



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SINTESIS LiFePO_4 MENGGUNAKAN METODE SOL GEL
DENGAN VARIASI pH DAN TEMPERATUR
PENGERINGAN**

**Nihlatunnur
NRP 11 13 100 081**

**Dosen Pembimbing
Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.
NIP. 196602241990021001**

**DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2017**



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SINTESIS LiFePO_4 MENGGUNAKAN METODE SOL GEL
DENGAN VARIASI pH DAN TEMPERATUR
PENGERINGAN**

**Nihatunnur
NRP 11 13 100 081**

**Dosen Pembimbing
Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.
NIP. 196602241990021001**

**DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2017**



FINAL PROJECT - SF 141501

**SYNTHESIS OF LiFePO_4 USING SOL GEL METHOD
WITH VARIATION OF pH AND TEMPERATURE
DRYING**

**Nihlatunnur
NRP 11 13 100 081**

**Advisor
Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.
NIP. 196602241990021001**

**Department of Physics
Faculty of Mathematics and Science
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2017**

LEMBAR PENGESAHAN

**SINTESIS LiFePO_4 MENGGUNAKAN METODE SOL GEL
DENGAN VARIASI pH DAN TEMPERATUR
PENGERINGAN**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana Sains
pada

Bidang Studi Material

Program Studi S- 1 Departemen Fisika

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh

NIHLATUNNUR

11 13 100 081

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir:



(Prof. Suminar Pratapa, Ph.D)

NIP. 196602241990021001

Surabaya, 23 Juni 2017



Sintesis LiFePO_4 Menggunakan Metode Sol Gel dengan Variasi pH dan Temperatur Pengeringan

Nama : Nihlatunnur
NRP : 11 13 100 081
Jurusan : Fisika, FMIPA – ITS
Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Abstrak

Sintesis LiFePO_4 menggunakan metode sol-gel dengan variasi pH dan temperatur pengeringan telah selesai dilakukan. Penelitian ini menggunakan bahan dasar batu besi Tanah Laut dan bahan komersial Li_2CO_3 dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$. Sintesis LiFePO_4 dilakukan dengan variasi pH yaitu 0, 4, 7, 11 dan temperatur kalsinasi dalam lingkungan argon yaitu 600°C dan 700°C . Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan instrumen *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Particle Size Analyzer* (PSA) dan *X-Ray Diffraction* (XRD). Analisis hasil uji XRF menunjukkan bahwa terdapat unsur Fe sebesar 89,8% pada batu alam. Analisis hasil uji PSA menunjukkan bahwa pH mempengaruhi ukuran partikel terbukti dengan pH 7 yang bersifat netral memiliki ukuran partikel terkecil di antara semua pH dalam pembentukan LiFePO_4 pada temperatur kalsinasi 600°C sebesar 235 nm. Proses sintesis sol-gel dengan bahan dasar batu besi Tanah Laut, Li_2CO_3 , dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dengan waktu kalsinasi di lingkungan gas inert selama 10 jam menghasilkan fasa LiFePO_4 yang murni menggunakan pH 4, temperatur pengeringan 300°C , dan temperatur kalsinasi 600°C dalam metode Sol Gel yang memiliki fasa olivine LiFePO_4 dengan struktur Kristal orthorhombik space grup pnm2₁ sesuai dengan database kode cif 96-210-0917 serta memiliki parameter kisi $a = 10,1758 \text{ \AA}$, $b = 5,9182 \text{ \AA}$, $c = 4,6238 \text{ \AA}$.

Kata kunci : Olivine, LiFePO_4 , Metode Sol Gel

Synthesis of LiFePO_4 using Sol Gel Method with Variation of pH and Temperature Drying

Nama : Nihlatunnur
NRP : 11 13 100 081
Jurusan : Fisika, FMIPA – ITS
Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Abstract

Synthesis of LiFePO_4 using a sol gel method with pH and drying variation has been successfully performed. This study used local iron rocks and commercial materials of Li_2CO_3 and $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$. The processing pH variations were 0, 4, 7, 11 and the calcination temperature in an argon environment of 600 °C and 700 °C. Characterization was performed using X-Ray Fluorescence (XRF) instrument, Particle Size Analyzer (PSA) and X-Ray Diffraction (XRD). Analysis of XRF test results showed that there is Fe element of 89.84% in natural stone. The PSA test results showed that the pH affected the particle size was proved with a neutral pH 7 having the smallest particle size among all pHs in the LiFePO_4 formation at a temperature of 600 °C calculation of 235 nm. The process of sol-gel synthesis with ground rocks of Tanah Laut, Li_2CO_3 , and $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ with calcination time in an inert gas atmosphere for 10 hours resulted in a pure LiFePO_4 phase using pH 4, a drying temperature of 300 °C, and a temperature of calcination of 600 °C in Sol gel Which has an olivine LiFePO_4 phase with an orthorhombic crystal structure of $pnma$ group space corresponding to the cif 96-210-0917 code database and has a lattice parameter $a = 10,1758 \text{ \AA}$, $b = 5.9182 \text{ \AA}$, $c = 4.6238 \text{ \AA}$.

Keywords : Olivine, LiFePO_4 , Sol Gel Metod

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah yang Maha Esa atas limpahan rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar sarjana jurusan Fisika FMIPA ITS dengan judul:

Sintesis LiFePO_4 Menggunakan Metode Sol Gel dengan Variasi pH dan Temperatur Pengeringan

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

1. Allah SWT. Pemberi pertolongan yang tak terkira, Sutradara terbaik dengan skenario terindah-Nya.
2. Dosen Pembimbing Tugas Akhir yang paling sabar, Bapak Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D. Terima kasih untuk bimbingan, bantuan, dan pencerahan saat tersendatnya proses Tugas Akhir ini.
3. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng. selaku Ketua Jurusan atas segala bentuk dukungan untuk anak-anaknya di Jurusan Fisika ITS.
4. Tim penelitian dan teman-teman satu dosen pembimbing Mbak Aini, Mbak Ofa, Mas wahyu, Mas Roni, Bu Upik, Mas Aqor, Mas Alif ,mbak vamel dkk. Terima kasih untuk pencerahan dan kesabaran dalam menjawab pertanyaan-pertanyaan penulis.
5. Orang tua penulis, Ibu Pujiatun ,Bapak Irsadi M. Noor , kakak Falakil Misbah, M. Hanif dan Hidayatul Latifah sebagai pendukung utama langkah penulis dan tidak hentinya mendoakan penulis.
6. Teman seperjuangan Lisa Nur Aulia, Indah A., Afyra C., A. Dinar , Novia L, Irasani R, Afidah Z., Niqma A, A. Mafaza,

A.Shouma, N. Ila, Fika M. , Fadilla N., Ulfa N., dkk. Terima kasih untuk motivasi saat berkeluh.

7. Terimakasih untuk teman-teman JMIMI, Beasiswa Mutiara, Supernova Fisika 2013 yang turut mendukung dari awal hingga nanti.

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

Surabaya, 23 Juni 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
COVER	ii
LEMBAR PENGESAHAN.	Error! Bookmark not defined.
ABSTRAK	iv
Abstrak	iv
Abstract	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan masalah	3
1.5 Manfaat penelitian	3
1.6 Sistematika Penulisan.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
BAB III METODOLOGI	9
3.1 Bahan dan Peralatan	9

3.2	Prosedur Penelitian	9
3.3	Karakterisasi Sample	11
3.4	Diagram Alir Penelitian	13
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN		15
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		25
5.1	Kesimpulan	25
5.2	Saran	25
DAFTAR PUSTAKA		27
LAMPIRAN		31

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Kristal LiFePO_4 (Zhang, 2012).....	5
Gambar 2.2 Metode Sol Gel dalam sintesis LiFePO_4 (Gao dkk, 2014).....	7
Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis Serbuk LiFePO_4	13
Gambar 4.1 Batu 1 dan Batu 2((Islam,2016).).....	15
Gambar 4.2 Sampel-sampel hasil sintesis pH 0,4,7,11 sebelum Kalsinasi.....	16
Gambar 4.3 Pola Difraksi Sinar-X (Radoiasi $\text{CuK}\alpha$) Sampel Hasil Sintesis pH 0,4,7,11 dengan Kalsinasi 600°C	17
Gambar 4.4 Pola Difraksi Sinar-X (Radoiasi $\text{CuK}\alpha$) Sampel pH 4 dengan Kalsinasi 600°C dan sebelum Kalsinasi dengan temperature pengeringan $T=300^\circ\text{C}$	18
Gambar 4.5 Pola Difraksi Sinar-X (Radoiasi $\text{CuK}\alpha$) Sampel K600pH4 dengan Temperatur Pengeringan $T=175^\circ\text{C}$ dan $T=300^\circ\text{C}$	20
Gambar 4.6 Contoh Hasil Pengujian PSA Distribusi ukuran K600pH0.....	22

