THESIS – TL142501

Analysis Effect of Composition Hexamethylenetetramine on Electrochemical Performance of Fe_2O_3 as Anode for Lithium Ion Batteries

AHMAD FIKRIE
Student ID No. 02511450010011

ADVISOR
Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA.
Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.Eng., Ph.D.

MASTER PROGRAM
ADVANCED MATERIAL
DEPARTMENT OF MATERIALS ENGINEERING
FACULTY OF INDUSTRY TECHNOLOGY
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018

TESIS – TL142501

Analisis Komposisi Hexamethylenetetramine Pada Proses Sintesis Anoda Fe_2O_3 Terhadap Performa Elektrokimia Baterai Ion Lithium

AHMAD FIKRIE
NRP. 02511450010011

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA.
Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.Eng., Ph.D.

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN MATERIAL INOVATIF
DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh

gelar

Magister Teknik (M.T.)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Ahmad Fikrie

NRP 02511450010011

Tanggal Ujian : 10 Januari 2018

Periode Wisuda : Maret 2018

Disetujui oleh :

1. **Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA**
   NIP. 196203261987011001 **(Pembimbing I)**
2. **Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.Eng., Ph.D**
   NIP. 197703132003121001 **(Pembimbing II)**
3. **Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D**
   NIP. 197701162003122007 **(Penguji)**
4. **Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Sc**
   NIP. 197605282002121003 **(Penguji)**
5. **Dr. Eng. Hosta Ardhyananta, S.T., M.Sc**
   NIP. 198012072005011004 **(Penguji)**
6. **Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si., Ph.D**
   NIP. 197801132002121003 **(Penguji)**

Dekan Fakultas Teknologi Industri – ITS

Dr. Bambang Lelono Widjiantoro, S.T., M.T.

NIP. 196905071995121001

Analisis Komposisi Hexamethylenetetramine Pada Proses Sintesis Anoda Fe_2O_3 Terhadap Performa Elektrokimia Baterai Ion Lithium

Nama mahasiswa	: Ahmad Fikrie
NRP	: 02511450010011
Pembimbing	: Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA
	Lukman Noerochim, ST., MSc.Eng., Ph.D

ABSTRAK

Pada umumnya, anoda baterai yang digunakan pada baterai ion lithium adalah grafit. Anoda grafit memiliki konduktifitas yang baik, namun memiliki kekurangan yaitu kapasitas spesifik 372 mAh/g yang tergolong kecil. Hematite (α-Fe_2O_3) merupakan oksida dari besi yang paling menarik sebagai pengganti grafit karena alasan ekonomis, ramah lingkungan dan kapasitas energi spesifik yang melebihi grafit yaitu sebesar 1008 mAh/g. Sintesa α-Fe_2O_3 dilakukan menggunakan reaksi hidrotermal dengan melakukan penambahan pada variasi *hexamethylenetetramine* (1 gr, 3 gr, 5 gr) pada temperatur 160°C. Diketahui dari hasil uji XRD dan SEM bahwa serbuk Fe_2O_3 yang berhasil disintesis, memiliki fasa tunggal Fe_2O_3 dengan ukuran partikel 1,3–2,5µm. Dari hasil uji CV diketahui reaksi redoks terjadi pada range tegangan 1,2-1,6V dan 1,91–2,11V. Kapasitas *discharge* tertinggi sebesar 258,59 mAh/g diperoleh dari spesimen dengan *hexamethylenetetramine* 5 gr dengan temperatur hidrotermal 160ºC. Hal ini menunjukkan bahwa Fe_2O_3 berpotensi besar dapat digunakan sebagai anoda baterai ion lithium.

Kata kunci : Anoda, α-Fe_2O_3, Hexamethylenetetramine, Performa Elektrokimia.

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

Analysis Effect of Composition Hexamethylenetetramine on Electrochemical Performance of Fe_2O_3 as Anode for Lithium Ion Batteries

Name : Ahmad Fikrie
Student ID number : 02511450010011
Advisor : Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA
Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.Eng., Ph.D.

ABSTRACT

Graphite anode which had a specific capacity of 372 mAh/g was generally used in commercial lithium ion batteries. In this study, graphite be replaced with hematite (α-Fe_2O_3) that has advantages like large theoretical specific capacity of 1008 mAh/g, environmental friendly, and low cost production. The synthesis of α-Fe_2O_3 is carried out by hydrothermal method with reacting $FeCl_3$ and Hexamethylenetetramine variation of 1 gr, 3 gr, 5 gr at temperature 160 ^oC. The following process is heated by calcination at temperature 450 ^oC. XRD and SEM results show that the as-prepared Fe_2O_3 powder has a single phase of Fe_2O_3 and morphology like micro-ball with size between 1,3–2,5µm. CV test results show redox reaction occurs in the voltage range between 1,2-1,6V and 1,91–2,11V. The highest irreversible discharge capacity of 258,59 mAh/g is obtained for specimen with hexamethylenetetramine 5 gr at temperature hydrothermal of 160^oC. This result shows that Fe_2O_3 has a high potential as anode material for lithium ion battery.

Key words : Anode, α-Fe_2O_3, Hexamethylenetetramine, Electrochemical Performance

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT, atas segala rahmat dan petunjuk-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan proposal tesis ini dengan judul :

Analisis Komposisi Hexamethylenetetramine Pada Proses Sintesis Anoda Fe_2O_3 Terhadap Performa Elektrokimia Baterai Ion Lithium

Tesis ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memenuhi persyaratan dalam memperoleh gelar Magister Teknik (M.T.) di Jurusan Teknik Material (Program Studi Magister), Fakultas Teknik Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya tahun 2018.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar – besarnya kepada semua pihak yang telah berperan serta dalam tersusunnya tesis ini diantaranya kepada :

1. Allah S.W.T yang telah memberikan rahmat dan karunianya secara utuh demi lancarnya jalan penelitian ini ke depannya.
2. Salam sholawat tidak pernah henti kepada junjungan besar kita Rasulullah Muhammad S.A.W yang memberikan cahaya yang paling benar yaitu Islam.
3. Kedua orang tua penulis tercinta, ayah **Drs. M. Zainuddin** dan ibu **Dra. Endang Setijowati** yang telah mendukung penulis dari segala sisi, baik materiil dan moril.
4. Pihak **Pascasarjana Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya** yang telah memberikan kesempatan penulis dalam mengeyam pendidikan Magister di Teknik Material dan Metalurgi lewat pemberian program beasiswa *Freshgraduate* Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya pada tahun 2014.
5. Dosen pembimbing yang penulis hormati **Dr. Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.** yang selalu memberi pembelajaran baik secara materiil dan moril.
6. Dosen pembimbing sekaligus rektor ITK **Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA.** yang telah memberikan banyak masukan selama pengerjaan tesis ini sampai selesai.

7. Bapak **Dr. Ir. Bambang Prihandoko, MT.** selaku Ketua Konsorsium Baterai Nasional, P2F-LIPI dan Pembimbing selama melakukan pengujian di P2F-LIPI yang telah memberikan banyak masukan dan kesempatan penulis untuk melakukan pengujian performa baterai.
8. Bapak **Slamet Priyono, M.T.** yang telah memberikan bantuan untuk pengujian performa elektrokimia baterai dan saling tukar pikiran mengenai semua tentang baterai di Laboratorium Baterai Lithium Indonesia, P2F-LIPI, Puspiptek, Serpong.
9. Ibu **Anni Noer Widjajanty, S.Si** yang telah memberi banyak sekali bantuan dalam pengujian di P2F-LIPI, Puspiptek, Serpong.
10. Dosen Penguji sekaligus Ketua Jurusan Teknik Material Bapak **Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Sc** yang telah memberikan masukan yang sangat tepat guna kepada penulis sehingga hasil dari penelitian ini dapat diaplikasikan dan berguna bagi kemajuan teknologi di Indonesia.
11. Ketua Koordinator Thesis Ibu **Dr. Widyastuti, S.si., M.si.** yang telah membantu penulis dan tim dalam pelaksanaan pengerjaan tesis sampai selesai.
12. Dosen wali yang penulis hormati Bapak **Dr. (Eng). Hosta Ardhyananta, S.T, M.Sc** yang telah banyak membantu dalam 4 tahun menjadi mahasiswa Magister Teknik Material
13. Ketua Laboratorium Kimia Material Ibu **Dr. Diah Susanti, S.T., M.T.** yang telah mengijinkan untuk menggunakan fasilitas peralatan laboratorium Kimia Material selama penulis melakukan penelitian.
14. Kakak kelas “Tim Baterai 14” **Dika Anggara, S.ST, M.T., Erik Aristya, S.T., M.T., Imam Derajat Santoso Setiawan, S.ST., M.T.,** dan **Mohammad Karim Al Amin, S.ST., M.T., Edith Setia Ginanjar, S.T., M.T.** yang mau mendengar keluh kesah serta bertukar pendapat kepada penulis, serta terus maju bersama agar penelitian dapat berjalan baik.
15. Teman seperjuangan “Tim Baterai 17” **Amalia Ma'rifatul Maghfiroh, S.Si. dan I Made Ananta Nugraha, S.Si.** yang telah mau menjadi keluh kesah, dan memberikan motivasi kepada penulis agar tidak mudah menyerah dan selalu optimis.

16. Teman – teman S2 Teknik Material ITS atas segala rasa kekeluargaan, dukungan dan bantuan kepada penulis selama menjalani perkuliahan.
17. Teman – teman lama seperjuangan **WE 09** yang selalu memberikan semangat, dukungan, dan canda tawa disaat yang tepat.
18. Bapak **C.C. Mujianto** selaku administrator Sekretariat Pascasarjana Teknik Material yang banyak membantu penulis dalam masa perkuliahan selama kurun waktu 2014 – 2015.
19. Bapak **Suroto** selaku administrator Sekretariat Pascasarjana Teknik Material yang banyak membantu penulis dalam masa perkuliahan selama kurun waktu 2015 – 2018
20. Seluruh karyawan Jurusan Teknik Material dan Metalurgi yang banyak membantu dalam penyelesaian pengerjaan thesis ini.
21. Kekasih tercinta **Nike Maya Manggar Sari** serta adik tersayang **Ahmad Zulfikar Amal** yang tak pernah henti memberikan suntikan semangat kepada penulis.
22. **Semua pihak** yang tidak dapat penulis sebutkan satu-persatu yang telah banyak memberi dorongan dan bantuan dalam menyelesaikan thesis ini baik secara langsung maupun tidak langsung. Menyadari atas keterbatasan pengetahuan dan penelitian sehingga dimungkinkan ada kekeliruan dan kesalahan yang tidak sengaja. Oleh karena itu kritik dan saran yang membangun sangat dibutuhkan guna perbaikan dan pengembangan lebih lanjut. Semoga laporan ini dapat bermanfaat dan memenuhi apa yang diharapkan.

Surabaya, Januari 2018

Penulis

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL..... i
LEMBAR PENGESAHAN..... iii
ABSTRAK.....v
ABSTRACT..... vii
KATA PENGANTAR..... ix
DAFTAR ISI..... xiii
DAFTAR GAMBAR..... ... xvii
DAFTAR TABEL..... xix

BAB 1 PENDAHULUAN..... 1
1.1 Latar Belakang Masalah.....1
1.2 Perumusan Masalah.....2
1.3 Batasan Masalah.....2
1.4 Tujuan Penelitian.....3
1.5 Manfaat Penelitian.....3

BAB 2 KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI.....5
2.1 Sejarah Perkembangan Baterai.....5
2.1.1 Bagian penyusun baterai..... 6
2.1.2 Sifat-sifat dasar baterai.....8
2.2 Baterai Ion Lithium..... 8
2.2.1 Pengertian umum.....8
2.2.2 Baterai *lithium ion rechargeable*.....9
2.2.3 Karakteristik anoda baterai ion lithium *rechargeable*.....11
2.2.4 Kapasitas spesifik baterai ion lithium *rechargeable*..... 12
2.3 Bahan Anoda Fe_2O_3..... 12
2.4 Metode pembuatan Fe_2O_3.....15
2.5 Metode Hidrotermal.....15
2.6 Elektrolit.....17

2.6 Hasil Penelitian Sebelumnya.....18

BAB 3 METODE PENELITIAN..... 21
3.1 Diagram Alir Penelitian..... 21
3.2 Bahan dan Alat.....22
3.2.1 Bahan dan alat pembuatan anoda Fe_2O_3 (hematit).....22
3.2.2 Bahan dan alat pembuatan *working elektrode*..... 22
3.2.3 Bahan dan alat pembuatan larutan elektrolit..... 23
3.3 Prosedur Penelitian..... 23
3.3.1 Preparasi anoda Fe_3O_4..... 23
3.3.2 Preparasi *working electrode*..... 23
3.3.3 Preparasi larutan elektrolit..... 24
3.3.4 Assembling baterai ion lithium cell..... 24
3.4 Karakterisasi Fe_2O_3..... 24
3.4.1 *Scanning Electron Microscope* (SEM)..... 24
3.4.2 *X-Ray Diffraction* (XRD).....26
3.5 Analisa Performa Elektrokimia Anoda Fe_2O_3..... 30
3.5.1 Pengujian *galvanostatic charge-discharge*..... 30
3.5.2 Pengujian *cyclic voltammetry*..... 30
3.5.3 Pengujian *electrochemical impedance spectroscopy* (EIS).. 31
3.6 Perencanaan Penelitian dan Pengujian..... 31

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN..... 33
4.1 Hasil Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)..... 33
4.1.1 Hasil Karakterisasi XRD Fe_2O_3 pada temperatur hidrotermal 160°C dengan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr…….....33
4.2 Hasil Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM).....34
4.2.1 Hasil Karakterisasi SEM Fe_2O_3 pada temperatur hidrotermal 160°C dengan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr…….....34

4.3 Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV)……..... 36
4.3.1 Hasil pengujian CV Fe_2O_3 dengan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr, pada temperatur hidrotermal 160 ^oC……..……..... 36
4.4 Hasil Pengujian *Charge/Discharge*……...……..... 38
4.4.1 Hasil pengujian *Charge/Discharge* Fe_2O_3 dengan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr, pada temperatur hidrotermal 160 ^oC……..... 38
4.5 Hasil Pengujian *Electrical Impedance Spectroscpy* (EIS)..... 40
4.5.1 Hasil pengujian EIS Fe_2O_3 pada temperatur hidrotermal 160^oC dengan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr…….....40

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN……..... 45
5.1 Kesimpulan..... 45
5.2 Saran..... 45

DAFTAR PUSTAKA……..…….....47
LAMPIRAN……..……..... 51
BIODATA PENULIS

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Komponen pembentuk sel baterai..... 7

Gambar 2.2 Bahan elektroda positif dan negatif generasi berikutnya dengan sel berbasis Li isi ulang..... 8

Gambar 2.3 Prinsip operasi dari baterai ion lithium saat pengisisan dan pemakaian..... 10

Gambar 2.4 Struktur kristal Fe_3O_4..... 14

Gambar 2.5 Skema *teflon lined stainless steel autoclave* yang digunakan dalam proses hidrotermal..... 16

Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.....21

Gambar 3.2 Mekanisme kerja SEM.....25

Gambar 3.3 *Scanning Electron Microscope* (SEM)..... 25

Gambar 3.4 Skema kerja *X-Ray Diffraction* (XRD).....27

Gambar 3.5 Contoh grafik hasil pengujian XRD..... 27

Gambar 3.6 Mesin XRD PANalytcal..... 29

Gambar 3.7 Galvanostatic Charge/Discharge.....30

Gambar 3.9 Alat cyclic voltammetry AutoLab PGSTAT tipe 302N Metrohm..... 31

Gambar 4.1 Perbandingan Hasil Pengujian XRD Serbuk Fe_2O_3 dengan Variasi Komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr pada Temperatur Hidrotermal 160°C…….....33

Gambar 4.2 Perbandingan Gambar SEM Serbuk Fe_2O_3 pada Temperatur Hidrotermal 160°C dengan Variasi Komposisi HMT (a) 1 gr (b) 3 gr dan (c) 5 gr Perbesaran 20000x dan Variasi Komposisi HMT (d) 1 gr (e) 3 gr (f) 5 gr Pembesaran 50000x..... 35

Gambar 4.3 Hasil Pengujian CV Sampel Fe_2O_{34} dengan Komposisi HMT (a) 1 gr (b) 3 gr dan (c) 5 g pada Temperatur Hidrotermal 160°C..... 36

Gambar 4.4 Grafik polarisasi dari pengujian *charge – discharge* menggunakan arus yang sama (0,1 C) sampai 3 *cycles* dimana Komposisi HMT (a) 1 gr (b) 3 gr dan (c) 5 gr pada Temperatur Hidrotermal 160°C…..... 39
Gambar 4.5 Hasil uji EIS pada variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, 5 gr setelah cycle ke 3..... 41
Gambar 4.6 Rangkaian equivalent pengujian EIS..... 41
Gambar 4.7 Grafik Bode plot pada Variasi Komposisi HMT 1 gr, 3 gr, 5 gr setelah *cycle* ke 3.....43

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sejarah Perkembangan Baterai..... 6

Tabel 2.2 Eksperimen potensial dan kapasitas teoritik dari metal oksida …….. 13

Tabel 2.3 Elektrolit yang digunakan pada *Cell Coin* Ion Lithium…… 17

Tabel 2.4 Tabel Penelitian Sebelumnya Sintesa Anoda Fe_2O_3…… 18

Tabel 3.1 Informasi difraksi pada XRD..... 28

Tabel 3.2 Perencanaan Pengujian Anoda Fe_2O_3..... 32

Tabel 4.1 Perhitungan Ukuran Kristal Fe_2O_3 Menggunakan Persamaan *Debye Schrerrer* pada Variasi Kompoisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr……... 32

Tabel 4.2 Hasil Uji *Cyclic Voltammetry* (CV)..... 37

Tabel 4.2 Hasil nilai *fitting* rangkaian equivalent EIS..... 42

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

BAB 1
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Sejak awal tahun 1990, baterai lithium ion yang dapat diisi ulang (*rechargeable lithium-ion batteries*) banyak dipakai sebagai salah satu sumber energi listrik portabel dalam berbagai aplikasi seperti telepon seluler, kamera digital, laptop, kendaraan listrik *hybrid* dan MP3 player (Ozawa, 1994). Alasan utama baterai banyak dipakai karena energi densitas yang tinggi, potensial kerja yang tinggi, dan umur pemakaian yang panjang (Wakihara, 2001).

