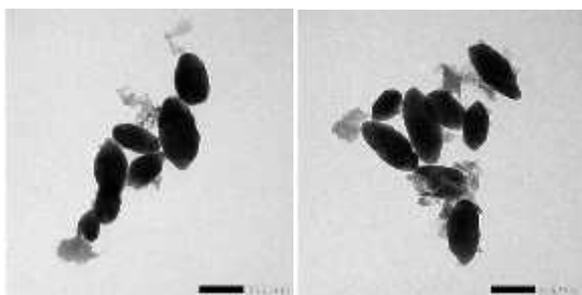
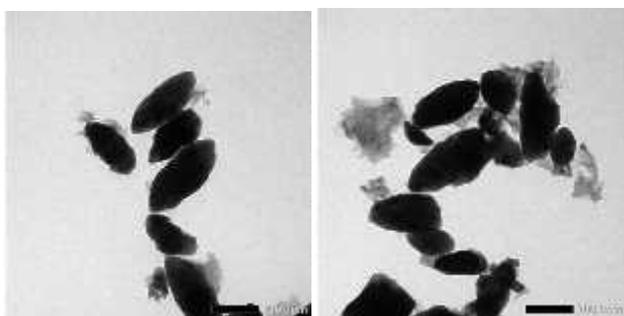
15 mmol + calcinasi

100nm

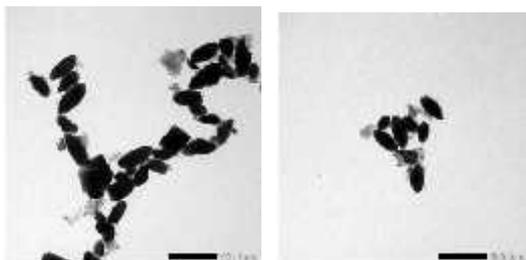




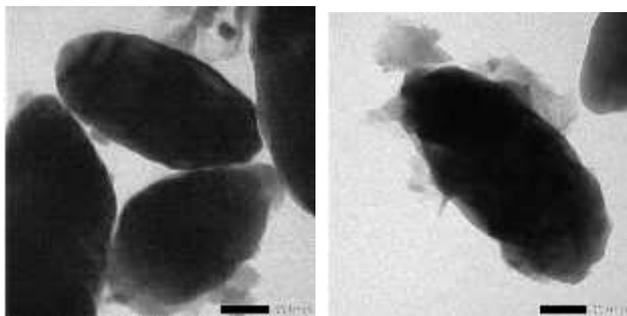
200nm



500nm



50nm



BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Tasikmalaya pada tanggal 9 agustus 1993 dari ayah bernama Nurgoha Sobarna dan ibu bernama Intan Muchlisah. Penulis merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Saat ini penulis tinggal di Jalan tirta kencana raya no 108 cimindi, Kota Cimahi. Pada tahun 2005, penulis menyelesaikan pendidikan di SDN Dukuh 9 ciamis. Tahun 2008 menyelesaikan pendidikan tingkat menengah di SMPN 2 bandung. Tahun 2011 berhasil menyelesaikan pendidikan tingkat menengah atas di SMAT Krida Nusantara Bandung. Dan sekarang penulis sedang menempuh pendidikan S1 di Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS. Semasa kuliah penulis aktif dalam organisasi di luar kampus ITS menjabat sebagai anggota di organisasi aiesec surabaya. Penulis dapat dihubungi melalui email rezaagny@gmail.com atau nomer *handphone* 0878 53265203

(Halaman ini sengaja dikosongkan)