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil Pengujian XRF Batu Besi Tanah Laut (Islam,2016)	15
Tabel 4.2 Hasil Analisis Menggunakan <i>Software</i> Macht! untuk sampel setelah kalsinasi pH0-11 dengan temperatur pengeringan T = 175 °C	18
Tabel 4.3 Parameter Kecocokan Analisis Menggunakan <i>Software</i> Rietica Sampel pH 4 Kalsinasi 600 °C Temperatur pengeringan T = 300 C.....	19
Tabel 4.4 Hasil Ukuran Partikel dari PSA.....	23

DAFTAR LAMPIRAN

Hasil Uji PSA	31
Hasil MAUD	33

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Baterai merupakan salah satu komponen penting dalam penggunaan teknologi canggih seperti handphone, laptop, kamera, dan alat elektronik lainnya. Baterai ion lithium merupakan solusi untuk memenuhi kebutuhan listrik portabel di masa mendatang yang semakin meningkat karena baterai ion lithium memiliki kapasitas besar, energi listrik besar, ringan, murah dan aman (Borong, 2011). Komponen baterai ion lithium ini sebagian telah dapat dibuat dengan kemampuan teknologi yang telah dikuasai di Indonesia.

Komponen dasar di dalam baterai terdiri atas katoda, anoda dan larutan elektrolit. Dalam teknologi baterai ion lithium, katoda yang diperlukan untuk menerima elektron selama proses *discharge* (Brodd, 2013). Beberapa material katoda pada baterai ion litium yang telah disintesis yaitu *lithium mangan oxide* (LiMn_2O_4) (Chew dkk, 2009), *lithium cobalt oxide* (LiCoO_2) (Ritchie, 2001) dan *lithium ferro phosphate* (LiFePO_4) (Hamid dkk, 2012). Dari ketiga material katoda tersebut yang paling gencar dikembangkan saat ini adalah LiFePO_4 .

LiFePO_4 (LFP) dikembangkan karena ramah lingkungan, sustainable (berkelanjutan), tidak beracun, ketersediaan melimpah, dan biaya produksi rendah (Song dkk, 2007). Namun, LiFePO_4 juga mempunyai keterbatasan seperti konduktivitas rendah ($\sim 10^{-9}$ S/cm), memiliki impedansi tinggi dan laju kapabilitas pemuatan yang rendah (Chung, 2002). Salah satu cara untuk memberikan konduktivitas material ini adalah dengan melakukan doping kation supervalen (Zhang dkk, 2012) atau melapisinya dengan karbon yang bersumber dari glukosa (Hamid dkk. 2012), polimer (Yang dkk, 2011), dan asam stearat (Huang dkk. 2009). Selain itu rekayasa sifat listrik LFP adalah dengan *mereduksi ukuran partikelnya*.

Nilai pH mempunyai dampak yang besar pada morfologi dan ukuran partikel karena nilai pH dapat mempengaruhi daya larut prekursor dan rasio konfigurasi ion yang dapat larut dan mengendap. Faktor selanjutnya yang berperan dalam kemurnian fasa dan kristalinitas adalah temperatur dan waktu pemanasan (Liu, dkk 2009).

Di sisi lain, Indonesia memiliki cadangan bahan baku batu besi alam yang melimpah, termasuk di daerah Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Namun demikian, penggunaan bahan baku batu alam hingga saat ini masih belum optimal dan masih terdapat potensi pasar yang terbuka lebar, sehingga perlu adanya solusi untuk memanfaatkan dan meningkatkan nilai ekonomis batu alam. Dalam kajian sebelumnya, batu alam memiliki kandungan besi yang cukup tinggi, sehingga dimunculkan gagasan untuk memanfaatkan batu alam sebagai salah satu bahan dasar pembuatan katoda baterai ion lithium sebagai alternatif pengganti dari serbuk besi komersial yang harganya mahal.

Batu besi Tanah Laut, Kalimantan Selatan dipilih karena terdapat kandungan besi yang cukup tinggi yaitu sekitar 80% (Mauliana,2015). Sebuah penelitian pernah dilakukan oleh Islam dkk (2016) melalui proses sol-gel dengan bahan dasar batu besi Tanah Laut, Li_2CO_3 , dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dengan waktu kalsinasi di lingkungan argon selama 5 jam menghasilkan fasa-fasa yaitu LiFePO_4 , LiFeP_2O_7 , dan Li_3PO_4 dengan ukuran kurang dari 100 nm. Distribusi ukuran fasa LiFePO_4 pada sampel dengan waktu kalsinasi 5 jam relatif lebih homogen dibandingkan sampel 10 jam. Produk sintesis yang dikalsinasi 10 jam masih cenderung amorf dengan fraksi berat kristal LFP sebesar 5,02%, sedangkan kalsinasi 5 jam menghasilkan kristal LFP dengan fraksi berat relatif LFP yang sedikit lebih banyak, yaitu 5,12%. Usulan ini dimaksudkan untuk mensintesis batu besi Tanah Laut $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dengan bahan komersial Li_2CO_3 dan agar menjadi serbuk LiFePO_4 dengan ukuran nano partikel dan kemurnian fasa yang tinggi menggunakan metode Sol-Gel

serta mengidentifikasi fasa yang terbentuk ketika serbuk diproses dengan variasi pH dan temperatur pengeringan.

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan pada penelitian tugas akhir ini dapat dirumuskan sebagai berikut:

1. Bagaimana mensintesis batu besi Tanah Laut dengan bahan komersial Li_2CO_3 dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ agar menjadi LiFePO_4 yang murni ?
2. Bagaimana pengaruh variasi pH terhadap ukuran partikel dan Fasa LiFePO_4 yang dihasilkan?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian tugas akhir ini adalah:

1. Mengetahui cara sintesis batu besi Tanah Laut Kalimantan Selatan dengan bahan komersial Li_2CO_3 dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ agar menjadi LiFePO_4 yang murni
2. Mengetahui pengaruh variasi pH terhadap ukuran partikel dan Fasa LiFePO_4 yang dihasilkan

1.4 Batasan masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sintesis pembentukan nanopartikel LiFePO_4 berbahan dasar batu besi dari Tanah Laut, Kalimantan Selatan dengan variasi pH (0, 4, 7, 11) dan teknik pengeringan (175 °C dan 300 °C analisis pada produk sintesis metode *Sol-Gel* dengan data XRF, PSA dan XRD

1.5 Manfaat penelitian

Manfaat dari adanya penelitian ini ialah diharapkan dapat memberikan pengetahuan tentang Penelitian ini diharapkan dapat memberikan pemahaman tentang proses sintesis serbuk nanopartikel LiFePO_4 dalam metode *Sol-Gel* dengan variasi

pH dan temperatur Pengeringan.yang berasal dari bahan alam yaitu pasir besi Tanah Laut Kalimantan.

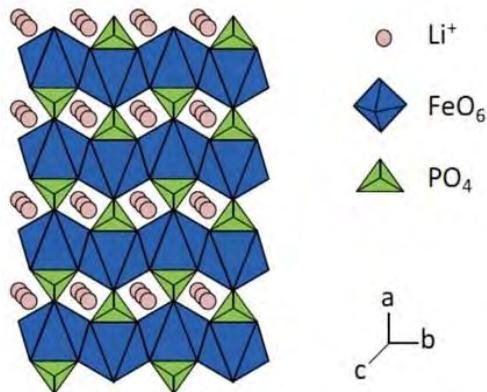
1.6 Sistematika Penulisan

Pada penulisan Tugas Akhir ini terdiri dari abstrak yang menggambarkan tentang gambaran umum dari penelitian ini. Bab I yang berisikan tentang latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, manfaat penelitian dan sistematika penulisan. Bab II berisikan tentang tinjauan pustaka yang berkaitan dengan dasar teori sebagai acuan dari penelitian. Bab III berisikan tentang metodologi. Bab IV berisikan tentang hasil penelitian dan pembahasannya. Dan Bab V berisikan tentang kesimpulan dan saran.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Partikel LiFePO_4

LiFePO_4 atau *lithium iron phosphate* disebut juga *olivine* adalah salah satu bahan yang banyak digunakan dalam aplikasi baterai Li. Lithium memiliki elektron valensi +1, besi +2 dan fosfat -3. Atom besi berada di tengah dikelilingi dengan enam atom oksigen membentuk bentuk oktahedron FeO_6 . Atom fosfor dari fosfat dengan empat atom oksigen membentuk tetrahedron dengan fosfor di tengah. Kerangka zigzag dibentuk oleh oktahedral FeO_6 yang memakai bersama atom O di sisi pojok dengan tetrahedral PO_4 . Ion lithium terletak dalam struktur zigzag oktahedral. Oktahedral FeO_6 dihubungkan melalui pemakaian bersama *edge* dari sisi bc. Grup LiO_6 membentuk rantai linier oktahedral paralel axis b. Oktahedral FeO_6 berbagi *edge* dengan dua oktahedral LiO_6 dan satu tetrahedron PO_4 . Dalam ilmu *crystallografi*, struktur ini termasuk dalam *space group* Pmnb dari sistem kristal *Orthorhombic*.