Penelitian dan pengembangan terus dilakukan seiring berjalannya waktu untuk mendapatkan baterai lithium ion yang mampu menghasilkan kapasitas yang tinggi. Salah satu caranya adalah mengganti bahan anoda baterai yang biasanya menggunakan grafit kini beralih ke oksida logam. Bahan anoda grafit memiliki konduktifitas yang bagus namun memiliki *specific energy* teori yang tergolong kecil yaitu 372 mAh/g (Poizot, 2000). 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). Selain itu keberadaannya juga melimpah, murah, proses pengolahan mudah dan stabil dalam kondisi kimia. Penurunan kapasitas merupakan masalah utama yang terdapat dalam semua oksida logam transisi yang digunakan sebagai anoda dalam baterai lithium ion. Pendekatan dengan menggunakan bahan nano Fe_2O_3 layak dilakukan untuk dapat meningkatkan sifat-sifat bahan sebab struktur nano mampu memberikan reaktivitas yang tinggi dalam penyisipan ion (Liu,dkk. 2009).

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 (Lihong dan Yungui, 2013). Seperti dengan penambahan *Glycine* pada proses sintesis Fe_2O_3. *Glycine* yang digunakan dengan bahan

$FeCl_3.6H_2O$ untuk mensintesi Fe_2O_3 pada temperatur 140°C. Morfologi Fe_2O_3 yang diperoleh berupa *elliptical* dan akan meningkatkan performa anoda Fe_2O_3., kapasitas awal yang dihasilkan mampu mencapai hingga 634 mAh/g. (Eriek, 2015)

Penelitian serupa juga dilakukan namun dengan bahan bahan $FeCl_3.6H_2O$ dan *ethylene glycol* sebagai bahan pembentuk Fe_2O_3 serta *hexamethylenetetramine* (HMT) sebagai accelerant. Kapasitas awal yang diperoleh sebesar 644 mAh/g pada temperatur *hydrothermal* 170°C. Selain itu diketahui jika komposisi *hexamethylenetetramine*, temperatur *hidrothermal*, dan waktu *hidrothermal* sangat mempengaruhi pembentukan struktur dari Fe_2O_3. (Dika, 2015)

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesa Fe_2O_3 dengan melakukan variasi penambahan *hexamethylenetetramine* dan temperatur *hydrothermal*. Sintesa anoda Fe_2O_3 dilakukan dengan variasi komposisi *hexamethylenetetramine* sebesar 1 gr, 3 gr dan 5 gr pada temperatur hidrothermal 160 °C.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan pada latar belakang yang telah dipaparkan di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini ialah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh komposisi *hexamethylenetetramine* terhadap morfologi material anoda Fe_2O_3?
2. Bagaimana pengaruh komposisi *hexamethylenetetramine* pada sintesa anoda Fe_2O_3 terhadap performa elektrokimia baterai ion lithium?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah yang digunakan dalam penelitian ini agar penelitian yang dilakukan menjadi lebih terarah adalah sebagai berikut:

1. Ukuran butir prekursor dianggap homogen.
2. Perubahan temperatur pada saat holding dalam proses *hydrothermal* dan kalsinasi diabaikan

1.4 Tujuan Penelitian

1. Menganalisa pengaruh komposisi *hexamethylenetetramine* terhadap morfologi material anoda Fe_2O_3.
2. Menganalisa pengaruh komposisi *hexamethylenetetramine* pada sintesa anoda Fe_2O_3 terhadap performa elektrokimia baterai ion lithium.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini diharapkan :

1. Menganalisa pengaruh komposisi *hexamethylenetetramine* terhadap morfologi material anoda Fe_2O_3**.**
2. Mendapatkan komposisi *hexamethylenetetramine* untuk mendapatkan performa elektrokimia terbaik dari anoda Fe_2O_3 untuk baterai ion lithium.

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

BAB 2
KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

2.1 Sejarah Perkembangan Baterai

Baterai didefinisikan sebagai suatu alat yang dapat mengubah langsung energi kimia menjadi energi listrik melalui proses elektrokimia (Davin, 2002). Pada tahun 1800, Alexander Volta menemukan sebuah aliran tenaga listrik yang dihasilkan ketika beberapa fluida digunakan sebagai konduktor ion untuk menaikan sebuah reaksi elektrokimia antara dua logam atau elektroda. Hal ini menyebabkan penemuan *cell volta* pertama kali yang lebih dikenal sebagai baterai. Baterai terus diteliti dan dikembangkan karena salah satu manfaatnya yaitu sebagai sumber energi listrik portabel. Tentunya sebagai sumber energi listrik yang portabel, baterai harus dapat diisi ulang dan memiliki kapasitas yang tinggi. Baterai yang dapat diisi ulang (*rechargeable*) ditemukan pertama kali pada tahun 1859 oleh seorang fisikawan Perancis bernama Gaston Plante. Saat itu Plante menggunakan *lead-acid* (*LA*) sebagai bahan pembentuk baterai sekunder (*secondary battery*).

Pada tahun 1899, Waldmar Jungner seorang berkebangsaan Swedia, menemukan baterai *nickel-cadmium* (NiCd), terdiri dari *nickel* untuk elektroda positif dan *cadmium* untuk elektroda negatif. Dua tahun kemudian, Edison menemukan pengganti *cadmium* dengan *iron*. Karena biaya pembuatan yang mahal untuk baterai *lead-acid* atau baterai *dry cell* maka aplikasi penggunaan dari baterai seperti *nickel-cadmium* dan *nickel-iron* dibatasi. Usaha-usaha dilakukan dalam mengembangkan baterai yang dapat diisi ulang *(rechargeable)* berbahan senyawa *intermetallic* seperti $LiNi_5$, $SmCo_5$ dilakukan pada 1960. Baterai *lithium rechargeable* dikembangkan sampai tahun 1980 tetapi selalu menemui kegagalan karena masalah keselamatan. Karena sifat yang tidak stabil dari *lithium* metal. *Ion lithium* tidak berbahaya, jika dilakukan pencegahan ketika charging dan discharging dengan perhitungan yang tepat.

Pada Tabel 2.1 merupakan rangkuman sejarah perkembangan baterai. Beberapa baterai yang sering digunakan dan tersedia dipasaran dengan spesifikasi tertentu diataranya *nickel-cadmium, nickel-metal hydride* dan baterai *lithium-ion*.

Tabel 2.1 Sejarah perkembangan baterai

Year	*Researcher (Country)*	*Method*
1880	Volta	*Invention of the battery*
1859	Plante (France)	*Invention of the lead-acid battery*
1899	Jungner (Sweden)	*Invention of the nickel-cadmium battery*
1901	Edison (USA)	*Invention of the nickel-iron battery*
1932	Schlecht and Ackermann (Germany)	*Invention of the sintered pole plate*
1947	Neumann (France)	*Successful sealing of the nickel-cadmium battery*
1990	Sanyo (Japan)	*First commercial introduction of the NiMH battery*
1990	Sony (Japan)	*First commercial introduction of the Li-ion battery*

Sumber: Toolenaar, 2008

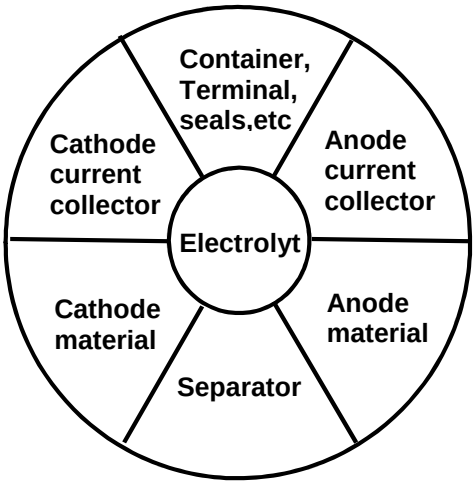
Penggunaan baterai meningkat dengan pesat, faktor penyebabnya adalah kemajuan teknologi elektronik untuk aplikasi baterai mulai dari perangkat elektronik portabel kecil, kendaraan listrik dan utilitas meratakan beban listrik. Baterai memiliki banyak keunggulan dibandingkan sumber daya lainnya seperti efisien, nyaman dan sedikit perawatan. Alhasil, baterai digunakan dalam jangkauan yang sangat luas dengan berbagai ukuran. Contohnya seperti baterai dengan kapasitas 3 mAh untuk jam tangan dan kapasitas 20.000 Ah untuk pasokan listrik bawah laut dan siaga (Linden, 2004).

2.1.1 Bagian penyusun baterai

Baterai yang saat ini digunakan terdiri dari satu atau beberapa sel baterai yang digabungkan secara seri atau paralel sesuai dengan kapasitas dan tegangan listrik yang diinginkan. Sel baterai adalah unit terkecil dari suatu sistem proses elektrokimia yang terdiri dari elektroda, elektrolit, separator, wadah dan terminal/ *current collector*. Pembagian komponen sel baterai dapat dilihat pada Gambar 2.1. Komponen terpenting pembentuk sel baterai adalah :

1. Elektroda negatif/ anoda, yaitu elektroda yang melepaskan elektron ke rangkaian luar serta mengalami proses oksidasi pada proses elektrokimia.

2. Elektroda positif/ kathoda, yaitu elektroda yang menerima elektron dari rangkaian luar serta mengalami proses reduksi pada proses elektrokimia.
3. Penghantar ion/ elekrolit, yaitu media transfer ion yang bergerak dari anoda ke kathoda dalam sel baterai saat penggunaan. Fisik elektrolit umumnya berupa cairan/ larutan dimana molekul garam larut didalamnya.



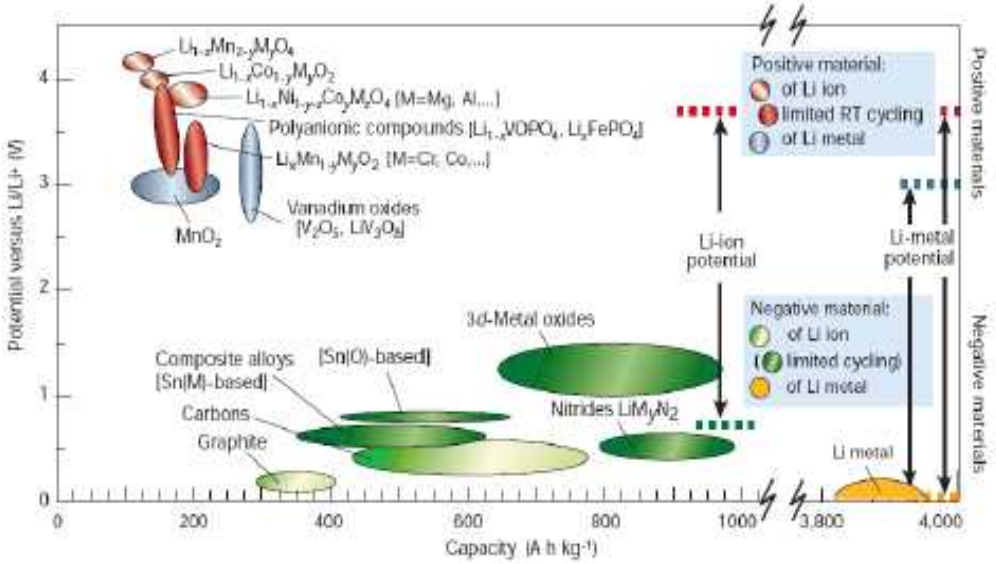
Gambar 2.1 Komponen pembentuk sel baterai (David, 2002)

Pemilihan kombinasi material katoda dan anoda dilakukan sedemikian rupa hingga didapatkan beda potensial yang tinggi. Pemilihan material elektroda dengan kapasitas listrik yang besar sangat diperlukan untuk dapat menghasilkan sel baterai dengan power yang memadai. Mengingat elektron akan dilepaskan/ terima oleh elektroda saat pengoperasian baterai, maka material katoda dan anoda juga harus bersifat elektron konduktif. Berbeda dengan material elektrolit yang merupakan media transfer ion, material ini harus bersifat ion konduktif semata. Sifat terakhir ini diperlukan agar tidak terjadi hubungan pendek antara katoda dan anoda yang menyebabkan terbuangnya energi listrik yang tersimpan berupa panas.

2.1.2 Sifat-sifat dasar baterai

Untuk sel ion litium yang dapat diisi ulang, istilah katoda dan anoda didefinisikan sebagai elektroda dengan potensial yang lebih tinggi dan potensial yang lebih rendah, pada masing-masing bagian. Biasanya, elektrokimia dari reaksi total sel lithium dapat diselidiki dengan menggunakan setengah sel

logam lithium sebagai perbandingan dan referensi elektroda, dilambangkan sebagai vs Li^+ / Li untuk kemudahan penelitian. Biasanya, bahan katoda menunjukkan potensial vs Li / Li lebih tinggi dari 2V, sedangkan bahan anoda menunjukkan potensial vs Li / Li lebih rendah dari 2V. Gambar 2.2 merangkum potensial elektrokimia dan kapasitas penyimpanan lithium ion dari kedua bahan anoda dan katoda.



Gambar 2.2 Bahan elektroda positif dan negatif generasi berikutnya dengan sel berbasis Li isi ulang (Tarascon dan Armand, 2001)

2.2 Baterai Ion Lithium

2.2.1 Pengertian umum

Baterai *lithium* pertama kali dipertunjukan awal tahun 1970 dan bersifat *non-rechargeable*, yang terdiri dari katoda $SOCl_2$ dan anoda *lithium metal*. Banyak peneliti terlibat dalam program untuk mengembangkan baterai *rechargeable* dan menemukan beberapa senyawa-senyawa *inorganic* yang dapat bereaksi dengan *lithium* dan sodium didalam siklusnya. Ini yang menyebabkan sistem baterai menggunakan *layered transition metal dichalcogenides* tahun 1972. Whittingham memulai proyek tersebut menggunakan TiS_2 sebagai katoda, Li metal sebagai anoda dan *lithium perchlorate* dalam *dioxolate* sebagai elektrolit. TiS_2 merupakan senyawa

interkalasi yang tersedia pada saat itu, memiliki struktur *layered-type* yang sangat menguntungkan, dan salah satu calon yang paling menjanjikan sebagai elekroda penyimpan energi dikarenakan ringan.

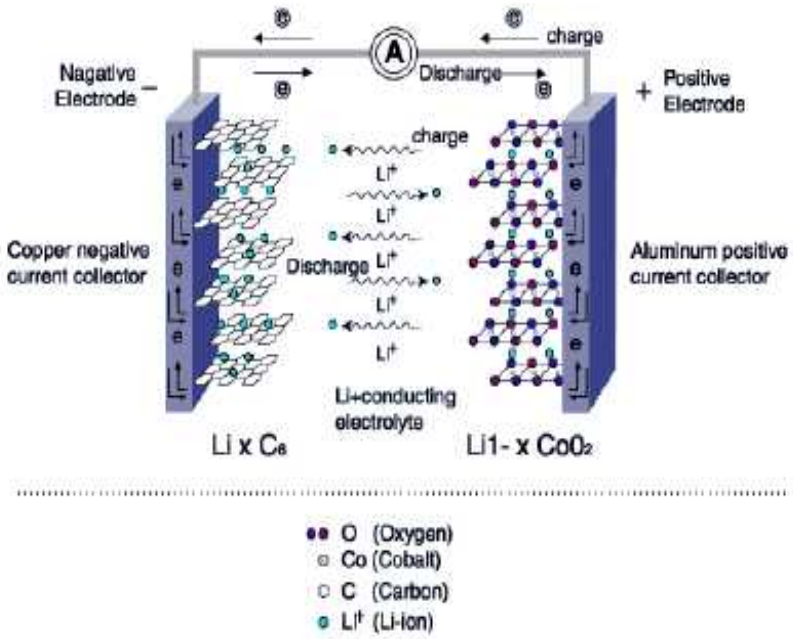
Meskipun elektrode positif (katoda) berjalan sempurna tetapi sistem tidak aman. Masalah keamanan, potensi rendah, dan biaya produksi yang tinggi dari bahan ini menyebabkan orang-orang mulai berpindah ke bahan oksida berlapis. *Molybdenum trioxide (MoO_3)* dan *vanadium pentoxide (V_2O_5)* yang merupakan permulaan awal pengembangan bahan oksida berlapis. *Molybdenum trioxide* (MoO_3) tidak dikembangkan karena *capability rate* yang rendah, sedangkan V_2O_5 telah diteliti selama 30 tahun. *Vanadium pentoxide* V_2O_5 memiliki struktur lapisan yang lemah antar ikatan lapisan *vanadium-oxygen*. Transisi *multi phase* dan kapasitas yang menurun dengan cepat karena *cycling* membuat material ini tidak cocok untuk aplikasi baterai *rechargeable*.

Pada tahun 1980, Goodenough dan rekan kerjanya menemukan Li_xMO_2 (M = Co, Ni atau Mn) merupakan senyawa yang cocok sebagai elektroda positif. $LiCoO_2$ memiliki struktur yang sama dengan lapisan *dichalcogenides* dan menunjukan bahwa *lithium* dapat *insert* dan *de-insert* melalui proses elektrokimia. Dengan demikian $LiCoO_2$ sangat menjanjikan sebagai bahan elektoda positif (katoda). Di lain hal penggunaan karbon sebagai anoda dalam *lithium-ion secondary battery* mempunyai sejarah yang menarik. Pada awal 1976 *lithium* masuk dalam *host lattice graphite* pada pelarut *non-aqueous* konvensional. Namun penyebaran dari *host lattice graphite* selama interkalasi/de-interkalasi tetap menjadi persoalan yang belum terselesaikan. Pencarian larutan baru terus dilakukan untuk mendukung sistem elektrolit, termasuk elektrolit polimer yang dapat menjamin reversibel interkalasi/ de-interkalasi yang dapat memperbaiki siklus hidup material *graphite* (Rachman, 2011).

2.2.2 Baterai *lithium ion rechargeable*

Dalam arus baterai *lithium-ion*, biasanya katoda (elektroda positif) terdiri dari bahan dengan struktur berlapis seperti *lithium metal oxide* dan anoda (elektroda negatif) terbuat dari material *graphite* berlapis karbon, seperti grafit

alam dan bahan karbon lainnya. Sebuah elektrolit yang bukan berupa cairan (misalnya $LiPF_6$ dalam etilen karbonat / dimetil karbonat (EC / DMC)) dengan separator atau gel polimer atau elektrolit polimer padat ditempatkan di antara dua elektroda untuk transfer ion. Sebuah diagram skematik dari proses *charge / discharge* dalam baterai *lithium-ion rechargeable* ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Prinsip operasi dari baterai ion lithium saat pengisian dan pemakaian (Wakihara, 2001)

Mekanisme dari baterai *lithium-ion rechargeable* dapat didasarkan dari aliran *ion lithium* dalam baterai antara anoda dan katoda dan pada saat yang sama, perpindahan elektron luar baterai (sirkuit eksternal) juga terjadi antara anoda dan katoda. *Ion lithium* termasuk dalam bahan katoda (seperti *lithium* oksida logam , $LiCoO_2$), sel-selnya pertama kali harus dibebani aliran listrik untuk memungkinkan *ion lithium* keluar dari bahan katoda. Selama proses pemakaian, ion-ion *lithium* keluar dari elektroda negatif dan masuk ke dalam elektroda positif melalui elektrolit. Proses perpindahan *lithium ion* dan elektron terjadi secara simultan dari reaksi, $Li \rightarrow Li^+ + e^-$, di mana katoda mengalami oksidasi dan anoda mengalami reduksi selama *discharge*. reaksi yang terlibat dalam proses pengisian dan pengosongan dijelaskan di bawah :

Pada elektroda positif :

$$LiMO_2 \longleftrightarrow Li_{1-x}MO_2 + x\ Li^+ + x\ e^- \quad (2.1)$$

Pada elektroda negatif:

$$6C + x\ Li^+ + x\ e^- \longleftrightarrow Li_xC_6 \quad (2.2)$$

Reaksi keseluruhan:

$$6C + LiMO_2 \longleftrightarrow Li_{1-x}MO_2 + Li_xC_6 \quad (2.3)$$

Namun elektroda harus memungkinkan kedua aliran ion lithium dan elektron, dengan demikian elektroda harus memiliki kedua konduktivitas ionik dan konduktivitas elektronik yang baik. Sederhananya, ion lithium (Li^+) bergerak bolak-balik antara katoda dan anoda pada pengisian dan pemakaian sehingga menimbulkan perbedaan potensial sekitar 4 V antara kedua elektroda, sedangkan kapasitas baterai tergantung pada jumlah *ion lithium* yang dapat diekstraksi dari bahan katoda. Nama "*lithium ion*" untuk baterai ini berasal dari mekanisme yang sederhana, yaitu transfer *ion lithium* antara anoda dan katoda.

2.2.3 Karakteristik anoda baterai *lithium ion rechargeable*

Anoda terdiri dari 2 bagian yaitu bagian pengumpul elektron dan material aktif. Untuk bagian pengumpul elektron biasanya menggunakan lapisan film tembaga selain karena stabil harganya pun relatif murah. Sedangkan pada bagian material aktif, tidak menggunakan logam *lithium* secara langsung, namun menggunakan material karbon. Kelemahan utama dari material karbon ini, adalah 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 dengan saat proses pengisian. Kunci dari pengembangan anoda ini adalah tidak hanya pada kepadatan energi yang tinggi namun juga siklus pemakaian *(cyclability).*

Beberapa karakteristik yang harus dipenuhi suatu material yang digunakan sebagai anoda antara lain material tersebut terdiri dari ion yang mudah melakukan reaksi reduksi dan oksidasi, memiliki konduktifitas 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. (www.lithiumindonesia.org). Salah satu bahan yang sedang dikembangkan dan direkomendasikan untuk bahan pembuat anoda untuk baterai *lithium ion rechargeable* adalah oksida besi III atau Fe_2O_3. Bahan Fe_2O_3 (hematit) dikembangkan karena memiliki kapasitas spesifik yang lebih tinggi sekitar 926 mAh/g dibandingkan bahan yang biasa digunakan sebagai anoda baterai *lithium ion rechargeable* yaitu grafit. Secara teori grafit memiliki kapasitas spesifik yang lebih rendah yaitu 372 mAh/g (P. Poizot, 2000).

2.2.4 Kapasitas spesifik baterai *lithium ion rechargeable*

Untuk mendapatkan bahan elektroda yang berfungsi optimal dalam penggunaan maupun pengisian ulang, maka dibutuhkan suatu parameter yang meninjau dari besarnya arus yang dapat disimpan. Parameter ini disebut kapasitas spesifik *(specific capacity)* dengan satuan mAh/g yang didefinisikan sebagai besarnya arus yang dapat disimpan per berat bahan untuk tiap satuan waktu. Untuk sebuah anoda, semakin tinggi nilai SC suatu material pembentuk anoda berarti semakin cepat durasi pengisian sebuah baterai. Sedangkan Katoda, semakin tinggi nilai SC suatu material pembentuk katoda berarti semakin cepat durasi pemakaian baterai tersebut. Parameter kehandalan suatu ion litium ditentukan dari tingginya nilai SC anodanya dan rendahnya nilai SC katodanya yang berarti baterai tersebut memiliki durasi pengisian yang cepat dan durasi pemakaian yang lama.

Katoda yang berbahan LiCoO2 memiliki sc sebesar 140mAh/g dan anoda yang berbahan grafit memiliki SC sebesar 372 mAh/g. Nilai ini lebih kecil dibanding anoda yang berbahan Fe_2O_3 dengan SC mencapai 926 mAh/g

2.3 Bahan Anoda Fe_2O_3 *(hematite)*

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 konduktifitas 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 menyebabkan baterai memiliki durasi pengisian yang cepat dengan durasi pemakaian yang lama.

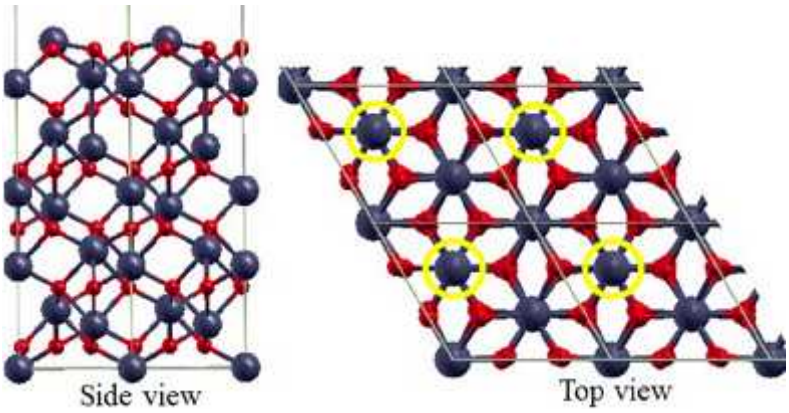
Tabel 2.2 Eksperimen potensial dan kapasitas teoritik dari metal oksida

Metal oxides		E (V)	Q_s ($mAhg^{-1}$)
Cobalt oxides	Co_3O_4	1.1	890
Chromium oxides	Cr_2O_3	0.2	1058
Copper oxides	CuO	1.4	674
Iron oxides	Fe_2O_3	0.8	1005
	Fe_3O_4	0.8	926
Manganese oxides	MnO_2	0.4	1233
Molybdenum oxides	MoO_3	0.45	1117
Zinc oxides	ZnO	0.5	658

Sumber : Wang, 2014

Fe_2O_3 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 pembuatanya 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 Fe_2O_3 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 Fe_2O_3 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/cm^3 saat berupa padatan dengan titik lebur mencapai 1566 ^oC. Fe_2O_3 yang paling umum ialah dalam bentuk α-Fe_2O_3 dangan struktur kristal rhombohedral. Senyawa ini bersifat antiferromagnetic pada suhu dibawah 260 K



Gambar 2.4 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 menunjukan jika parameter reaksi memiliki efek penting terhadap pembentukan morfologi, beberapa parameter antara lain suhu hidrothermal, penambahan zat glycine dan waktu hidrothermal (Wang dkk, 2014)

2.4 Metode pembuatan Fe_2O_3

Salah satu cara sintesa Fe_2O_3 dilakukan dengan metode *hydrothermal*. Kata *hydrothermal* berasal dari bahasa Yunani yaitu *hydros* yang berarti air dan *termos* yang berarti panas. Tetapi Byrappa dan Yoshimura (2001) mendefinisikan *hydrothermal* sebagai reaksi kimia heterogen dengan adanya pelarut (baik itu *aqueous* maupun *non-aqueous*) pada suhu ruang dan pada tekanan yang lebih besar dari 1 atm dalam sistem tertutup.

Proses *hydrothermal* untuk mendapatkan Fe_2O_3 dengan cara mencampurkan reagen-reagen pembentuk Fe_2O_3 dengan rasio tertentu kemudian dilakukan pencampuran dengan pengadukan pada temperatur kamar, pencampuran ini dilakukan dengan penambahan *mother liquor* (biasanya air). Kemudian dilanjutkan dengan pemanasan oven dengan temperatur sekitar 160-180° dalam beberapa waktu, setelah itu hasilnya dicuci dengan alkohol beberapa kali. Hasil dari proses ini biasanya akan berukuran nano.

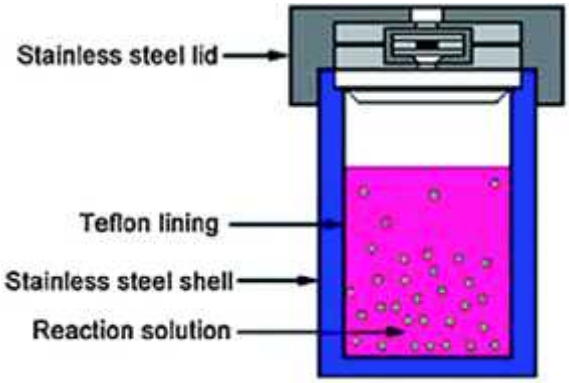
2.5 Metode Hidrotermal

Hidrotermal terbentuk dari kata *hydro* yang berarti air dan *thermal* yang berarti panas, sehingga dapat diartikan metode *hydrothermal* menggunakan panas dan air yang sifatnya merubah larutan menjadi padatan. Pada praktiknya, metode ini melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup (*autoclave*) menggunakan air. Dalam wadah tertutup, tekanan meningkat dan air tetap sebagai cairan.

Metode *hydrothermal* (penggunaan air sebagai pelarut di atas titik didihnya) harus dilakukan pada sistem yang tertutup untuk mencegah hilangnya pelarut saat dipanaskan di atas titik didihnya. Jika pemanasan ini mencapai di atas

titik didih normalnya, yaitu 373 K maka disebut *"super heated water"*. Kondisi saat tekanan meningkat di atas tekanan atmosfer dikenal sebagai kondisi *hydrothermal*. Kondisi *hydrothermal* terdapat secara alamiah dan beberapa mineral seperti zeolit alam terbentuk melalui proses ini (Ismagilov, 2012).

Sintesis *hydrothermal* merupakan teknik atau cara kristalisasi suatu bahan atau material dari suatu larutan dengan kondisi temperatur dan tekanan tinggi. Sintesis *hydrothermal* secara umum dapat didefinisikan sebagai metode sintesis suatu kristal yang sangat ditentukan oleh kelarutan suatu mineral dalam air dengan temperatur maksimal (temperatur pada alat 400°C) dan bertekanan tinggi (tekanan maksimal pada alat 400 bar).



Gambar 2.5 Skema *teflon lined stainless steel autoclave* yang digunakan dalam proses hidrotermal (Feng Xu, 2011)

Proses pelarutan dan pertumbuhan kristalnya dilakukan dalam bejana yang dinamakan *autoclave*, yaitu berupa wadah terbuat dari baja yang tahan pada temperatur dan tekanan tinggi. Pada Gambar 2.6 ditunjukkan skema *teflon lined stainless steel autoclave* yang digunakan dalam proses hidrotermal. Pertumbuhan kristal terjadi karena adanya gradien temperatur yang diatur sedemikian rupa sehingga pada bagian yang lebih panas akan terjadi reaksi larutan, sedangkan pada bagian yang lebih dingin terjadi proses supersaturasi dan pengendapan kristal. Teknologi ini dikenal dengan metode *hydrothermal* (Agustinus, 2009).

Dalam setiap sistem *hydrothermal* atau reaksi, terbatas pada salah satu dari proses yang diuraikan oleh pelarut di bawah pengaruh temperatur dan tekanan. Air adalah pelarut paling mudah dan sering digunakan sebagai bahan *hydrothermal*.

Penelitian *hydrothermal* berawal dari studi tentang sistem alam oleh para ilmuwan geologi, mineral dan cadangan bijih melalui simulasi laboratorium kondisi yang ada di kerak bumi.

2.6 Elektrolit

Baterai Ion Lithium telah banyak digunakan sebagai sumber tenaga untuk berbagai macam peralatan. Pada Baterai Ion Lithium terdapat 4 bagian utama yang salah satunya adalah bagian elektrolit.

Kebanyakan elektrolit yang digunakan pada Baterai Ion Lithium adalah $LiPF_6$, karena memberikan konduktivitas ionic sebesar 10^{-3} S/cm, memiliki jumlah transfer ion lithium 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	Keterangn
Litium hexafluorophosphate	$LiPF_6$	151.9	H_2O(15ppm)	Paling umum digunakan
Litium tetrafluoroborate	$LiBF_4$	93.74	H_2O(15ppm) HF (75ppm)	Hygroscopic lebih rendah dari LiPF6
Litium perchlorate	$LiCIO_4$	106.39	H_2O(15ppm) HF(75ppm)	Ketika kering, kurang stabil dibanding alternatif
Litium hexafluoroarsenate	$LiAsF_6$	195.85	H_2O(75ppm) HF(15ppm)	mengandung arsenik
Litium triflate	$LiSO_3CF_3$	387	N/A	Al korosi dibawah 2.8 stabil untuk air
Litium bisperfluoroethanesulfonimide (BETI)	$LiN(SO_2C_2F_3)_2$	387	N/A	Tidak Al korosi dibawah 4.4 v, stabil untuk air

Sumber: David dkk, 2002

2.7 Hasil Penelitian Sebelumnya

Untuk dapat memperbaiki kelemahan yang dimiliki Fe2O3 berbagai penelitian telah dilakukan diantaranya dengan melakukan coating, hingga membuat komposit. Salah satu teknik yang cukup populer yakni dengan melakukan rekayasa terhadap morfologi dari Fe_2O_3. Pada Tabel 2.4 ditunjukkan beberapa penelitian tentang pembuatan Fe_2O_3 dengan proses sintesis *hydrothermal*.