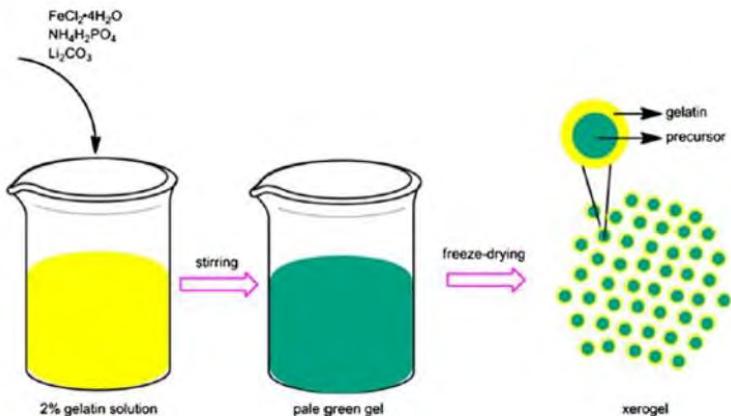
Gambar 2.1 Struktur Kristal LiFePO_4 (Zhang, 2012)

Jika diaplikasikan sebagai material katoda baterai Litium, LiFePO_4 secara teoritis memiliki kapasitas muatan 170 mAh/g dan *voltage open-circuit* sebesar 3,45 V. Struktur kristal *olivine* memiliki parameter kisi $a = 0,6008$, $b = 1,0334$, dan $c = 0,4693$. Dari struktur itu ada terowongan satu dimensi yang dibentuk oleh *edge shared* Li oktahedral dimana Li^+ bermigrasi melalui terowongan ini. Hambatan utama untuk mencapai kapasitas teoritis adalah konduktivitas elektronik intrinsik dan kecepatan difusi ion Li^+ yang rendah.

Fosfat dari kristal LiFePO_4 menstabilkan keseluruhan kerangka, memberikan stabilitas *thermal* dan performa *cycling* yang baik. Berbeda dari dua material katode yang lama (LiMnO_4 dan LiCoO_2) ion lithium dari LiFePO_4 bergerak dalam *free volume* satu dimensi dari kisi-kisi. Selama *charge/discharge*, ion lithium masuk/keluar dalam LiFePO_4 sedangkan ion Fe direduksi/dioksidasi. Proses ini *reversible*. Reaksi yang terjadi selama pemuatan dan pelepasan dari baterai lithium adalah $\text{LiFe(II)PO}_4 \leftrightarrow \text{Fe(III)PO}_4 + \text{Li}^+ + \text{e}^-$ (Zhang dkk, 2009)

2.2 Metode Sol-Gel

Metode sintesis berbasis larutan yaitu metode *sol-gel* menawarkan keuntungan menghasilkan ukuran partikel yang optimum dan menjaga kemurnian fasa (Franger dkk. 2003). Metode *sol-gel* yaitu metode sintesis menggunakan pelarut berupa akuades sehingga menghasilkan partikel dengan morfologi yang baik dan homogen (Kim dkk. 2008). Dalam metode berbasis larutan, nilai pH prekursor mempunyai peranan penting pada morfologi dan distribusi ukuran partikel yang terbentuk. Nilai pH mempunyai dampak yang besar pada morfologi dan ukuran partikel karena nilai pH dapat mempengaruhi daya larut prekursor dan rasio konfigurasi ion yang dapat larut dan mengendap. Faktor selanjutnya yang berperan dalam kemurnian fasa dan kristalinitas adalah temperatur dan waktu pemanasan (Liu dkk, 2009).



Gambar 2.2 Metode Sol Gel dalam sintesis LiFePO_4 (Gao dkk, 2014)

2.3 Bahan Pembentuk *Lithium Ferro Phosphate* (LFP)

2.3.1 Besi Oksida

Besi merupakan unsur terbanyak keempat yang terkandung dalam kerak bumi. Besi oksida adalah senyawa kimia yang terdiri dari besi dan oksigen. Secara alamiah bahan-bahan tersebut ditemukan dalam bentuk mineral oksida besi berupa magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Perbedaan temperatur kalsinasi akan menghasilkan berbagai bentuk fasa oksida besi, di mana Fe_3O_4 (temperatur ruang), $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (kalsinasi 200°C) dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (kalsinasi 300°C - 600°C) (Aji, 2007; Chirita., 2009).

2.3.2 Lithium Carbonate (Li_2CO_3)

Karakteristik dari *lithium carbonate* diantaranya adalah serbuk berwarna putih, memiliki titik lebur pada 720°C , densitas sebesar $2,1 \text{ g/cm}^3$, massa molar 73.89 g/mol , terurai pada temperatur 1200°C , dan indeks refraksi 1.428. Bersifat

hygroscopis, mampu menyerap H₂O dari lingkungan, memiliki toksisitas rendah. Kegunaan dalam pembuatan keramik dan gelas, lithium karbonat digunakan sebagai katalis dan sebagai lapisan untuk menyatukan elektroda, sedangkan dalam medis sebagai anti depresan (Merck, 2013).

2.3.3 Ammonium di-Hydrogen Phosphate ((NH₄)H₂PO₄)

Sifat-sifat umum dari Ammonium di-hydrogen phosphate adalah sebagai berikut memiliki berat molekul 115.02 g/mol, densitas 1,8 g/cm³, titik leleh 190 °C, mudah larut dalam air, aseton dan alkohol. Selain itu, Ammonium di-hydrogen phosphate memiliki kelarutan dalam air 368 g/l (20 °C), *bulk density* sebesar 800 - 1100 kg/m³, tidak berbau (Merck, 2013).

BAB III METODOLOGI

3.1 Bahan dan Peralatan

3.1.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Bijih Besi Tanah Laut, Kalimantan Selatan, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (Merck, FR Germany), Li_2CO_3 (Merck, FR Germany), HCl (Merck), Akuades, *Alcohol*, *Amonium*.

3.1.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan untuk sintesis sampel penelitian ini adalah timbangan digital (*digital balance*), gelas beker, spatula, pipet, gelas ukur, indikator kertas pH, mortar, kertas saring, *boot crucible*, *furnace*, *hot plate*, dan magnetik stirer. Sedangkan peralatan untuk karakterisasi sampel yang diperlukan yaitu *PSA (Scanning Electron Microscope)* untuk mengidentifikasi dan mengetahui ukuran partikel dan distribusinya, dan *X-Ray Diffractometer (XRD)* untuk mengidentifikasi fasa dan mengetahui ukuran partikel.

3.2 Prosedur Penelitian

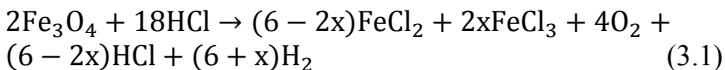
Prosedur penelitian dalam sintesis LiFePO_4

1. Penelitian diawali dengan menyiapkan alat dan bahan.
2. Kemudian menyiapkan takaran massa Li_2CO_3 2 gram, massa $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 6 gram, dan Batu besi 6 gram.
3. Batu besi (Fe_3O_4) dilarutkan dalam HCl selama 90 menit dengan temperatur $100\text{ }^\circ\text{C}$, setelah bijih besi larut kemudian disaring dengan kertas saring. Larutan ini disebut sebagai larutan I.
4. Li_2CO_3 dilarutkan dengan HCl larutan ini disebut sebagai larutan II.
5. $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dilarutkan dalam akuades, larutan ini disebut sebagai larutan III.
6. secara perlahan-lahan tambahkan Larutan II ke dalam 80 ml

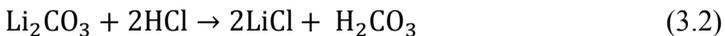
- larutan I.
7. kemudian tambahkan Larutan III secara perlahan-lahan. Campuran tiga Larutan ini disebut larutan IV.
 8. Larutan IV berupa sol diaduk menggunakan magnetic stirrer di atas hot plate pada temperatur 100°C selama 3 jam hingga kemudian terbentuk gel.
 9. Untuk Variasi pH (0, 4,7,11) , Diteteskan Amoniak Solution dan dicek setiap tetesnya dengan kertas lakmus atau pH meter
 10. Jika sudah didapat pH yang diinginkan, kemudian di aduk dengan magnetic stirrer di atas hot plate pada temperatur 100°C selama 3 jam hingga kemudian terbentuk gel.
 11. Gel selanjutnya dikeringkan di dalam hot plate untuk membentuk xerogel dengan temperatur 175 °C dan 300 °C.
 12. Xerogel digerus dengan mortar dan pestle, kemudian diayak sehingga terbentuk serbuk yang selanjutnya dilakukan uji XRD
 13. Serbuk dikalsinasi dengan gas inert pada temperatur 600 °C selama 10 jam.
 14. Serbuk LiFePO₄ hasil kalsinasi ini dianalisis dengan menggunakan PSA dan XRD.