Tabel 2.4 Tabel Penelitian Sebelumnya Sintesa Anoda Fe_2O_3

No	Peneliti		Variasi	Hasil
1	Shuangling Jin dkk, (2010)	*Prekursor*	$FeCl_3.6H_2O$	*(N450)
			Hexamethylene tetramine	Cycle = 150
			Ethylene glycol	Kapasitas =1030mAh/g
		Temperatur *hydrothermal*	160 ^oC	*(N600)
		Temperatur kalsinasi	450 ^oC	Cycle = 150
			600 ^oC	Kapasitas =610mAh/g
				*(A450)
				Cycle = 150
				Kapasitas =1150mAh/g
2	Hong-gui Deng dkk, (2014)	*Prekursor*	$FeCl_3.6H_2O$	Sampel I
			Hexamethylene tetramine	Kapasitas =227mAh/g
			Ethylene glycol	Berbentuk flower-like
		Temperatur *hydrothermal*	160 ^oC	
		Waktu tahan *hydothermal*	6 jam	
			9 jam	
		Hexamethylene tetramine	0.25 gr	
			1 g	
			2 g	

3	Jingjing Zhang, (2012)	*Prekursor*	$FeCl_3.6H_2O$ Lycine $FeCl_3.6H_2O$	*Lycine Kapasitas =705mAh/g Cycle = 140
		Temperatur *hydrothermal*	180 ^oC	Densitas arus =100mAh/g
		Waktu tahan *hydothermal*	4 Jam 8 Jam 12 Jam	
4	Shibing Nia, (2011)	*Prekursor*	$(NH_4).2Fe(SO_4)_2$ Hexamethylene tetramine NaF Distiled water	Kapasitas discharge awal =1082mAh/g dan 1166 mAh/g Kapasitas charge awal =881mAh/g dan 813 mAh/g
		Temperatur *hydrothermal*	90 ^oC	
		Waktu tahan *hydothermal*	10 Jam	
		Temperatur *hydrothermal*	180 ^oC	
		Waktu tahan *hydothermal*	12 Jam	
5	Chao Wu, dkk, (2013)	*Prekursor*	$FeCl_3$ CNTs Ethylene glycol NaAc	Cycle = 70 Kapasitas =852,9mAh/g Berbentuk hollowsphere ukuran 100-300nm
		Temperatur *hydrothermal*	180^oC	Cycle = 70
		Waktu tahan *hydothermal*	12 Jam	Kapasitas =1153,8mAh/g Berbentuk hollowsphere ukuran 400-600nm

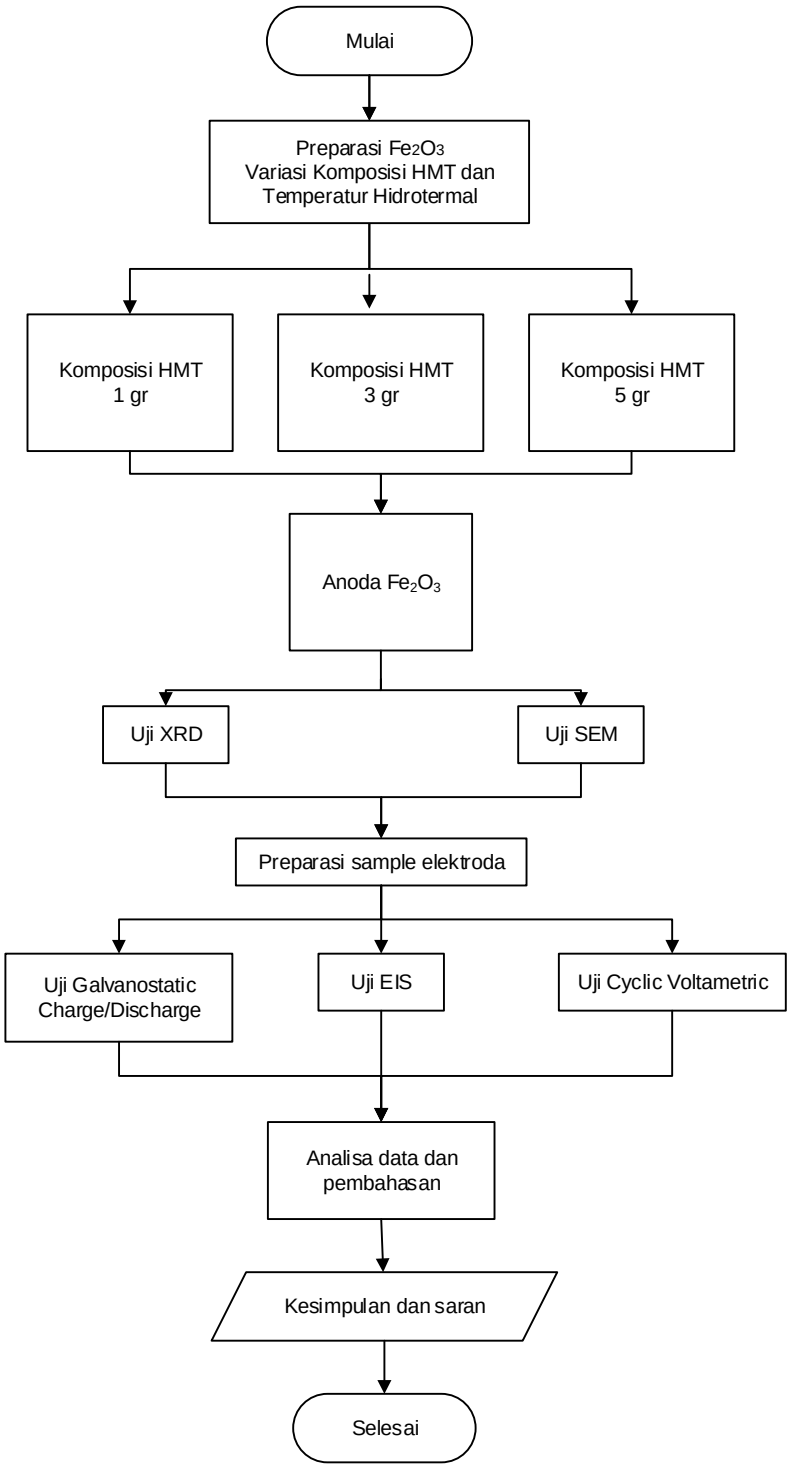
6	Dika Anggara, (2015)	*Prekursor*	$FeCl_3.6H_2O$ Hexamethylene tetramine Ethylene glycol	Kapasitas =644 mAh/g dengan temperatur *hydrothermal* 170 °C dan temperatur kalsinasi 550 °C
		Temperatur *hydrothermal*	160 ^oC 170 ^oC 180 ^oC	
		Temperatur kalsinasi	450 ^oC 500 ^oC 550 ^oC	
7	Eriek Aristya, (2015)	*Prekursor*	$FeCl_3.6H_2O$ Glycin Ammonia	Kapasitas =634 mAh/g dengan temperatur *hydrothermal* 160 °C dan komposisi glycin 9 mmol
		Temperatur *hydrothermal*	140 ^oC 160 ^oC 180 ^oC	
		Glycin	3 mmol 6 mmol 9 mmol	

Berdasarkan penelitian-penelitian di atas, didapatkan nilai kapasitas spesifik yang tinggi pada penelitian yang dilakukan oleh Shuangling Jin yakni sebesar 610-1150 mAh/g dengan *cycle life* sebanyak 150 *cycle* maka dalam penelitian ini akan digunakan bahan $FeCl_3$ dan *ethylene glycol* sebagai bahan pembentuk Fe_2O_3 serta *hexamethylenetetramine* (HMT) sebagai agen kontrol hidrolisis selama proses sintesa berlangsung Diharapkan dengan menggunakan beberapa bahan tersebut dapat menghasilkan nilai kapasitas dan kemampuan *cyclic* yang lebih baik dari sebelumnya. Dengan menambahkan *hexamethylenetetramine* (HMT) lebih tinggi daripada penelitian sebelumnya.

BAB 3

METODA PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.2 Bahan & Alat

3.2.1 Bahan dan alat pembuatan anoda Fe_2O_3 (hematit)

Bahan:

- 0.4 gr serbuk $FeCl_3.6H_2O$
- 1.0 gr *hexamethylenetetramine* (HMT) Merck
- 60 mL *ethylene glycol*

Alat:

- Neraca digital *Mettler Toledo*
- *Beaker glass* 100 mL
- Kaca arloji
- Spatula
- Gelas ukur
- Pipet tetes
- *Furnace Thermolyne*
- *Magnetic stirrer*
- *Autoclave*

3.2.2 Bahan dan alat pembuatan *working electrode*

Bahan:

- *Active material* Fe_2O_3
- *Acetylene black*
- *Polyvinylidene difluoride (PVDf)*, ketiga bahan dicampur dengan rasio (75 : 15 : 10)

Alat:

- Neraca digital *Mettler Toledo*
- *Beaker glass* 100 mL
- Gelas ukur
- Pipet tetes
- *Furnace Thermolyne*
- *Magnetic stirrer*

3.2.3 Bahan dan alat pembuatan larutan elektrolit

Bahan:

- 1M $LiPF_6$
- Ethylene carbonate (EC)
- Dimethyl carbonate (DMC)
- Diethyl carbonate (DEC), ketiga bahan dicampur dengan ratio (1:1:1 dalam berat %)

Alat:

- Neraca digital *Mettler Toledo*
- *Beaker glass* 50 ml
- Gelas ukur
- Pipet tetes

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi anoda Fe_2O_3

Bahan dasar anoda Fe_2O_3 adalah $FeCl_3.6H_2O$ dan *hexamethylenetetramine* (HMT) yang dibuat dengan menggunakan metode hidrotermal. Proses pembuatannya yaitu dengan melarutkan $FeCl_3.6H_2O$ 0,4 gr dan variasi *hexamethylenetetramine* 1 gr, 3 gr, dan 5 gr ke dalam 60 ml *ethylene glycol* dan diaduk sampai homogen pada *magnetic stirrer*, kemudian dimasukkan ke dalam *autoclave,* lalu dipanaskan di dalam *muffle furnace* selama 6 jam pada temperatur 160°C. Setelah selesai, dilakukan proses pendinginan sampai temperatur ruang (27°C). Campuran tersebut kemudian disentrifugasi dan dicuci dengan alkohol beberapa kali sebelum dikeringkan pada oven selama semalam pada temperatur 60°C. Langkah berikutnya *green alkoxide* dikalsinasi pada temperatur 450°C selama 3 jam untuk menghasilkan serbuk berwarna merah.

3.3.2 Preparasi w*orking electrode*

Elektroda kerja dibuat dengan mendispersikan *N-methyl-2-pyrrolidone* (NMP) yaitu diperoleh dari campuran bahan aktif, *acethylene black*, dan polyvinylidene difluoride (PVDF) pada rasio persen berat 75:15:10. Campuran

tersebut kemudian disisipkan ke sebuah foil tembaga dan dikeringkan dalam vakum pada 120◦C selama semalam.

3.3.3 Preparasi larutan elektrolit

Pengerjaan larutan elektrolit dilakukan dengan cara melarutkan 1 M $LiPF_6$ ke dalam ethylene carbonate (EC) / dimethyl carbonate (DMC) / diethyl carbonate (DEC) (1: 1: 1, dalam% berat) kemudian diaduk secara merata sampai ketiga bahan tersebut terlarut dengan sempurna.

3.3.4 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 LiPF6 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 full cell sudah siap untuk diuji performa elektrokimianya

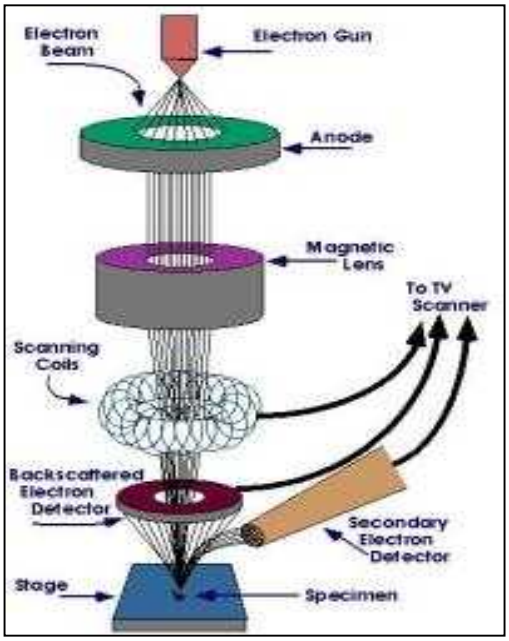
3.4 Karakterisasi Fe_2O_3

Pada penelitian ini, dilakukan karakterisasi awal Fe_2O_3 menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi dan *X-Ray Difraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristalnya.

3.4.1 *Scanning Electron Microscope* (SEM)

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 *condencing lenses* dan pancaran elektron akan diperkuat dengan 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*. Mekanisme kerja SEM ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Mekanisme kerja SEM

Gambar 3.3 *Scanning Electron Microscope* (SEM)

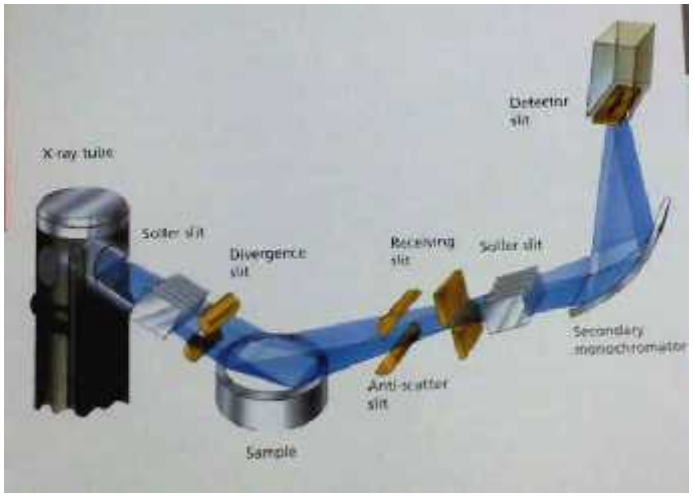
Beragam pembesaran, dari sekitar 10 kali hingga 100.000 kali. *Back scattered Electron* (BSE) adalah dimana elektron yang tercermin dari sampel oleh hamburan elastis. BSE sering digunakan dalam analisis SEM dengan spektrum yang terbuat dari sinar-X. Gambar BSE dapat memberikan informasi tentang distribusi unsur-unsur yang berbeda dalam sampel. Untuk alasan yang sama, BSE dapat mencitrakan gambar koloid emas immuno-label dari diameter 5 - 10 nm yang sulit untuk dideteksi dalam gambar elektron sekunder. Sinar-X dipancarkan ketika menghapus berkas elektron sebuah permukaan elektron dari sampel, menyebabkan energi elektron yang lebih tinggi untuk mengisi permukaan dan melepaskan energi. Sinar-X ini digunakan untuk mengidentifikasi dan mengukur komposisi dalam sampel

Dalam penelitian ini, SEM digunakan untuk mengkarakterisasi morfologi serta ukuran partikel dari material Fe_2O_3 yang telah dikalsinasi pada temperatur 450°C. Mesin SEM yang akan digunakan seperti pada Gambar 3.3 tersedia di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, ITS.

3.4.2 *X-Ray Diffraction* (XRD)

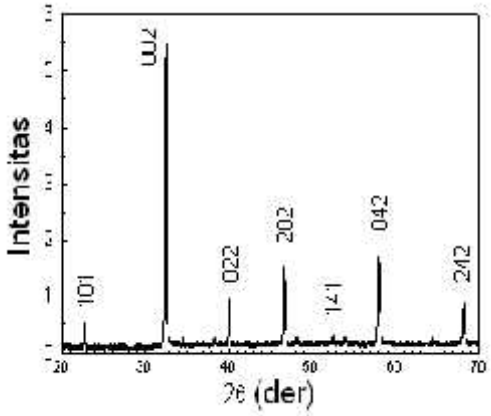
Pengujian XRD ini adalah sebuah pengujian yang dilakukan untuk mengetahui senyawa/unsur (analisis kualitatif) yang terbentuk pada sampel dan penentuan komposisi sampel (analisis kuantitatif). Analisis yang dilakukan berhubungan dengan pengujian lain, misalnya SEM atau TEM. Pengamatan dengan mikroskop 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 3.4, yaitu generator tegangan tinggi yang berfungsi sebagai pembangkit daya sumber sinar-X pada bagian *x-ray tube*. Sampel padat dan 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.



Gambar 3.4 Skema kerja *X-Ray Diffraction* (XRD)

Sampel dianalisis menggunakan XRD dengan mesin *Panalytcal* seperti ditunjukkan pada Gambar 3.4. Data dan grafik hasil pengujian XRD selanjutnya dicocokkan dengan menggunakan JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*) untuk mengetahui struktur kristal yang sesuai. Hasil pengujian XRD berupa grafik antara intensitas dan sudut pengukuran (2θ) seperti pada Gambar 3.5 Puncak-puncak difraksi menunjukkan fasa yang harus diidentifikasi (dibahas pada analisis kualitatif dan interpretasi hasil).



Gambar 3.5 Contoh grafik hasil pengujian *XRD*

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 Instrumen
1	Posisi puncak (2θ)	- Fasa kristal/identifikasi - Struktur kristal - Parameter kisi - Regangan seragam	- Kesalahan 2θ - Ketidaktepatan penempatan sampel
2	Tinggi puncak (intensitas)	- Identifikasi - Komposisi - Hamburan tak koheren - *Extinction* - *Preferred orientation*	
3	Lebar dan bentuk puncak	- Ukuran kristal (bukan partikel atau *grain*) - Distribusi ukuran	- Duplet radiasi - Divergensi aksial - Kedataran permukaan sampel

Sumber: Pratapa, 2004

Interpretasi konstruktif radiasi sinar-X yang elah 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 3.5. 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 Schrerrer yang ditunjukkan pada Persamaan (3.1).

$$D = \frac{0.9\,\lambda}{B\cos\theta} \tag{3.1}$$

dimana:

D : Ukuran kristal (Å)

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

B : *Full Widhth at Half Maximum* (rad); (1°=0.0174 rad)

θ : Sudut Bragg (^{o})

Analisis lanjut yang dilakukan adalah analisis kuantitatif dan identifikasi fasa. Hasil analisis tersebut akan memberikan gambaran kondisi pengukuran serta sifat-sifat kristal, yaitu: posisi, tinggi dan lebar, serta puncak difraksi. Untuk menentukan puncak nilai regangan *micro strain* (ε) dengan menggunakan Persamaan (3.2).

$$\varepsilon = \frac{B}{4(\tan\theta)} \tag{3.2}$$

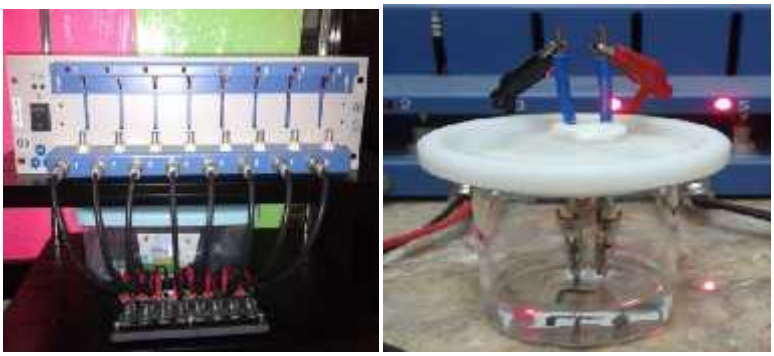
Seluruh sampel substrat dianalisis dengan menggunakan alat XRD PANalytcal seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.6 dan dicocokkan dengan *Joint Committee of Powder Difraction Standard* (JCPDS). Mesin XRD PANalytcal yang akan digunakan telah tersedia di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, ITS.

Gambar 3.6 Mesin *XRD PANalytcal*

3.5 Analisa Performa Elektrokimia Anoda Fe_2O_3

3.5.1 Pengujian g*alvanostatic charge-discharge*

Pengujian charge discharge digunakan untuk mengetahui kemampuan suatu material untuk menyimpan energi. Kapasitas energi 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 x t, dimana I adalah kerapatan arus dan t adalah waktu. Spesifikasi mesin *charge – discharge* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7 Galvanostatic Charge/Discharge (Neware Battery Testing System)

3.5.2 Pengujian *cyclic voltametric*

Voltametri 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 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*). Spesifikasi mesin *cyclic voltametric* seperti yang ditunjukkan pada Gambar

Gambar 3.8 Alat cyclic voltammetry AutoLab PGSTAT tipe 302N Metrohm

3.5.3 Pengujian *electrochemical impedance spectroscopy* (EIS)

Pengujian *Electrical Impedance Spectroscopy* (EIS) dilakukan pada sel baterai lithium ion dengan anoda Fe_3O_4 dengan frekuensi 20.000-0.1 Hz, anoda lithium metal dan elektrolit 1M $LiPf_6$. Data yang didapat berupa grafik *Nyquist plot* dengan sumbu x adalah tahanan real dan sumbu y adalah nilai tahanan dalam bilangan imajiner. Pengujian EIS dilakukan pada koin sel baterai lithium CR2032 setelah dilakukan pengujian CV dan *charge discharge*.

Dua teknik elektroanalitik sebelumnya, di mana nilai yang terukur adalah saat ini selama pengenaan scan potensial dan lain respon potensial di bawah dikenakan arus konstan, hasil dari respon listrik untuk perubahan impedansi pada antarmuka elektroda-elektrolit. Sebuah teknik yang lebih langsung untuk mempelajari proses elektroda dan untuk mengukur perubahan impedansi listrik dari elektroda dengan impedansi elektrokimia spektroskopi (EIS). Untuk berhubungan impedansi dari antarmuka elektroda-elektrolit untuk parameter elektrokimia, perlu untuk membangun sebuah sirkuit yang setara untuk mewakili karakteristik dinamis dari antarmuka.

3.6 Perencanaan Penelitian dan Pengujian

Perencanaan penelitian ini dibuat untuk menyesuaikan kerja terhadap penelitian yang sudah dirancang dengan kesesuaian hasilnya. Untuk rancangan pengujian pembuatan anoda Fe_2O_3 ditunjukkan pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Perencanaan pengujian anoda Fe_2O_3

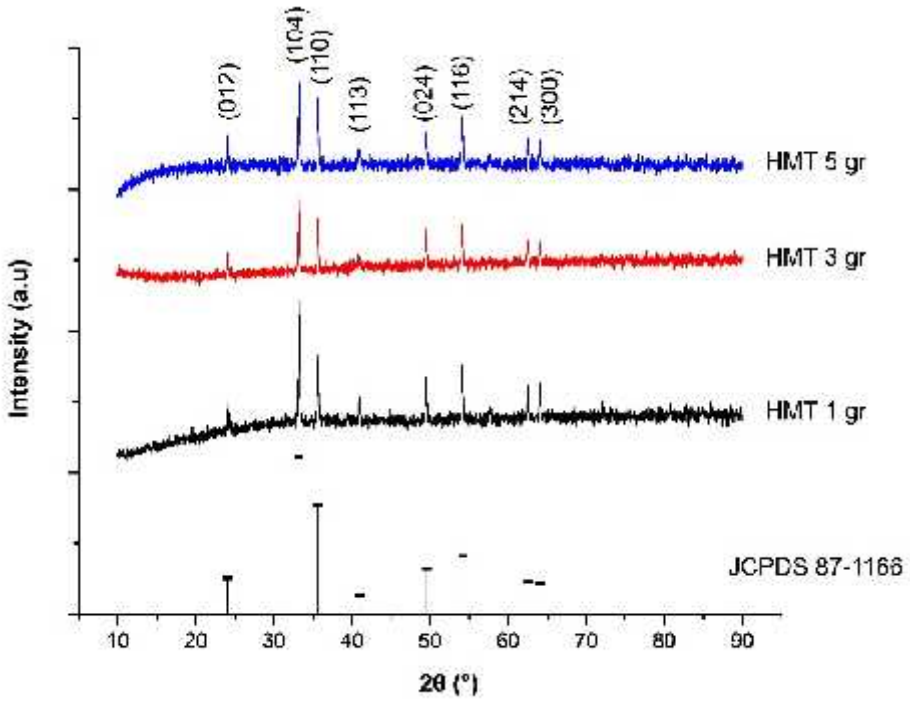
Temperatur Hidrotermal	Komposisi HMT	Karakterisasi Material		Elektrokimia Baterai Ion Lithium		
		XRD	SEM	Charge/Discharge	CV	EIS
160	1	v	v	v	v	v
	3	v	v	v	v	v
	5	v	v	v	v	v

BAB 4
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

4.1.1 Hasil karakterisasi XRD Fe_2O_3 pada temperatur hidrotermal 160°C dengan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr

Pola hasil uji XRD pada Gambar 4.1 ditunjukkan hasil proses hidrotermal temperatur 160°C dengan variasi komposisi HMT 1, 3, 5 gr telah berhasil sesuai dengan standar JCPDS 87-1166 yang merupakan *standar pattern* dari senyawa Fe_2O_3 yang dapat diamati di bawah ini :



Gambar 4.1 Perbandingan Hasil Pengujian XRD Serbuk Fe_2O_3 dengan Variasi Komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr pada Temperatur Hidrotermal 160°C

Dari hasil karakterisasi XRD, semua puncak difraksi terindeks sebagai oksida besi besi Fe_2O_3 (hematite) dengan sistem kristal Rhombohedral pada space group R-3c, hal ini berdasakan standar JCPDS 87-1166 dengan tiga puncak difraksi yang dominan, yakni dengan notasi (h k l) (1 0 4) pada 2θ=33,159° dan (1 1 0) pada 2θ=35,633°.

Pada Gambar 4.1 juga terlihat tidak terdapatnya puncak lain sebagai pengotor, hal ini menunjukan jika sample yang diperoleh memiliki kemurnian yang tinggi. Kristalinitas dari serbuk Fe_2O_3 juga mengalami perubahan akibat dilakukan variasi komposisi HMT saat proses sintesa dengan menggunakan metode hidrothermal. Hal ini terlihat pada Gambar 4.1 dimana intensitas XRD yang terbentuk pada komposisi HMT 1 gr jauh lebih tinggi dengan peningkatan intensitas sangat terlihat pada bidang (1 0 4) dan (1 1 0). Perbedaan intensitas ini dapat diamati dengan melihat nilai dari Full Width Half Maximum (FWHM) pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perhitungan Ukuran Kristal Fe_2O_3 Menggunakan Persamaan *Debye Schrerrer* pada Variasi Komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr.

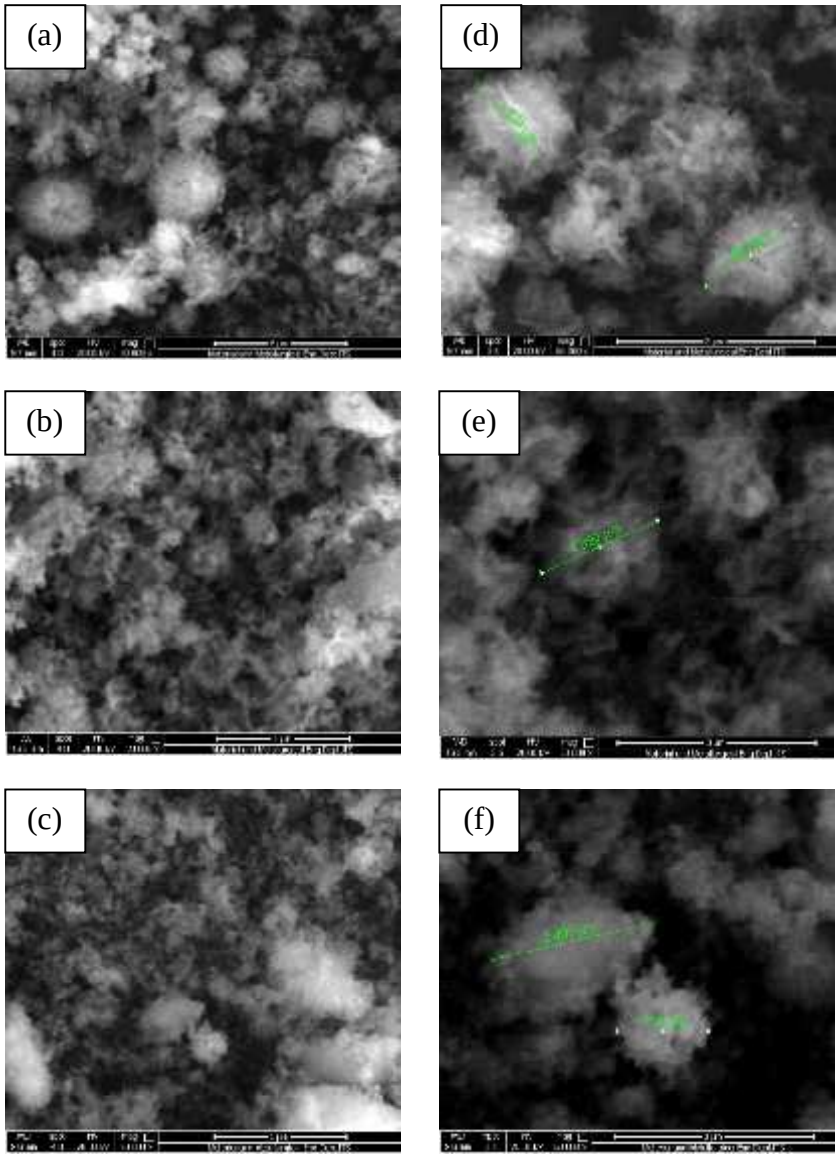
Komposisi HMT (gr)	θ (°)	FWHM	Cos θ	D (Å)	1° (rad)	D (nm)
1	16,5877	0,1004	0,9584	825,7572	0,01745	82,5757
3	16,5734	0,1338	0,9585	619,5806	0,01745	61,9581
5	16,5670	0,0669	0,9585	1239,1197	0,01745	123,9120

Dari data hasil XRD pada Tabel 4.1 terlihat perbedaan nilai 2θ dan FWHM pada masing-masing sampel, berdasarkan data tersebut dapat diperoleh besar ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer. Kemudian didapati ukuran kristal pada masing – masing variasi komposisi HMT, yakni untuk komposisi HMT 1 gr ukuran kristalnya mencapai 85,5757 nm. Pada variasi komposisi HMT 3 gr ukuran kristal sebesar 61,9581 nm dan untuk variasi komposisi HMT 5 gr memiliki ukuran kristal 123,9120 nm.

4.2 Hasil Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM)

4.2.1 Hasil karakterisasi SEM Fe_2O_3 pada temperatur hidrotermal 160°C dengan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr dan 5 gr

Diperlihatkan pada Gambar 4.2, hasil SEM serbuk Fe_2O_3 dengan temperatur hidrotermal 160°C dan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr dan 5 gr diperlihatkan pada dengan perbesaran 10000x yang kemudian diperbesar kembali dengan perbesaran 50000x pada titik tertentu.



Gambar 4.2 Perbandingan Gambar SEM Serbuk Fe_2O_3 pada Temperatur Hidrotermal 160°C dengan Variasi Komposisi HMT (a) 1 gr (b) 3 gr dan (c) 5 gr Perbesaran 20000x dan Variasi Komposisi HMT (d) 1 gr (e) 3 gr dan (f) 5 gr Perbesaran 50000x

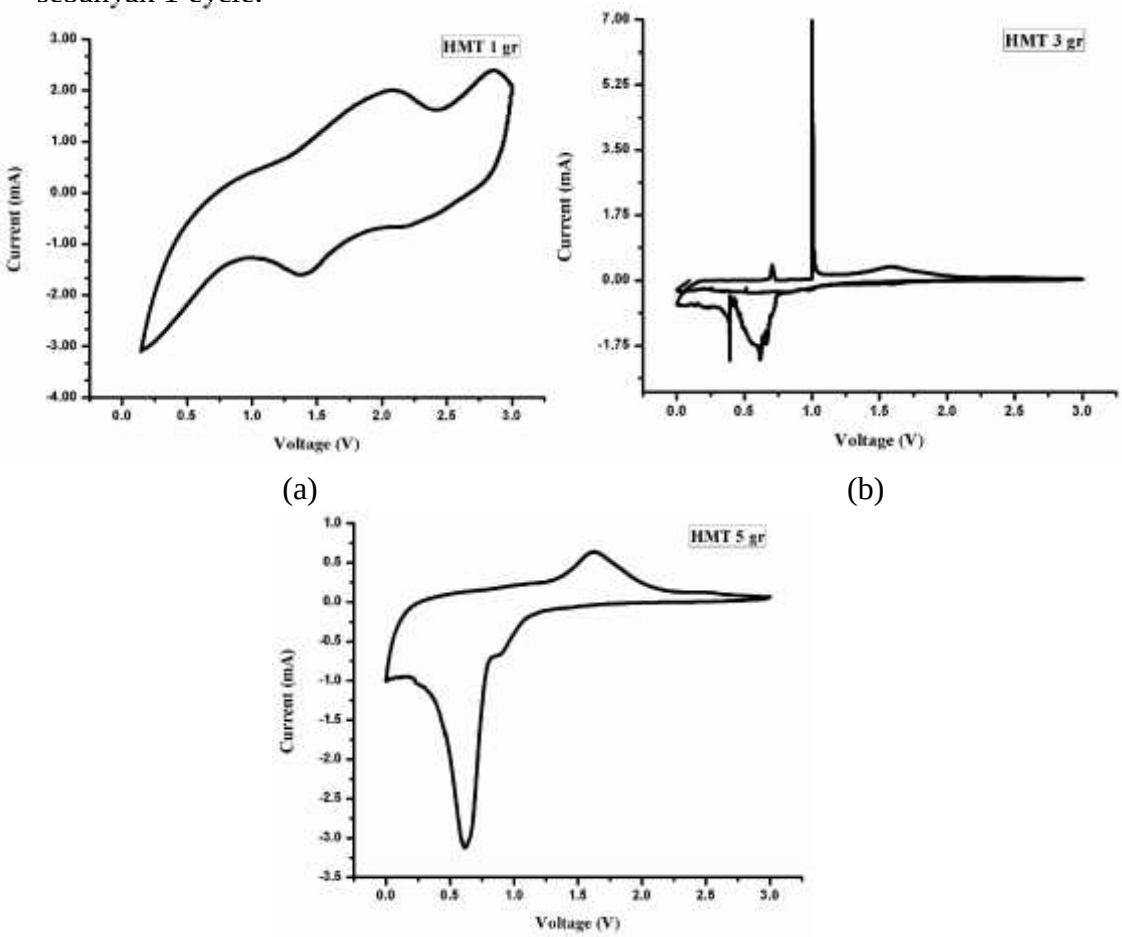
Gambar 4.2(a) menunjukkan morfologi dari Fe_2O_3 dengan komposisi HMT 1 gr yang berbentuk menyerupai bola dalam satuan ukuran mikro (*micro ball*). Ukuran partikel pada variasi ini sekitar 1,5-1,7µm. Gambar 4.2(b) morfologi Fe_2O_3 dengan komposisi HMT 3 gr, teraglomerasi dengan ukuran partikel antara 1,7-1,9µm. Lalu pada komposisi HMT 5 gr yang ditunjukkan pada Gambar 4.2(c), morfologi yang terbentuk dengan ukuran partikel antara

1,3µm–2,5µm. Hal ini menunjukkan, dengan bertambahnya komposisi HMT yang digunakan maka akan memperbesar ukuran partikel dan menyeragamkan bentuknya.