Berikut reaksi kimia yang terjadi dalam proses sintesis,

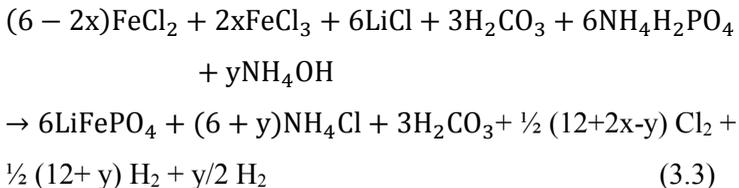
Pelarutan batu besi



Pelarutan Lithium Carbonat



Pencampuran , pengeringan dan kalsinasi



3.3 Karakterisasi Sample

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan sebuah metode analisis non destruktif yang efektif untuk melakukan karakterisasi material kristalin, memberikan informasi komposisi kimia dan struktur kristalografi material.

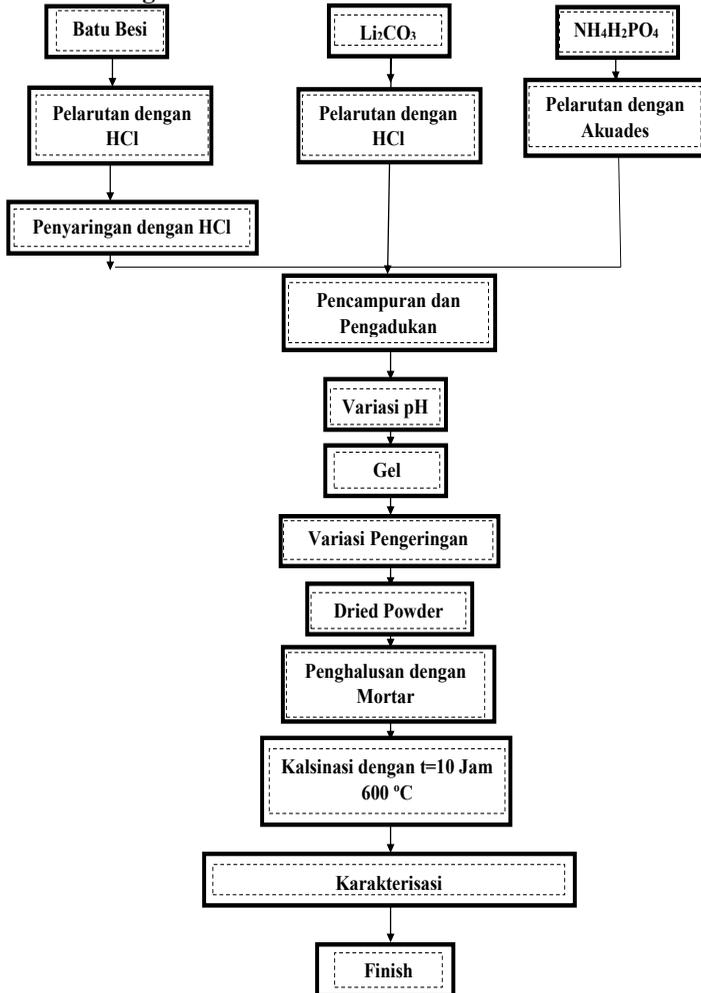
Identifikasi fasa pada LiFePO_4 hasil sintesis dilakukan dengan melakukan pengujian difraksi sinar-x dengan menggunakan XRD Philips Binary X'Pert PRO, PANalytical di Laboratorium Teknik Material Metalurgi ITS Surabaya. Pengukuran ini menggunakan anoda target $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$) dilakukan pada sudut $10\text{-}70^\circ$ dengan step size 0.017° dan tegangan 40 kV serta arus 30 mA. Karakterisasi kandungan fasa diawali dengan analisa secara kualitatif dari pola yang dihasilkan pada XRD yang bekerja dengan memanfaatkan Hukum Bragg.

Analisis awal yang digunakan dalam penelitian ini adalah analisis kualitatif, yaitu identifikasi fasa yang terbentuk melalui pencocokan (matching) antara pola XRD terukur dengan model yang telah ada. Sekuensi intensitas 2θ dan list hkl yang cocok antara pola XRD terukur dan model, mengindikasikan bahwa sampel yang didifraksi tersebut mengkristal dengan struktur yang dimiliki model, demikian juga dengan fasanya. Pencocokan dilakukan menggunakan program Match! 2.0.7. Selanjutnya, dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak Rietica yang berbasis pada penghalusan Rietveld, dijalankan untuk mendapatkan nilai komposisi kuantitatif dari fasa yang terbentuk. Analisa secara kuantitatif selain menggunakan Rietica dapat menggunakan software MAUD. Pada aplikasi MAUD (Material Analysis Using Diffraction) guna mendapatkan ukuran kristal fasa dan regangan mikro yang terkandung pada sampel ditinjau dari kelebaran puncak hasil XRD.

Untuk mengetahui ukuran partikel dilakukan pengujian PSA (*Particle Size Analyzer*) di Laboratorium zat Padat

Jurusan Fisika ITS dengan alat PSA (*Particle Size Analyzer*) *type ZS*. Dalam pengujian PSA, sebelumnya sample di ultrasonic cleaner selama 120 menit, kemudian diendapkan. Ultrasonic cleaner adalah suatu alat yang dirancang untuk kebutuhan membersihkan peralatan laboratorium dan peralatan optic tertentu. Alat ini memakai energi listrik dan memerlukan medium cair proses pembersihannya. Panas akan timbul sebagai akibat sampingan dari mekanisme pembersihan yang terjadi. Prinsip kerja ultrasonic cleaner adalah mengubah energi listrik menjadi getaran dengan frekuensi sangat tinggi. Getaran ini akan dirambatkan melalui medium cair ke benda-benda yang berada di dalam medium itu. Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA dengan menggunakan metode basah. Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar. Terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer dan submicron yang biasanya memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.

3.4 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis Serbuk LiFePO_4

“ halaman ini sengaja dikosongkan “

BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Hasil analisis kandungan unsur dua buah batu besi menggunakan XRF ditunjukkan Tabel 4.1. Dari analisis tersebut didapatkan beberapa unsur yang dominan pada batu besi Tanah Laut yaitu besi (Fe), silikon (Si), kalsium (Ca), mangan (Mn), dan tembaga (Cu). Seperti yang diharapkan, unsur yang paling dominan adalah Fe (Islam,2016).

Tabel 4.1 Hasil Pengujian XRF Batu Besi Tanah Laut (Islam, 2016)

Sampel	Persentase unsur (Wt %)				
	Fe	Si	Ca	Mn	Cu
Batu 1	89,84	7,10	1,44	1,44	0,13
Batu 2	78,98	9,74	8,45	1,76	0,73

Berdasarkan data hasil pengujian XRF dipilih Batu 1 karena memiliki kandungan Fe yang lebih tinggi. Selain itu secara makroskopis Batu 1 lebih mudah digunakan, karena diameter batu tersebut yang sudah berukuran ± 2 cm. Sedangkan Batu 2 berukuran ± 20 cm yang untuk mereduksi ukurannya perlu waktu yang lebih lama. Tujuan batu direduksi ukurannya adalah agar mudah dilarutkan.

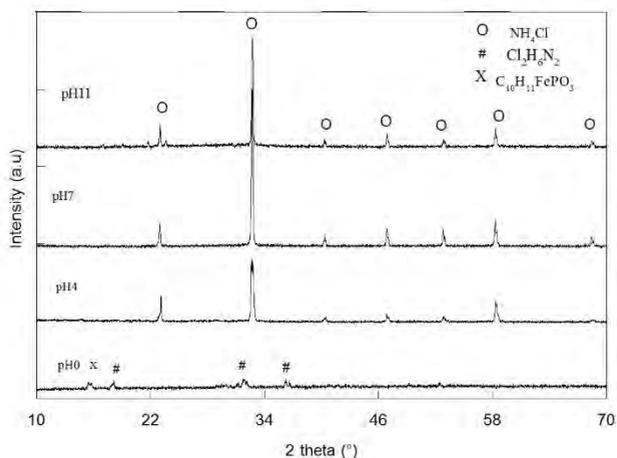


Gambar 4.1 Batu 1 dan Batu 2 (Islam,2016).