4.3 Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV)

4.3.1 Hasil pengujian CV Fe_2O_3 dengan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr pada temperatur hidrotermal 160°C

Pada Gambar 4.3 diperlihatkan hasil CV sampel Fe_2O_3 dengan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr pada temperatur hidrotermal 160°C. Cycle Voltametri diukur antara rentang 0.1-3.0V dengan scane rate 0.05 mV/s sebanyak 1 cycle.



Gambar 4.3 Hasil Pengujian CV Sampel Fe_2O_3 dengan Komposisi HMT (a) 1 gr (b) 3 gr dan (c) 5 gr pada Temperatur Hidrotermal 160°C

Pada sampel dengan komposisi 1 gr menunjukkan puncak reduksi antara *range* tegangan 1,2–1,6 V. Adanya puncak reduksi pada tegangan antara 1,2–1,6 V menandakan terjadi proses interkalasi pada rangkaian baterai koin CR2032. Puncak-puncak reduksi yang terjadi pada *range* potensial 1,91 V berkaitan hal ini berhubungan dengan penyisipan ion lithium kedalam struktur kristal Fe_2O_3 dimana terjadi pengurangan Fe^{3+} menjadi Fe^0 dan reaksi reduksi irreverseible dari elektrolit (Larcher, 2003).

Kemudian juga terbentuk puncak oksidasi pada titik tegangan 1,91–2,11 V yang menandakan adanya proses de-interkalasi. Puncak reduksi dan oksidasi terbentuk pada Reaksi pada persamaan (4.1) yang terjadi dalam sel litium yakni :

$$Fe_2O_3 + 6Li^+ + 6e^- \leftrightarrow 2Fe + 3Li_2O. \qquad (4.1)$$

Hal ini sesuai dengan kondisi oksidasi reversible dari Fe^0 ke Fe^{3+}. 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). Perbedaan tegangan dari oksidasi dan reduksi pada pengujian CV dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil Uji *Cyclic Voltammetry* (CV)

Komposisi HMT (gr)	Epa (V)	Epc (V)	ΔE (V)
1	2,078	1,375	0,703
3	1,57	0,615	0,955
5	1,62	0,612	1,008

Dari hasil Gambar 4.3, memperlihatkan semakin tinggi komposisi HMT menyebabkan puncak-puncak anodik dan katodik yang terbentuk semakin rendah. Hasil ini mengindikasikan bahwa pengurangan komposisi memperbaiki proses interkalasi dan de-interkalasi dari ion Li^+. Hasil puncak anodik dan katodik dari sampel yang secara umum mulai saling berimpit menandakan mulai

terbentuknya kestabilan pada sampel uji. Hasil voltamogram yang ditunjukkan oleh sampel dengan komposisi HMT 5 gr pada Gambar 4.3(c) memperlihatkan kurva paling stabil dan memiliki intensitas puncak anodik dan katodik paling tinggi dibandingkan dengan komposisi HMT 3 gr. Intensitas puncak anodik dan katodik yang tinggi menunjukkan semakin baiknya konduktifitas dari sampel. Selain itu juga semakin tinggi, simetris dan tajam dari puncak anodik dan katodik dari hasil pengujian CV mengindikasikan adanya reversibilitas yang baik. Hal ditunjukkan oleh variasi komposisi HMT 5 gr yang merupakan komposisi HMT paling baik, dibuktikan dari hasil pengujian XRD dengan intensitas puncak paling tinggi yang dimiliki oleh variasi ini serta hasil pengujian CV (*Cyclic Voltametry*) yang memiliki voltamogram paling stabil dengan puncak-puncak yang saling berimpit satu sama lain. Kestabilan voltamogram yang dihasilkan sebagai akibat kristalinitas yang baik, juga akan mempengaruhi proses interkalasi/de-interkalasi dari ion Li^+ (Qiao, 2011).

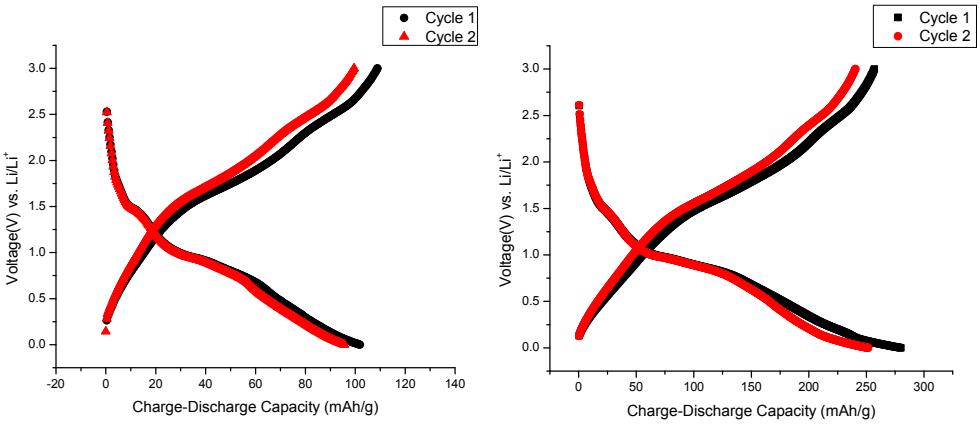
Untuk sampel dengan komposisi HMT 3 gr menunjukkan tidak terbentuknya kurva CV yang baik. Hipotesis awal dikarenakan tidak terjadinya ikatan yang sempurna antara material aktif dan *copper foil* karena *pvdf* yang berfungsi sebagai binder kurang kuat mengikat material aktif.

4.4 Hasil Pengujian *Charge/Discharge*

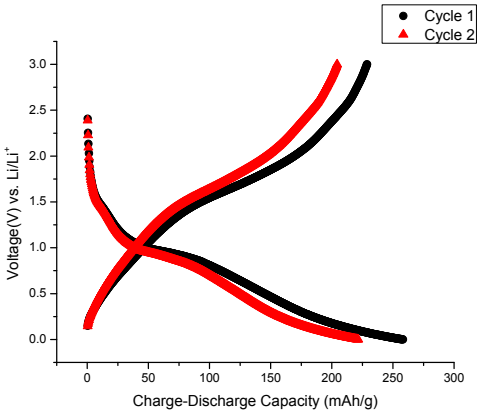
Pengujian *charge/discharge* digunakan untuk mengetahui kapasitas dan properties *cycle* dari komponen sel baterai. Sel baterai yang di gunakan terdiri dari Fe_2O_3 sebagai anoda, Lithium metal sebagai katoda, dan 1M $LiPf_6$ sebagai elektrolit. Kisi kristal Fe_2O_3 mampu menyimpan enam ion Li per unit rumus dengan mekanisme interkalasi / de-interkalasi lithium ion sesuai persamaan $Fe_2O_3+6Li \leftrightarrow 3Li_2O+2Fe$ (Liu,2009). Hanya saja hilangnya kapasitas terjadi setelah diberikan pembebanan arus yang tinggi. Faktor berkontribusi terhadap berkurangnya kapasitas setelah variasi pembeban arus adalah terjadinya reaksi *ireversibel* dari Fe^0 ke Fe^{3+} dan proses lithium-difusi rendah (Hassan, 2010)

4.4.1 Hasil Pengujian *Charge/Discharge* Fe_2O_3 dengan variasi Komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr pada Temperatur Hidrotermal 160°C.

Pengujian *charge – discharge* pada sampel dengan Variasi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr dengan Temperatur Hidrotermal 160°C. Pada pengujian awal *charge – discharge* maka baterai sel koin dengan material anoda Fe_2O_3 diuji dengan C – *rates* yang sama (0,1 C) tetapi dilakukan berulang – ulang sampai *cycle* yang ke – 2. Sehingga nanti akan didapatkan grafik polarisasi pada setiap masing – masing sampel. Grafik polarisasi ini untuk mengetahui bagaimana perilaku baterai setelah dibebani arus yang sama dengan *cycle* yang panjang. Gambar 4.4 menunjukkan hasil grafik polarisasi.



(a) (b)



(c)

Gambar 4.4 Grafik polarisasi dari pengujian *charge – discharge* menggunakan arus yang sama (0,1 C) sampai 2 *cycles* dimana Komposisi HMT (a) 1 gr (b) 3 gr dan (c) 5 gr pada Temperatur Hidrotermal 160°C

Dapat dilihat pada Gambar 4.4 diatas, hasil dari pengujian *charge – discharge* dengan arus yang sama sampai 2 *cycles* dari 3 sampel yang diuji (HMT 1 gr, HMT 3 gr, HMT 5 gr), grafik yang paling stabil dengan perpindahan *cycles* yang tidak terlalu merubah bentuk dari pola grafik dan yang mempunyai nilai kapasitas spesifik yang tinggi adalah pada sampel HMT 5 gr. Pada *cycle* 1 sebesar 255 mAh/gr sampai *cycle* 2 sebesar 225 mAh/gr. Hal ini menunjukkan bahwa pada sampel HMT 5 gr ini perilaku daripada pemberian beban yang sama, sampai *cycle* 2 tidak berubah terlalu jauh dari nilai kapasitasnya sendiri, dan bahkan tetap stabil. Ini dikarenakan, pada sampel HMT 5 gr ini mempunyai hasil XRD dengan tingkat kristalinitas yang paling baik dibandingan pada sampel HMT 3 gr, ditunjukkan pada puncak dengan intensitas yang tinggi.

Diperoleh kapasitas *discharge* pada variasi HMT 1 gr, HMT 3 gr, dan HMT 5 gr sebesar 116,36 mAh/g, 555 mAh/g, dan 255 mAh/g, hal ini masih rendah bila di bandingkan dengan kapasitas teoritical dari Fe_2O_3 yang bisa sampai 1008 mAh/g yang bisa menampung tiga ion Li^+ (kyungho, 2012). Hal ini bisa disebabkan oleh hilangnya kapasitas akibat kerusakan struktur dari material aktif pada saat proses interkalasi/de-interkalasi ion Li^+ (H.Liu, 2010).

4.5 Hasil Pengujian *Electrical Impedance Spectroscopy* (EIS)

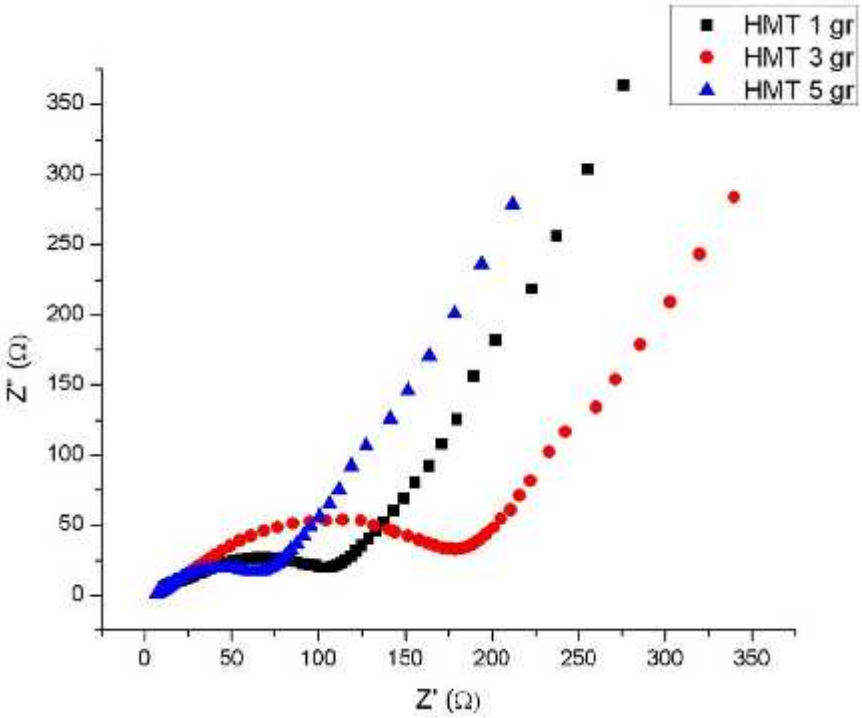
4.5.1 Hasil pengujian EIS Fe_2O_3 pada temperatur hidrotermal 160°C dengan variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr dan 5 gr

Pengujian *Electrical Impedance Spectroscopy* (EIS) dilakukan pada sel baterai lithium ion dengan anoda Fe_2O_3, katoda lithium metal dan elektrolit 1M $LiPF_6$. Data yang didapat berupa grafik *Nyquist plot* dengan sumbu x adalah tahanan real (Z') dan sumbu y adalah nilai tahanan dalam bidangan imajiner (-Z'') dan grafik *bode plot* dengan sumbu x adalah log frekuensi (log f) dan sumbu y adalah nilai dari Z mutlak (|Z|) . Pengujian EIS dilakukan pada coin sel baterai lithium setelah dilakukan pengujian CV dan *charge discharge*.

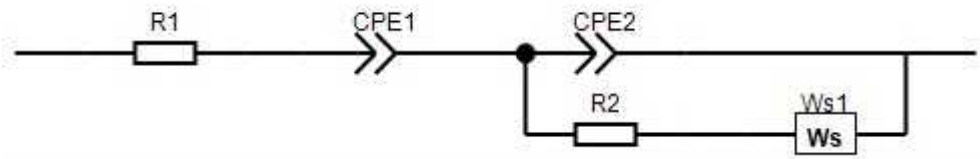
Bentuk dari grafik EIS yang didapatkan yaitu berbentuk *semicircle* dan *slopes.* Dari hasil EIS akan menguatkan daripada hasil *galvanostatic charge – discharge* dan perbandingan dari hasil pengujian dari XRD dan perhitungan

ukuran kristal menggunakan persamaan *Debye Scherrer* serta ukuran morfologi hasil pengujian SEM.

Pada Gambar 4.5 diperlihatkan Nyquist plot pada variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, dan 5 gr. Nyquist plot menunjukkan hubungan antara impedansi real (Zreal) dan impedansi imajiner (Zim) pada frekuensi tertentu dimana impedansi real diletakkan pada sumbu-x dan impedansi imajiner pada sumbu-y. Semakin tegak grafik pada frekuensi rendah yang dihasilkan, maka semakin baik sifat kapasitif yang diperoleh.



Gambar 4.5 Hasil uji EIS pada variasi komposisi HMT 1 gr, 3 gr, 5 gr setelah cycle ke 2



Gambar 4.6 Rangkaian equivalent pengujian EIS

Gambar 4.6 adalah rangkaian equivalent yang digunakan ketika pengujian EIS. Pada rangkaian tersebut terlihat adanya R1, CPE1, R2, CPE2 dan Ws1. R1 diumpamakan sebagai Rs atau *solution resistance*. CPE adalah

constant phase element, R2 sebagai Rct yaitu *charge transfer resistance*. Dan Ws1 sebagai Zw adalah *Warburg Impedance*. Nilai Rs menunjukkan karakteristik dari grain/bulk material yang bersifat ohmik, sementara Rct menunjukkan karakteristik kualitatif dari grain boundary yang bersifat kapasitif. Karakteristik Rs selalu nampak pada data berfrekuensi tinggi, sementara Rct teramati pada frekuensi rendah (Xu et al, 2007). Dari hasil plotting grafik setelah di *fitting* menggunakan software *CorrTest* dengan rangkaian equivalent EIS pada gambar 4.6 maka didapatkan nilai yang ditampilkan pada tabel 4.3 berikut:

Tabel 4.3 Hasil nilai *fitting* rangkaian equivalent EIS

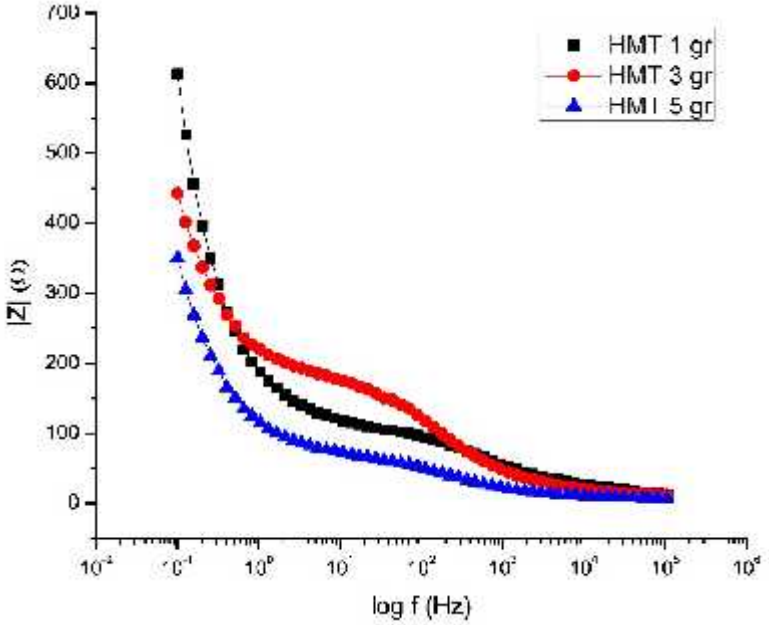
Komposisi HMT (gr)	R1 (Ω)	R2 (Ω)
1	11,12	65
3	11,12	175
5	6.82	66

Dari hasil EIS yang didapat terdapat lengkungan yang berbeda – beda. Semakin besar jarak lengkungan atau θ maka nilai *Resistive charge transfer* (R_{ct}) pada material anoda semakin besar. Dari hasil plotting pada Gambar 4.5 maka dapat dilihat pada variasi komposisi HMT 1 gr memiliki nilai *Resistive charge transfer* (R_{ct}) yaitu sebesar 65 Ω, pada komposisi HMT 3 gr nilai *Resistive charge transfer* (R_{ct}) 179 Ω dan pada komposisi HMT 5 gr memiliki nilai *Resistive charge transfer* (R_{ct}) yaitu 66 Ω. Nilai Rct bertujuan untuk mengetahui kemampuan sampel dalam transfer elektron. Semakin tinggi nilai Rct maka proses transfer elektron akan semakin sulit. Sampel dengan nilai Rct terendah memiliki tingkat proses de-interkalasi yang paling baik.