Pengujian XRF perlu dilakukan juga pada sampel sebelum dikalsinasi. Hal ini untuk memastikan bahwa tidak ada unsur selain Fe yang turut terlarut ke dalam HCl.

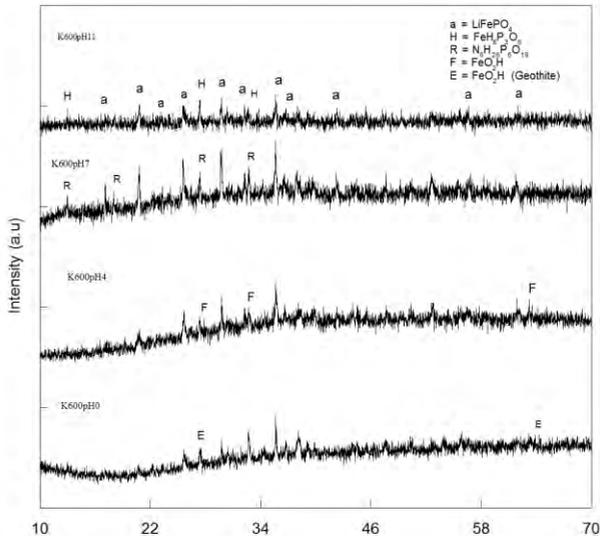
4.2 Hasil Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)

Pola-pola XRD sampel-sampel hasil sintesis pH 0, 4, 7, 11 sebelum kalsinasi (setelah proses sol gel dan pengeringan) ditunjukkan Gambar 4.2. Masing-masing sampel ini memiliki hasil analisis yang semikuantitatif dengan menggunakan aplikasi Macht!. Fasa yang teridentifikasi pada sampel sebelum kalsinasi untuk pH 4,7,11 memiliki fasa yang sama yaitu NH_4Cl (Sal Amoniak) dengan kode cif 96-101-1130 sedangkan dalam pH 0 memiliki fasa $\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{FeO}_3$ kode cif 96-223-1149 dan $\text{C}_{12}\text{N}_2\text{H}_6$ dengan kode cif 96-101-0602. Perbedaan fasa pada pH 0 dikarenakan pada pH 0 tidak ada titrasi dengan larutan ammoniak (NH_4OH).



Gambar 4.2 Pola Difraksi Sinar-X (Radoiasi $\text{CuK}\alpha$) Sampel Hasil Sintesis pH 0,4,7,11 Sebelum Kalsinasi

Pada Gambar 4.2 puncak pH 7 paling tinggi, dan di pH 11 mengalami penurunan puncak hal ini dikarenakan adanya pengotor amorf yang lain karena lebihnya larutan ammonia yang ditambahkan.



Gambar 4.3 Pola Difraksi Sinar-X (Radoiasi $\text{CuK}\alpha$) Sampel Hasil Sintesis pH 0,4,7,11 dengan Kalsinasi 600°C

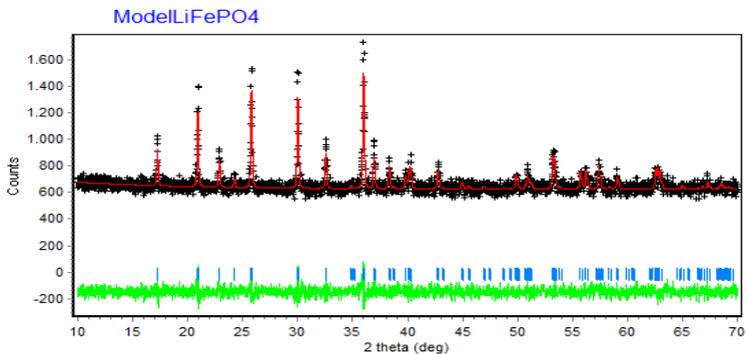
Gambar 4.3 menunjukkan pola-pola XRD sampel-sampel yang telah dikalsinasi pada 600°C . Hasil Identifikasi sampel dengan menggunakan Macth! untuk temperatur kalsinasi 600°C untuk pH 0, 4,7,11 menunjukkan adanya fasa LiFePO_4 dengan struktur Kristal orthorhombik space grup pnm sesuai dengan database kode cif 96-210-0917. Proses kalsinasi menunjukkan pengaruh dalam

pembentukan fasa LiFePO_4 seperti pada persamaan 3.3. puncak-puncak pada Gambar 4.3 memiliki intensitas yang kurang tinggi dari biasanya. Hal ini dikarenakan masih banyaknya fasa amorf sehingga mempengaruhi kristalinitasnya. Hasil semi kuantitatif dengan analisis Macht! akan di jelaskan pada Tabel 4.2 dalam hal komposisi fasanya.

Tabel 4.2 Hasil analisis menggunakan *Software Macht!* untuk sampel setelah kalsinasi pH0-11 dengan temperatur pengeringan $T = 175\text{ }^\circ\text{C}$

Sample	Komposisi Fasa	
	Fasa 1	Fasa 2
K600P0	69 % LiFePO_4	31 % FeO_2H
K600P4	64% LiFePO_4	36 % FeO_2H
K600P7	82,3 % LiFePO_4	17,7 % $\text{N}_6\text{H}_{26}\text{P}_6\text{O}_{19}$
K600P11	82,6 % LiFePO_4	17,4 % $\text{FeH}_6\text{O}_6\text{P}_3$

Menurut Liu dkk (2009) Faktor yang berperan dalam kemurnian fasa dan kristalinitas adalah temperatur dan waktu pemanasan (Liu dkk, 2009). Selanjutnya didapatkan hasil pola difraksi dengan temperature kalsinasi 600 memiliki pH 4 serta temperature pengeringan sebesar $300\text{ }^\circ\text{C}$ yang dianalisis menggunakan *software Rietica* pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Contoh Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *Rietica* Sample K600P4 $T = 300\text{ }^\circ\text{C}$ (Merah : Model, Hitam: Data, Hijau: Selisih)

Tabel 4.3 Parameter Kecocokan Analisis Menggunakan *Software* Rietica Sampel pH 4 Kalsinasi 600 °C Temperatur pengeringan T = 300 °C

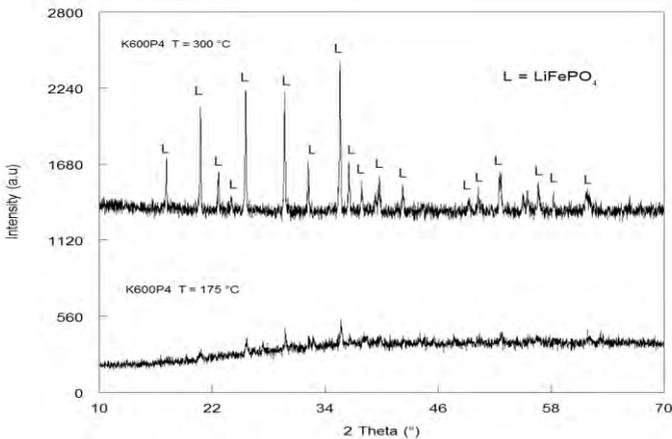
No	Nama Sampel	Parameter Kecocokan Rietica			
		Rp	Rwp	GoF	Rbragg
1	K600P4	3,6	4,6	1,4	1,3

Kecocokan pengolahan *software Rietica* yang dapat diterima secara umum nilai *GoF* (*Goodnees-of-fit*) kurang dari 4%, sedangkan parameter kecocokan yang lain seperti *R-profile* (R_p), *R-weighted profile* (R_{wp}), *R-expected* (R_{exp}) kurang dari 20% dan nilai *R-Bragg* kurang dari 10%. Hasil parameter kecocokan Rietica dari Gambar 4.4 akan ditunjukkan pada Table 4.3. Gambar 4.4 memiliki fasa Olivine LiFePO_4 dengan struktur Kristal orthorhombik space grup *pnma* sesuai dengan database kode cif 96-210-0917 serta memiliki parameter kisi $a = 10,1758 \text{ \AA}$, $b = 5.9182 \text{ \AA}$, $c = 4.6238 \text{ \AA}$. Kemudian di analisis menggunakan MAUD didapatkan ukuran kristalnya 165 nm

Sebuah penelitian pernah dilakukan oleh Islam dkk (2016) melalui proses sol-gel dengan bahan dasar batu besi Tanah Laut Kalimantan Selatan, Li_2CO_3 , dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dengan waktu kalsinasi di lingkungan argon selama 5 jam menghasilkan fasa-fasa yaitu LiFePO_4 , LiFeP_2O_7 , dan Li_3PO_4 dengan ukuran kurang dari 100 nm. Distribusi ukuran fasa LiFePO_4 pada sampel dengan waktu kalsinasi 5 jam relatif lebih homogen dibandingkan sampel 10 jam. Produk sintesis yang dikalsinasi 10 jam masih cenderung amorf dengan fraksi berat kristal LFP sebesar 5,02%, sedangkan kalsinasi 5 jam menghasilkan kristal LFP dengan fraksi berat relatif LFP yang sedikit lebih banyak, yaitu 5,12%.

Sedangkan dengan temperatur kalsinasi 600 °C selama 10 jam menggunakan gas inert pada pH 4 dengan pengeringan temperatur 300 °C metode sol gel yang telah dilakukan memiliki

memiliki kristalinitas yang baik. Serta menunjukkan metode sol gel ini berperan dalam kemurnian fasa terbukti memiliki 95 % lebih homogen dari metode yang dipakai oleh Humatul Islam. Temperatur pengeringan sangat mempengaruhi adanya kemurnian fasa seperti pada Gambar 4.5 yang menunjukkan pola XRD sampel pH 4 yang telah dikalsinasi pada 600 °C dengan temperatur pengeringan 300 °C dan 175 °C . Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur pengeringan maka akan semakin baik pula kristalinitas. Hal ini dikarenakan dengan temperatur yang tinggi atom-atom akan lebih reaktif dan akan semakin mudah membentuk banyak ikatan antar atom.



Gambar 4.5 Pola Difraksi Sinar-X (Radoiasi $\text{CuK}\alpha$) Sampel K600pH4 dengan Temperatur Pengeringan $T=175$ °C dan $T= 300$ °C

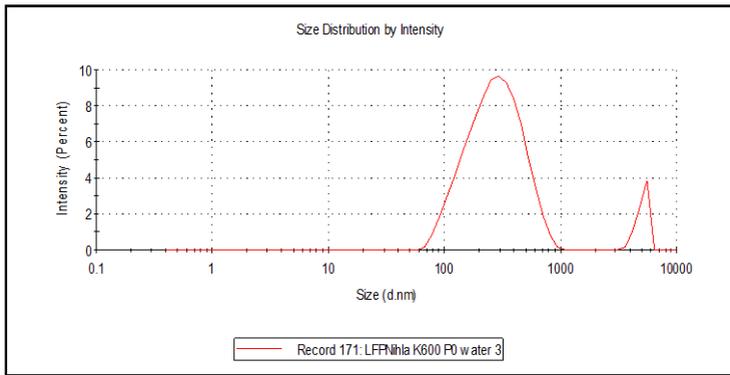
Penelitian material katoda LiFePO_4/C berbahan dasar batu alam, Li_2CO_3 , $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, dan asam sitrat telah dilakukan oleh grup penelitian material jurusan Fisika ITS. Grup ini telah memulai eksplorasi bahan alam batu besi yang diambil dari beberapa daerah penambangan yang ada di Kalimantan, salah satunya adalah batu alam Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Beberapa penelitian pernah dilakukan oleh Anisa (2015), Mauliana (2015), dan Narsisca

(2015) yang menganalisis komposisi batu besi alam kemudian memproses dan menjadikannya bahan dasar komposit LiFePO_4/C sehingga didapatkan karakteristik fasa dan performa dari komposit tersebut. *Namun berdasarkan hasil PSA penelitian ini masih menghasilkan ukuran partikel serbuk LiFePO_4 yang cukup besar yaitu sekitar 200nm dan distribusi partikel yang kurang homogen.* Secara teori ukuran partikel serbuk LiFePO_4 yang semakin kecil jika diaplikasikan sebagai material katoda akan meningkatkan konduktivitas material ini. Hal ini disebabkan reduksi ukuran butiran akan mereduksi jarak difusi Li^+ dan luas permukaan yang tinggi akan mempercepat ekstraksi dan penyisipan Li^+ selama proses redoks berlangsung. Oleh karena itu penelitian dengan tujuan mereduksi ukuran partikel serbuk LiFePO_4 perlu dilakukan. Pembentukan material LFP dilakukan melalui metode *Sol-Gel* yaitu dengan melarutkan batu besi ke dalam HCl sebagai sumber ion Fe, Li_2CO_3 dilarutkan ke dalam HCl sebagai sumber ion Li dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dilarutkan ke dalam akuades sebagai sumber PO_4 . Kemudian percobaan dilakukan dengan mencampurkan ketiga prekursor tersebut berdasarkan stoikiometri. Selain mendapatkan ukuran yang optimum dan homogen, metode ini mempersingkat sekaligus mempermudah proses sintesis serbuk LFP. Dengan melarutkan batu besi ke dalam HCl kemudian menyaringnya. Karena material yang tidak bisa larut tidak memiliki sifat seperti besi yang larut pada asam kuat, otomatis material pengotor akan terseparasi melalui saringan. Proses pelarutan batu, menghilangkan proses pemurnian batu yang dilakukan oleh tim riset sebelumnya dengan penghancuran batu menjadi pasir, *sieving*, dan pencucian menggunakan *ultrasonic cleaner*. Selain itu proses pencampuran bahan memerlukan waktu yang lebih singkat yaitu 1,5 jam untuk mendapatkan ukuran yang optimum dan homogen.

4.3 Hasil Uji *Particle Size Analyzer* (PSA)

Untuk sample dengan kalsinasi 600 °C dengan pH 0 -11 serta kalsinasi temperatur 700 °C pH 7 menggunakan media air untuk

mengetahui ukuran partikel dari masing-masing sampel. Berikut adalah data grafik distribusi ukuran sampel setelah di uji PSA.



Gambar 4.6 Contoh Hasil Pengujian PSA Distribusi ukuran K600pH0

Dalam pengujiannya untuk sampel pada Gambar 4.9 memiliki karakteristik pH yaitu sampel dengan pH sifat asam , netral dan basa. Ketika menguji terdapat kendala pada pH dengan asam kuat yaitu sampel pH 0 k600 dan basa kuat yaitu sample pH 11 K600. Untuk kedua sample memiliki perlakuan kusus akibat hasil uji PSA yang sering memiliki kategori “not good”. Hal ini disebabkan pada uji PSA dengan zetasizer memiliki kondisi sensitif pada sample yang sifatnya asam kuat dan basa kuat. Seperti pada sample pH 0 dan pH 11 k600. Pada alat zetasizer dengan type ZS memiliki kemampuan mengukur partikel ukuran 5 nm sampai 10 mikrometer. Konsentrasi sampel merupakan salah satu dari parameter keberhasilan dalam pengukuran terkait distribusi ukuran partikel . hal ini terbukti ketika sampel K600pH0 diencerkan dua kali dari sebelumnya, data pengukuran dari zetasizer bersifat “good”.

Tabel 4.4 Hasil Ukuran Partikel dari PSA

No	Sample	T pengeringan	Ukuran Partikel (nm)
1	K600P0	175 °C	312
2	K600P4		237
3	K600P7		235
4	K600P11		263
5	K600P4	300 °C	341

Nilai pH mempunyai dampak yang besar pada morfologi dan ukuran partikel karena nilai pH dapat mempengaruhi daya larut prekursor dan rasio konfigurasi ion yang dapat larut dan mengendap. Pada Table 4.4 Diatas pengaruh pH dalam temperatur kalsinasi 600 terlihat untuk pH 7 dengan sifat netral memiliki ukuran partikel yaitu lebih kecil 24,5 % dari pH yang lain. Semakin tinggi pH maka akan semakin kecil ukuran suatu partikel. Hal ini tidak terjadi pada pH 11 dikarenakan lebihnya larutan amoniak ketika dititrasi sehingga menambah fasa amorf yang membuat ukuran partikel semakin membesar. Pada table 4.4 ini pula menjelaskan pada perbedaan temperatur pengeringan pada pH 4 mempengaruhi ukuran partikel bahwa semakin tinggi temperatur pengeringan ukuran partikel membesar. Hal ini dikarenakan temperatur membuat atom-atom pada sampel mengalami pergerakan yang membuat atom lebih reaktif dan saling berikatan. Dengan menghubungkan data ukuran kristal pada maud dan ukuran partikel pada Tabel 4.4 diketahui bahwa terdapat dua kristal yang berkumpul ketika pengujian PSA.

“ halaman ini sengaja dikosongkan ”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesis LiFePO_4 yang murni dengan metode sol gel menggunakan bahan alam batu besi Tanah Laut Kalimantan Selatan dan bahan komersial Li_2CO_3 dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dapat dilakukan menggunakan lingkungan pH 4, temperatur pengeringan $300\text{ }^\circ\text{C}$, dan temperatur kalsinasi $600\text{ }^\circ\text{C}$
2. Tingkat keasamaan proses (pH) juga mempengaruhi ukuran partikel. Dengan pH 7 yang bersifat netral menghasilkan ukuran partikel terkecil di antara semua pH pada temperatur kalsinasi $600\text{ }^\circ\text{C}$ sebesar 235 nm. Fasa yang terbentuk adalah olivine LiFePO_4 .