Grafik *Bode plot* menunjukkan nilai Z mutlak terhadap respon frekuensi yang diberikan terhadap baterai. Nilai Z mutlak didapat dengan Persamaan 4.2.

$$|Z| = \sqrt{(Z')^2 + (-Z'')^2} \qquad 4.2$$

Dari hasil perhitungan menggunakan Persamaan 4.2 maka didapat hasil *plotting* grafik *Bode plot* yang direpresentatifkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Grafik *Bode plot* pada Variasi Komposisi HMT 1 gr, 3 gr, 5 gr setelah *cycle* ke 3

Pada sampel dengan variasi komposisi HMT 1 gr mempunyai nilai |Z| sebesar 613.3 Ω, untuk komposisi HMT 3 gr mempunyai nilai |Z| sebesar 442.5 Ω dan variasi komposisi HMT 5 gr mempunyai nilai |Z| sebesar 350,1 Ω. Dari ketiga variasi komposisi HMT tersebut, variasi komposisi HMT 5 gr merupakan variasi yang mempunyai nilai |Z| yang paling kecil. Hal ini sesuai dengan yang ada pada grafik *Nyquist plot* pada Gambar 4.5 yang menunjukkan nilai R_{ct} yang kecil terdapat pada komposisi HMT 5 gr. Jika dilihat dari Gambar 4.5, nilai *Resistive charge transfer* variasi komposisi HMT 5 gr merupakan yang paling rendah namun kapasitas yang dimiliki juga lebih tinggi dibandingkan dengan variasi 3 gr dan 5 gr.

Hal ini dapat terlihat juga dari kurva yang di peroleh dari hasil *cyclic voltammetry* dan *charge/discharge*. Pada sampel komposisi HMT 5 gr memiliki intensitas arus dan kapasitas spesifik yang lebih tinggi diantara komposisi HMT 3 gr. Memiliki ukuran kristal terkecil yang didapat pada hasil XRD dan morfologi yang lebih homogen (didapat dari hasil SEM) pada sampel komposisi

HMT 5 gr bila di bandingkan dengan sampel komposisi HMT 3 gr memiliki intensitas arus yang tinggi dan kapasitas spesifik yang lebih besar. Dengan memiliki ukuran kristal yang semakin kecil maka akan memendekkan jarak difusi ion Li^+, sehingga dengan nilai R_{ct} dan |Z| yang paling kecil pada sampel komposisi HMT 5 gr akan menjadikan intensitas arusnya semakin tinggi dan memiliki kapasitas spesifik yang paling besar, hal ini menunjukkan sifak elektrokimia yang semakin membaik (Anqiang, 2011).

BAB 5
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa pembuatan Fe_2O_3 sebagai bahan anoda baterai lithium ion dengan menggunakan metode hidrotermal telah berhasil dilakukan. Hasil uji XRD pada semua sample memperlihatkan kecocokan dengan JCPDS no 87-1166 dimana semua puncak difraksi terindeks sebagai oksida besi Fe_2O_3 (hematite). Untuk SEM memiliki ukuran partikel 1,3–2,5µm. Ukuran kristal yang kecil dan morfologi yang homogen menjadikan difusi ion dari Li^+ semakin baik sehingga meningkatkan kapasitas dari baterai lithium ion.

Pada pengujian CV didapatkan potensial posisi redoks diperoleh sebesar 1,375 V saat reduksi dan 2,078V saat oksidasi dengan beda potensial 1,008 V pada variasi komposisi HMT 5 gr. Hal ini menunjukkan jika konduktifitas yang dimiliki dengan komposisi HMT 5 gr sangat baik. Kapasitas *discharge* terbaik diperoleh pada komposisi HMT 5 gr pada temperatur hidrotermal 160 ^oC sebesar 258,59 mAh/g lebih tinggi dari komposisi HMT 1 gr. Untuk hasil pengujian EIS pada sampel komposisi HMT 5 gr memiliki nilai R_{ct} yang rendah yaitu 66 Ω dan nilai |Z| sebesar 350,1 Ω.

5.2. Saran

Berdasarkan dari hasil penelitian maka hal-hal yang dapat disarankan adalah sebagai berikut :

1. Perlu dilakukan uji BET untuk mengetahui luas permukaan material
2. Untuk melihat bentuk morfologi pada pengujian selanjutnya harus menggunakan TEM
3. Penelitian selanjutnya dapat dilakukan dengan fokus menaikkan nilai kapasitas dengan memvariasikan temperatur hidrotermal dari anoda Fe_2O_3

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

DAFTAR PUSTAKA

Agustinus, Eko, T.S, (2009), Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Volkanik (Perlit) : Perbedaan Perlakuan Statis Dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas Dan Kualitas Kristal**,** Puslit Geoteknologi Komplek LIPI, Bandung.

Anggara, Dika, (2015), Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal dan Temperatur Kalsinasi pada Proses Sintesa Anoda Fe_3O_4 Terhadap Performa Elektrokimia Baterai Ion Lithium, Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Aristya, Eriek, P.P, (2015), Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Dan Komposisi Glycin Pada Proses Sintesa Anoda Fe_2O_3 Terhadap Performa Elektrokimia Baterai Ion Lithium, Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

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 Sources,hal. 402–408.

Byrappa, K., Adschiri, T. (2001), “Hydrothermal Technology for Nanotechnology”, *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials,* hal. 117-166.

Elson Y. Dzade, Alberto Roldan and Nora H. de Leeuw (2014). "A Density Functional Theory Study of the Adsorption of Benzene on Hematite (α-Fe_2O_3) Surfaces." Minerals 2014, hal. 89-115

Hao Liu, Guoxiu Wang, Jinsoo Park, Jiazhao Wang, Huakun Liu, Chao Zhang (2009). "Electrochemical performance of a-Fe_2O_3 nanorods as anode material for lithiumion cells." Electrochimica Acta,hal. 1733–1736.

Huang Lihong dan Chen Yungui (2013). "Successful Hydrothermal Synthesis of α-Fe_2O_3 Hexagonal Micro-platelets and Its Application in Li-Ion Battery ." Rare Metal Materials and Engineering Volume 42,hal. 2014-2018.

Ismagilov, Z. R., Shikina, N. V., Mazurkova, N. A., Tsikoza, L. T., Tuzikov, F. V., Ushakov, V. A., Ishchenko, A. V., Rudina, N. A., Korneev, D. V., dan Ryabchikova, E. I. (2012), “Synthesis of Nanoscale TiO2 and Study of the

Effect of Their Crystal Structure on Single Cell Response, *The ScientificWorld Journal,* Vol. 2012, hal. 1-14.

Jin, Shuangling, Deng, Honggui, Long, Donghui, Liu, Xiaoju, Zhan, Liang, Liang, Xiaoyi, Qiao, Wenming, Ling, Licheng (2011)," Facile Synthesis of Hierarchically Structured Fe_3O_4/Carbon Micro-Flowers and Their Application to Lithium-Ion Battery Anodes. *Journal of Power Sources,* No. 196, hal. 3887–3893

Liu, Haimei, Yonggang Wang, Wensheng Yang, Haoshen Zhou, (2010). "Large Capacity of LiV_3O_8 Cathode Material for Rechargeable Lithium Based Batteries". *Electrochemica Acta* 56 13920-1398

McGraw-Hill, (2004) *dalam Handbook of batteries, third edition eds.* Linden, David, Reddy, Thomas B., The McGraw-Hill Companies, New York.

Mohd Faiz Hassana, Zaiping Guo, Zhixin Chen, Huakun Liu (2011). "a-Fe_2O_3 as an anode material with capacity rise and high rate capability for lithium-ion batteries." Materials Research Bulletin, hal 858–864.

Ozawa, K. (1994), "Lithium-Ion Rechargeable Batteries with $LiCoO_2$", *Solid State Ionics,* Vol. 69, hal. 212-221.

Pan, Anqiang., Liu, Jun., Zhang, Ji-Guang., Cao, Guozhong., Xu, Wu., Nie, Zimin., Jie, Xiao., Choi, Daiwon., Arey, Bruce W., Wang, Chongmin.,and Liang, Shuaquan, (2011), "Template Free Synthesis of LiV_3O_8 Nanorods as a Cathode Material for High-Rate Secondary Lithium Batteries". *Journal of Material Chemistry,* (2011) 21 1153-1161.

Poizot, P., Laruelle, S., Grugeon, S., Dupont, L., & Tarascon, J-M. (2000), "Nano Sized Transition Metal Oxides as Negative Electrode Materials for Lithium-Ion Batteries, *Nature*, Vol. 47, hal. 496-499.

Rachman, M., 2011. *Advanced Materials for Lithium-Ion Baterry,* New South Wales: University of Wollongong.

Tarascon, J.-M. dan Armand, M. (2001), "Review Article Issues and Challenges Facing Rechargeable Lithium Batteries", *Nature,* Vol. 414, hal. 359-367.

Toolenaar, F., (2008), Battery Management Systems Accurate State-of-Charge Indication for Battery-Powered Applications, Eindhoven.

Wang, Jie, Zhao, Hailei, Zeng, Zhipeng, Lv, Pengpeng, Li, Zhaolin, Zhang, Tianhou (2014), “Nano-Sized Fe_3O_4/carbon as Anode Material for Lithium Ion Battery”, *Materials Chemistry and Physics*, hal. 1-6.

Wakihara, M., (2001), “Recent Development in Lithium Ion Batteries”, *Materials Science and Engineering R33*, hal. 109-134.

Xia Wang, Ying Xiao, Changwen Hu, Minhua Cao (2014). "A dual strategy for improving lithium storage performance, a case of Fe_2O_3." Materials Research Bulletin, hal 162–169.

Xu, Feng dan Sun, Litao (2011), Solution Derived ZnO Nanostructures for Photoanodes of Dye-Sensitized Solar Cells, *Energy & Environmental Science*, No. 4, hal. 818-841.

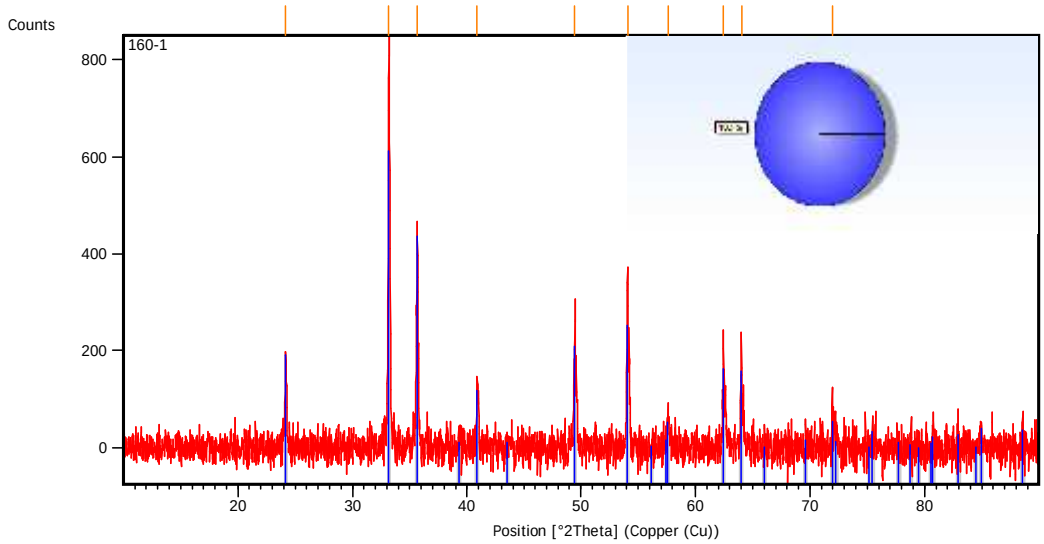
Xu, Jiaqiang., Zhang, Hailin., Zhang, Tao., Pan, Qingyi., Gui, Yanghai. (2007), Influence of Heat-Treatment Temperature on Crystal Structure, Morphology and Electrochemical Properties of LiV3O8 Prepared by Hydrothermal Reaction”, Journal of Alloys and Compounds 467 (2009) 327-331.

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

LAMPIRAN

A. Hasil Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

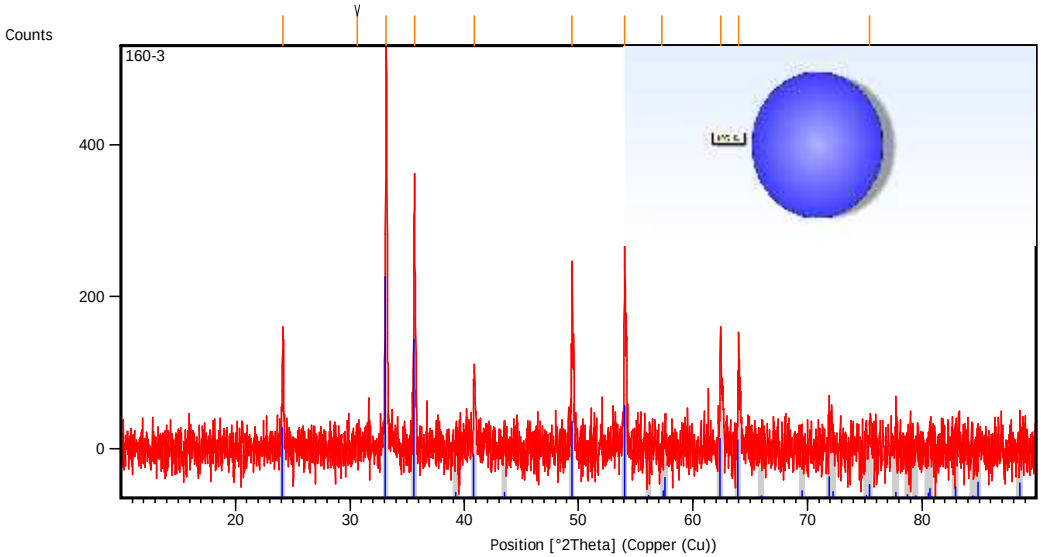
A.1. Serbuk Fe_2O_3 Variasi Komposisi HMT 1 gr dengan Temperatur Hidrotermal 160°C



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
24.1635	197.62	0.0836	3.68328	24.79
33.1753	797.09	0.1004	2.70048	100.00
35.6651	468.46	0.0836	2.51746	58.77
40.8857	145.21	0.1673	2.20726	18.22
49.4725	254.88	0.1338	1.84240	31.98
54.0859	372.18	0.1004	1.69564	46.69
57.6158	70.73	0.2007	1.59987	8.87
62.4455	199.69	0.1004	1.48724	25.05
64.0322	169.75	0.0816	1.45296	21.30
71.9535	100.99	0.1004	1.31233	12.67

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	01-087-1166	69	Iron Oxide	-0.013	0.705	Fe2 O3

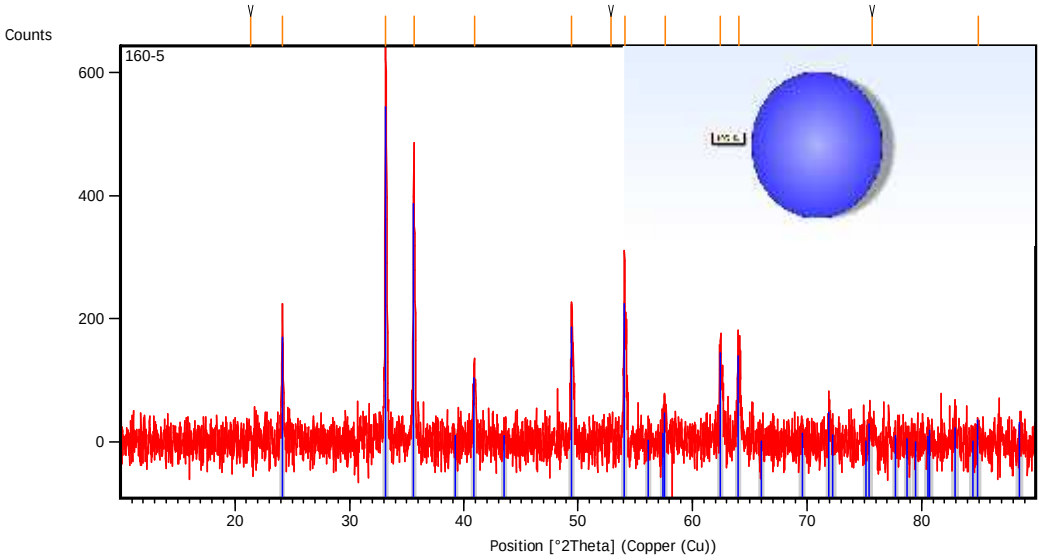
A.2. Serbuk Fe_2O_3 Variasi Komposisi HMT 3 gr dengan Temperatur Hidrotermal 160°C