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penulisan tugas akhir ini disarankan untuk dilakukan penelitian lebih lanjut dalam sintesis LiFePO_4 menggunakan metode Sol Gel berbasis batu besi dari Tanah Laut, Kalimantan Selatan dengan temperatur pengeringan dari $175\text{ }^\circ\text{C}$ – $300\text{ }^\circ\text{C}$.

“ halaman ini sengaja dikosongkan ”

DAFTAR PUSTAKA

- Aji, M. P., A. Yulianto., dan S. Bijaksana. 2007.” Sintesis Nanopartikel Magnetit, Maghemit, dan Hematit dari Bahan Lokal”. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. ISSN: 1441-1098: 106-108
- Angela, Riyan. 2015. “Sintesis Komposit LiFePO_4/C Berbasis Batu Alam Tanah Laut Menggunakan Metode Sol Gel”. ITS : Surabaya.
- Astuti, Wiwin Candra. 2014. “Pembuatan Lithium Ferri Phosphate (LiFePO_4) sebagai Material Katoda Baterai Lithium Ion dengan Tingkat Keamanan Tinggi.” <https://Digilib.Uns.Ac.Id/Dokumen/40639/Pembuatan-Lithium-Ferri-Phosphate-Lifepo4-Sebagai-Material-Katoda-Baterai-Lithium-Ion-Dengan-Tingkat-Kamanan-Tinggi>.
- Borong Wu, Yonghuan Ren and Ning Li, (2011): “ LiFePO_4 Cathode Material, Electric Vehicles”. *The Benefit and Barriers*, Dr. Seref Soylu (Ed.), ISBN: 978-953-307-287-6, Intech. China.
- Brodd, R.J., (2013): “Batteries for Sustainability”. VI, 513 P. 83 Illus., 23 Illus. [Http://Www.Spinger.Com/978-1-4614-5790-9](http://Www.Spinger.Com/978-1-4614-5790-9).
- Chew, S. Y., T. J. Patey, O. Waser, S. H. Ng, R. Büchel, A. Tricoli, F. Krumeich, Et Al. 2009. “Thin Nanostructured LiMn_2O_4 Films by Flame Spray Deposition and in Situ Annealing Method.” *Journal of Power Sources, Selected Papers Presented at The 14th International Meeting on Lithium Batteries (IMLB-2008)*, 189 (1): 449–53. Doi:10.1016/J.Jpowsour.2008.12.085.
- Chirita, M., and I. Grozescu. 2009. Fe_2O_3 -Nanoparticle, “Physical Properties and Their Photochemical and Photoelectrochemical Applications”. *Chem. Bull.* 54. 68: 1-8.

- Chung, S. Y., Bloking, J. T. and Chiang, Y. M., (2002): "Electronically Conductive Phosphoolivines as Lithium Storage Electrodes". *Nature Materials*, No.1, Pp.123128.
- Efhana, Dessy Putri, dan Mochamad Zainuri. 2014. "Pengaruh Variasi Waktu Penahanan Proses Kalsinasi Terhadap Prekursor Bahan Katoda Lithium Ferrophosphate (LFP)." *Jurnal Sains Dan Seni ITS* 3 (2): B118–22.
- Franger, S., Le Cras, F., Bourbon, C., Rouault, H., (2003): "Comparation between Different LiFePO_4 Synthesis Routes and Their Influence on its Physico-Chemical Properties". *Journal of Power Sources*, 119-121, 252-257.
- Gao, Mengyao, Naiqiang Liu, Zhongbo Li, Weikun Wang, Chengming Li, Hao Zhang, Yilei Chen, Zhongbao Yu, dan Yaqin Uang. 2014. "A Gelatin-Based Sol–Gel Procedure to Synthesize The LiFePO_4/C Nanocomposite for Lithium Ion Batteries." *Solid State Ionics* 258 (Mei): 8–12. Doi:10.1016/J.Ssi.2014.01.041
- Hamid, N.A., Wennig, S., Hardt, S., Heinzl, A., Schulz, C., Wiggers, H., (2012): "High-Capacity Cathodes for Lithium-Ion Batteries from Nanostructured LiFePO_4 Synthesized by Highly-Flexible and Scalable Flame Spray Pyrolysis". *Journal Of Power Sources*, Vol. 216, Hal. 76 – 83.
- Higuchi, Masashi, Keiichi Katayama, Yasuo Azuma, Megumi Yukawa, dan Manabu Suhara. 2003. "Synthesis of LiFePO_4 Cathode Material by Microwave Processing." *Journal of Power Sources*, Selected papers presented at the 11th International Meeting on Lithium Batteries, 119–121 (Juni): 258–61. Doi:10.1016/S0378-7753(03)00243-X.
- Huang Y., Ren, H., Peng, Z., Zhou, Y., (2009): "Synthesis of $\text{LiFePO}_4/\text{Carbon}$ Composite From Nano- FePO_4 by a Novel Stearic Acid Assisted Rheological Phase Method". *Electrochimica Acta*, Vol. 55, Hal. 311 – 315.

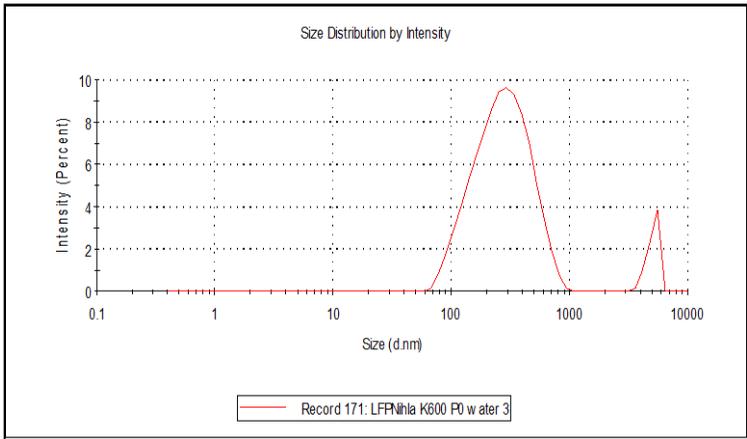
- Iskandar, F., A.S. Nisa, dan M.M. Munir. 2013. "Solvothermal Synthesis of Lithium Iron Phosphate from a High Concentration Precursor." In 2013 Joint International Conference on Rural Information Communication Technology and Electric-Vehicle Technology (Rict Icevt-T), 1–3. Doi:10.1109/Rict-Icevt.2013.6741526.
- Islam, Humaatul. 2016. Sintesis Nanopartikel LiFePO_4 Berbasis Batu Alam Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam ITS: Surabaya.
- Kim, J.K., Choi, J.W., Chauhan, G.S., Ahn, J.H., Hwang, G.Ch., Choi, J.B., Ahn, H.J., (2008): "Enhancement Of Electrochemical Performance of Lithium Ion Phosphate by Controlled Sol-Gel Synthesis". *Electrochemical Acta*, 55, 8258-8264.
- Liu, J., Jiang, R., Wang, X., Huang, T., Yu, A., (2009): "The Defect Chemistry Of LiFePO_4 Prepared by Hydrothermal Method at Different Ph Values". *Journal of Power Sources*, 194, 536-540.
- Liu, Hui-Ping, Zhi-Xing Wang, Xin-Hai Li, Hua-Jun Guo, Wen-Jie Peng, Yun-He Zhang, dan Qi-Yang Hu. 2008. "Synthesis and Electrochemical Properties of Olivine LiFePO_4 prepared by a Carbothermal Reduction Method." *Journal Of Power Sources*, Selected Papers from The: International Battery Materials Association 2007 Conference. In *Memoriam ff Juergen Besenhard*, 184 (2): 469–72. Doi:10.1016/J.jpowsour.2008.02.084.
- Mauliana, M. I., (2015): "Karakterisasi Pembentukan Komposit Katoda LFP/C Menggunakan Metode Solid-State Reaction dengan Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Kondisi Gas Inert". ITS: Surabaya
- Ritchie, A. G. 2001. "Recent Developments and Future Prospects For Lithium Rechargeable Batteries". *Journal of Power Sources*, *Roceedings Of The 5022nd International Power*