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [A]	Rel. Int. [%]
24.1342	159.35	0.0836	3.68768	31.59
30.6458	25.56	0.1338	2.91736	5.07
33.1468	504.41	0.1338	2.70273	100.00
35.6270	316.92	0.1004	2.52006	62.83
40.8759	104.08	0.1171	2.20777	20.63
49.4598	252.91	0.0669	1.84284	50.14
54.0540	265.00	0.0836	1.69657	52.54
57.3180	16.23	0.8029	1.60747	3.22
62.4227	122.10	0.0836	1.48773	24.21
63.9806	125.76	0.1338	1.45521	24.93
75.4072	30.86	0.5353	1.26057	6.12

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	01-087-1166	55	Iron Oxide	-0.050	0.540	Fe2 O3

A.3. Serbuk Fe_2O_3 Variasi Komposisi HMT 5 gr dengan Temperatur Hidrotermal 160°C



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [A]	Rel. Int. [%]
21.3449	18.24	0.4015	4.16285	2.85
24.1373	223.03	0.0836	3.68722	34.84
33.1397	640.18	0.0669	2.70330	100.00
35.6329	467.53	0.0669	2.51966	73.03
40.9121	109.05	0.2007	2.20590	17.03
49.4743	187.81	0.2007	1.84234	29.34
52.9126	9.03	0.4015	1.73044	1.41
54.0858	300.30	0.0669	1.69564	46.91
57.6020	46.54	0.2007	1.60022	7.27
62.4118	150.56	0.1338	1.48796	23.52
64.0708	133.19	0.2676	1.45338	20.81
75.6884	22.95	0.5353	1.25659	3.59
84.9611	24.25	0.8029	1.14155	3.79

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	01-087-1166	66	Iron Oxide	-0.027	0.845	Fe2 O3

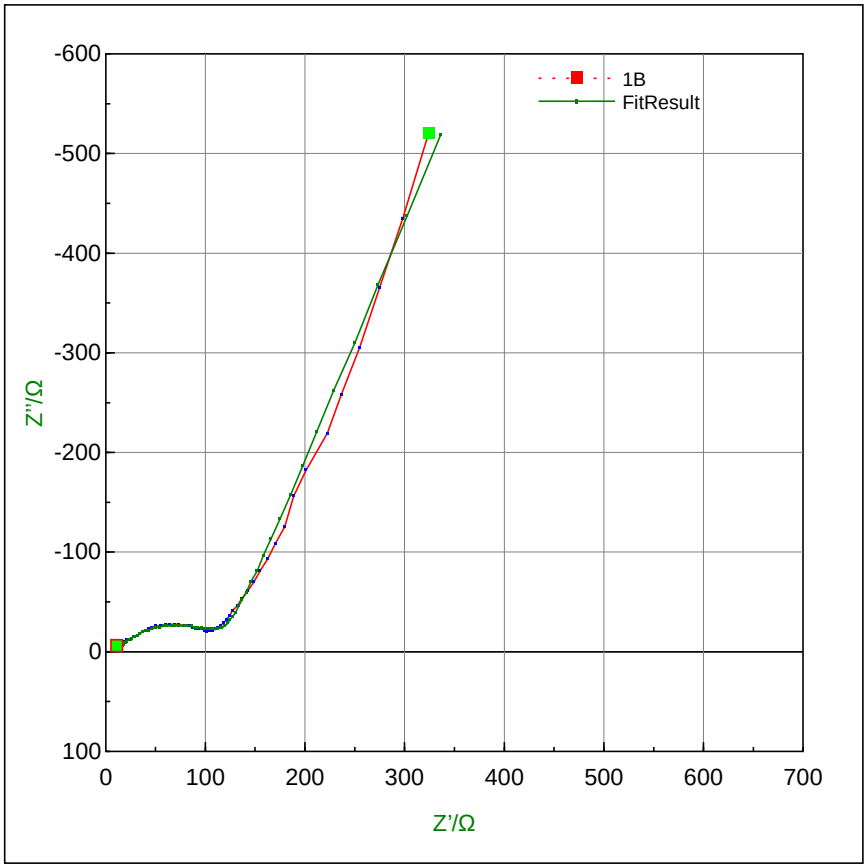
A.4 CJPDS 01-087-1166 (Fe_2O_3)

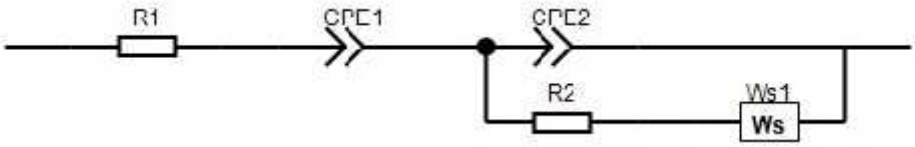
Peak list

No.	h	k	l	d [A]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	1	2	3.68238	24.149	31.2
2	1	0	4	2.69953	33.159	100.0
3	1	1	0	2.51765	35.632	71.3
4	0	0	6	2.29158	39.284	1.9
5	1	1	3	2.20663	40.863	19.2
6	2	0	2	2.07833	43.509	1.8
7	0	2	4	1.84119	49.464	34.1
8	1	1	6	1.69469	54.070	41.1
9	2	1	1	1.63647	56.161	0.5
10	1	2	2	1.60277	57.450	2.5
11	0	1	8	1.59898	57.599	8.6
12	2	1	4	1.48618	62.438	26.4
13	3	0	0	1.45357	64.002	25.7
14	1	2	5	1.41371	66.033	0.2
15	2	0	8	1.34976	69.597	2.5
16	1	0	10	1.31131	71.949	8.8
17	1	1	9	1.30607	72.283	2.1
18	2	1	7	1.26258	75.193	0.3
19	2	2	0	1.25882	75.457	5.5
20	0	3	6	1.22746	77.740	1.9
21	2	2	3	1.21387	78.778	0.9
22	1	3	1	1.20479	79.489	0.1
23	3	1	2	1.19115	80.584	1.6
24	1	2	8	1.18959	80.712	3.5
25	0	2	10	1.16301	82.956	4.3
26	0	0	12	1.14579	84.488	0.2
27	1	3	4	1.14088	84.936	6.5
28	2	2	6	1.10332	88.560	5.9

B. Hasil Pengujian EIS

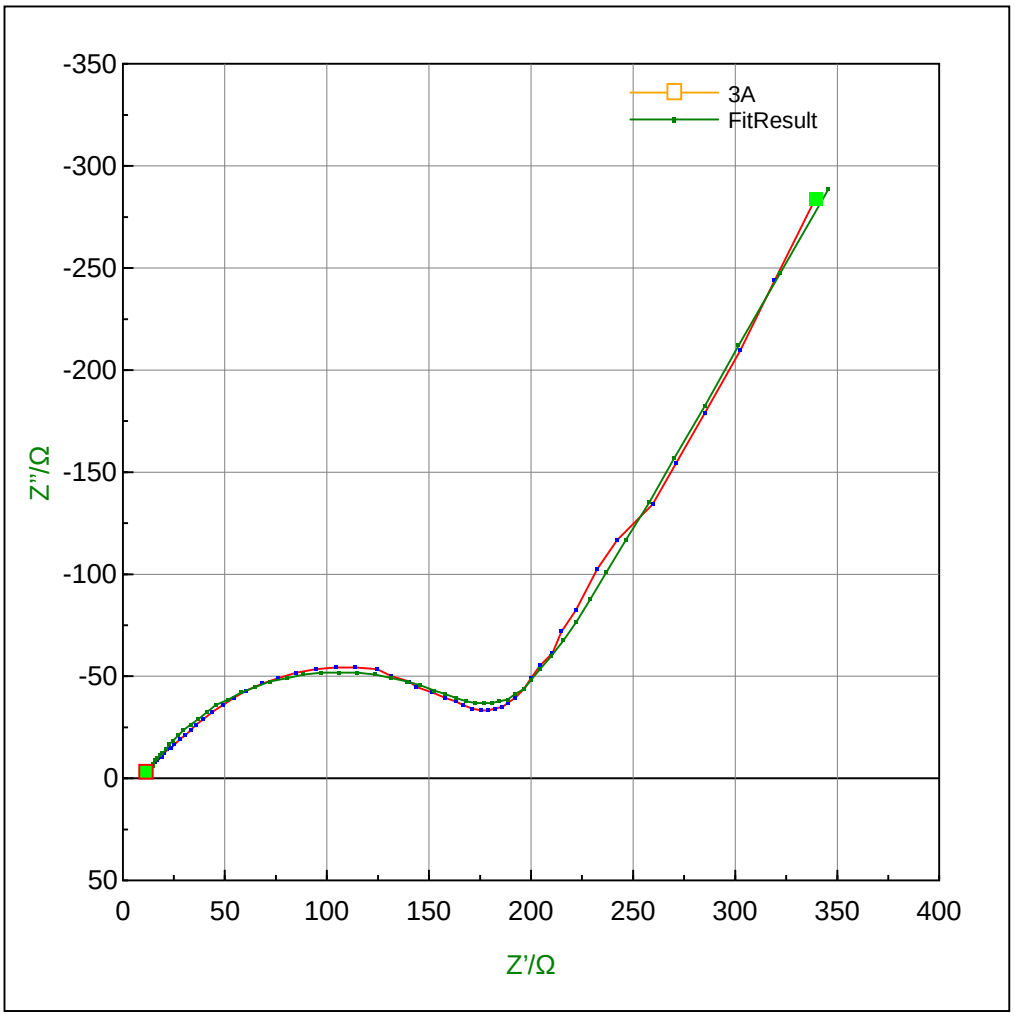
B.1. Serbuk Fe_2O_3 Variasi Komposisi HMT 1 gr dengan Temperatur Hidrotermal 160°C

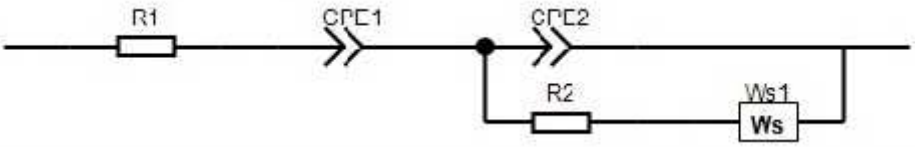




Name	Type	Value	Error
R1	Free+	11.12	/
CPE1-T	Free+	0.08	/
CPE1-P	Free+	0.75	/
CPE2-T	Free+	0.0015	/
CPE2-P	Free+	0.57	/
R2	Free+	65	/
Ws1-R	Fixed	55	/
Ws1-P	Fixed	0.5	/

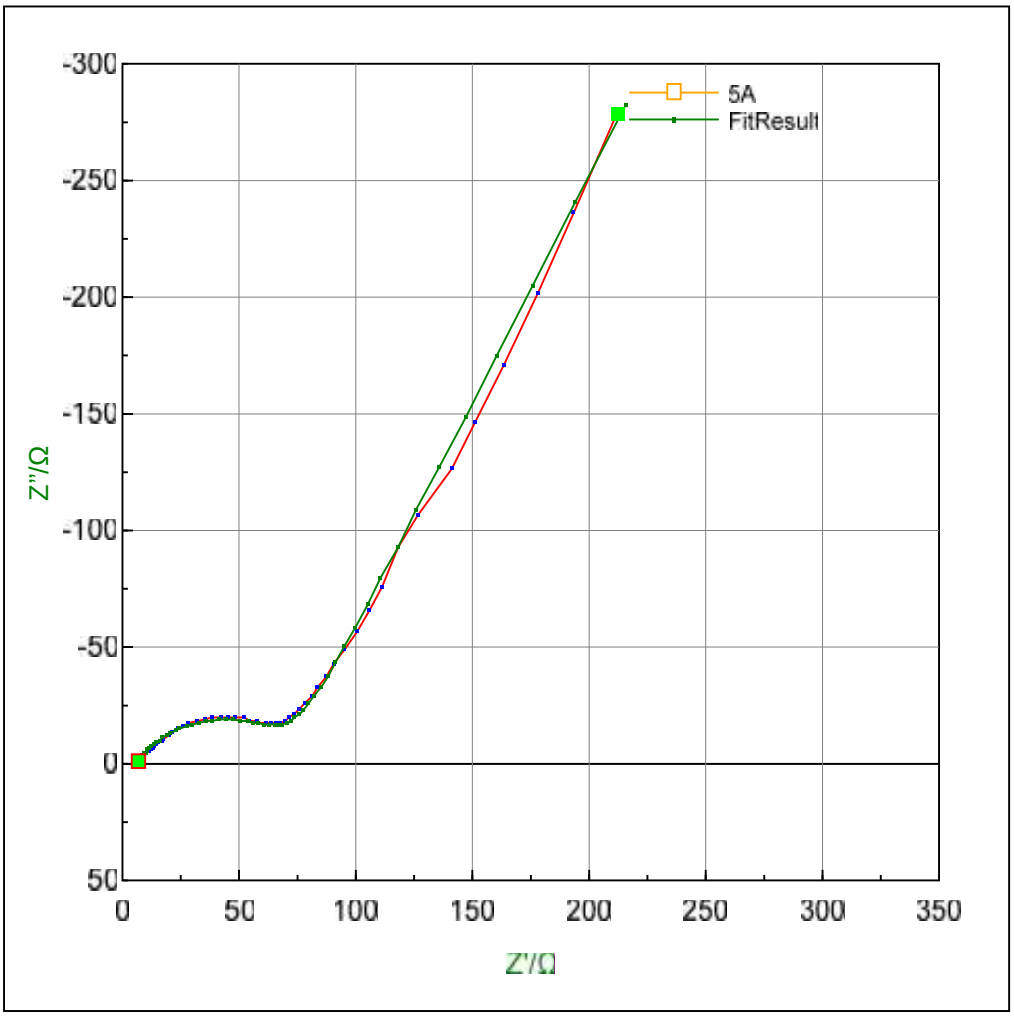
B.2. Serbuk Fe_2O_3 Variasi Komposisi HMT 3 gr dengan Temperatur Hidrotermal 160°C

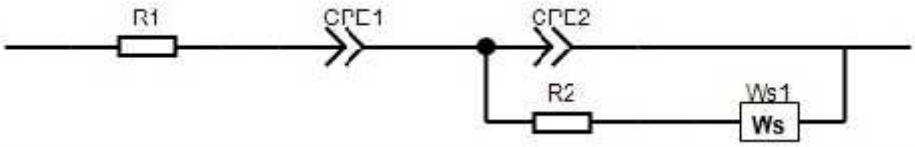




Name	Type	Value	Error
R1	Free+	11.12	/
CPE1-T	Free+	0.0932	/
CPE1-P	Free+	0.675	/
CPE2-T	Free+	0.00154	/
CPE2-P	Free+	0.65	/
R2	Free+	175	/
Ws1-R	Fixed	0.005	/
Ws1-P	Fixed	0.05	/

B.3. Serbuk Fe_2O_3 Variasi Komposisi HMT 5 gr dengan Temperatur Hidrotermal 160°C





Name	Type	Value	Error
R1	Free+	5.02	/
CPE1-T	Free+	0.11	/
CPE1-P	Free+	0.7	/
CPE2-T	Free+	0.003	/
CPE2-P	Free+	0.61	/
R2	Free+	36	/
Ws1-R	Fixed	0.0099	/
Ws1-P	Fixed	0.01	/

BIODATA PENULIS

Penulis bernama lengkap Ahmad Fikrie dilahirkan di kota Surabaya, 05 Desember 1991, merupakan putra dari pasangan Bapak M. Zainuddin dan Ibu Endang Setijowati. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu SDN Pacar Keling V Surabaya, SMPN 29 Surabaya dan SMAN 3 Surabaya. Setelah lulus dari SMA tahun 2009, penulis diterima menjadi mahasiswa di Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya melalui PMDK tahun 2009. Semasa perkuliahan di Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya, penulis menjalani kegitatan *On the Job Training* di PT. Boma Bisma Indra (Persero) dalam kurun waktu September – Desember 2012. Penulis menyelesaikan program studi D4 selama 8 semester dan lulus pada tahun 2013.

Penulis melanjutkan jenjang studi S2 di Jurusan Teknik Material FTI-ITS Surabaya melalui program beasiswa *Freshgraduate* pada tahun 2014 selama 4 semester dan mengambil tesis dengan judul "Analisis Komposisi Hexamethylenetetramine Pada Proses Sintesis Anoda Fe_2O_3 Terhadap Performa Elektrokimia Baterai Ion Lithium" dengan pembimbing Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA dan Lukman Noerochim, ST., MSc.Eng., Ph.D..

Handphone : 087854512555; dan 081333323484.
Email : a.fikri91@gmail.com