- Sources Symposium, 96 (1): 1–4. Doi:10.1016/S0378-7753(00)00673-X
- Song, M. S., Kang Y. M., Kim, J. H., Kim, H. S., Kim, D. Y., Kwon H. S., Lee, J. Y., (2007): “Simple and Fast Synthesis Of $\text{LiFePO}_4\text{-C}$ Composite for Lithium Rechargeable Batteries By Ball-Milling and Microwave Heating”. *Journal of Power Sources*, Vol. 166, Hal. 260 – 265.
- Waluyo, Hendro, Dan Lukman Noerochim. 2014. “Pengaruh Temperatur Hydrothermal Terhadap Performa Elektrokimia LiFePO_4 Sebagai Katoda Baterai Ion Lithium Type Aqueous Elektrolit.” *Jurnal Teknik ITS* 3 (2): F237–42.
- Yang, K., Lin, Z., Hu, X., Deng, Z., Suo, J., (2011): “Preparation and Electrochemical Properties of a $\text{LiFePO}_4\text{/C}$ Composite Cathode Material by a Polymer–Pyrolysis–Reduction Method”. *Electrochimica Acta*, Vol. 56, Hal. 2941–2946.
- Yuniarti, E., Triwibowo, J. and Suharyadi, E., (2013): “Pengaruh Ph, Suhu dan Waktu Pada Sintesis LiFePO_4 / Zhang, Y., Huo, Q., Du, P., Wang, L., Zhang, A., Song, Y., Lv, Y., Li, G., (2012): “Advances in New Cathode Material LiFePO_4 for Lithium Ion Batteries”. *Synthetic Metals*, Vol. 162, Hal. 1315 – 1326.
- Zhang, Peixin, Xinyang Li, Zhongkuan Luo, Xiaoqian Huang, Jianhong Liu, Qiming Xu, Xiangzhong Ren, dan Xun Liang. 2009. “Kinetics of Synthesis Olivine LiFePO_4 by using a Precipitated -Sintering Method.” *Journal Of Alloys and Compounds* 467 (1–2): 390–96. Doi:10.1016/J.Jallcom.2007.12.005.

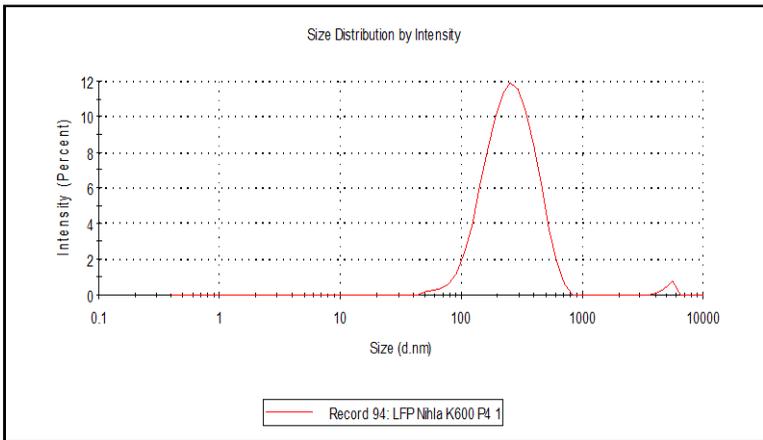
LAMPIRAN

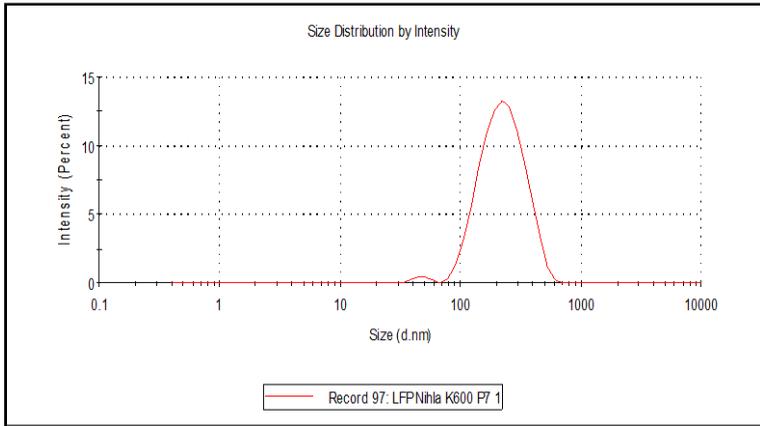
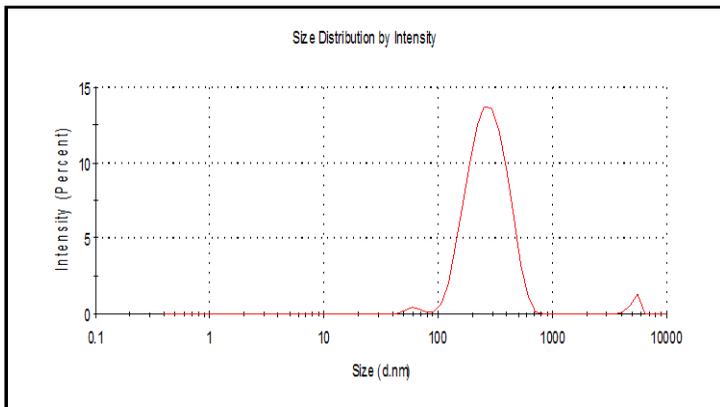
1. Hasil Pengujian PSA

a. Distribusi ukuran K600pH0

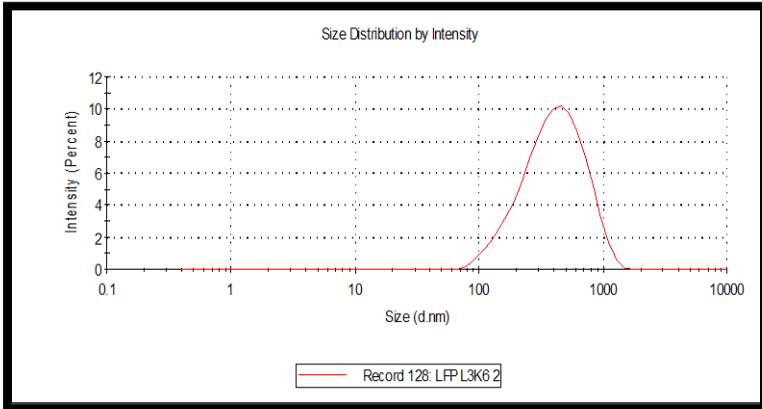


b. Distribusi ukuran K600pH4

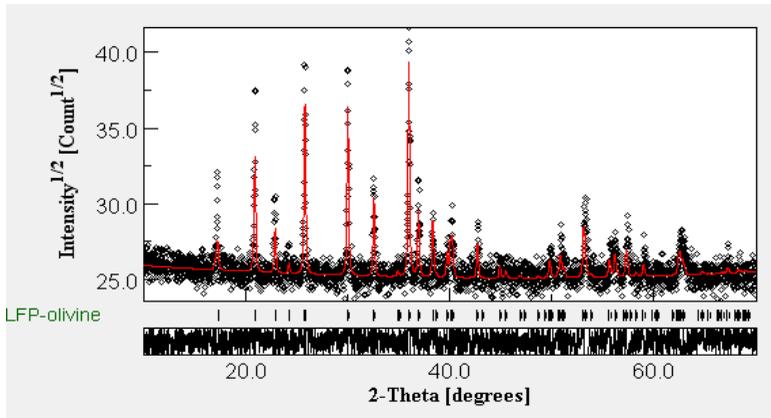


c. Distribusi ukuran K600pH7**d. Distribusi ukuran K600pH11**

e. Distribusi ukuran K600pH4 Tpengerinan = 300 °C



2. Hasil MAUD
K600P4 T = 300 °C



sign= 1.3762081
 Rw (%) = 5.3590107
 Rwnb (% , no bkg) = 11.443099
 Rb (%) = 4.011987
 Rexp (%) = 3.894041

Biodata Penulis



Penulis dikenal dengan nama “Nihlatunnur” merupakan anak terakhir dari empat bersaudara yang dilahirkan di Demak, 26 April 1995. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Kartika Sari, SDN Sumberejo 1 Bonang, SMP Negeri 2 Demak, dan SMA Negeri 1 Demak dan pada tahun 2013 menempuh perkuliahan di jurusan Fisika FMIPA ITS. Selama menjalani perkuliahan, penulis berpartisipasi dalam kompetisi karya tulis ilmiah, salah satunya Program Kreativitas Mahasiswa (PKM). Dan aktif organisasi dalam Ikatan Mahasiswa Demak (IMADE), LDK Jama’ah Masjid Manarul Ilmi (JMMI) ITS, Forum Perempuan BEM ITS, Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMASIKA) dan Forum Studi Islam Fisika (FOSIF). Harapan besar penulis adalah karya ini bisa bermanfaat bagi orang lain. Kritik dan saran dapat dikirim melalui email: nihlanur@gmail.com

