



TUGAS AKHIR - SF 141501

EFEK WAKTU PENAHANAN KALSINASI TERHADAP
KATODA LiFePO_4/C DOPING Ni

Fahru Mareta
NRP 01111340000056

Dosen Pembimbing
Dr. Mochamad Zainuri, M.Si.

DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018



TUGAS AKHIR -

**EFEK WAKTU PENAHANAN KALSINASI TERHADAP
KATODA LiFePO_4/C *DOPING* Ni**

**Fahru Mareta
NRP 0111134000056**

**Advisors
Dr. Mochamad Zainuri, M.Si.**

**Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya**



FINAL PROJECT -

**EFFECT OF CALCINATION HOLDING TIME ON
LiFePO₄/C Ni DOPED CATHODE**

**Fahru Mareta
NRP 0111134000056**

**Advisors
Dr. Mochamad Zainuri, M.Si.**

**Department of Physics
Faculty of Natural Sciece
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya**

**EFEK WAKTU PENAHANAN KALSINASI TERHADAP
KATODA LiFePO_4/C DOPING Ni
TUGAS AKHIR**

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar sarjana sains
pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :
FAHRU MARETA
NRP 0111134000056

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

Dr. Mochamad Zainuri, M.Si.
NIP. 19640130 199002.1.001

(.....)



Surabaya, Januari 2018

EFEK WAKTU PENAHANAN KALSINASI TERHADAP KATODA LiFePO_4/C DOPING Ni

Penulis : Fahru Mareta
NRP : 0111134000056
Departemen : Fisika FIA ITS
Dosen Pembimbing : Dr. Mochamad Zainuri, M.Si.

Abstrak

Peningkatan performa sifat elektrokimia baterai lithium iron phosphate (LiFePO_4) dapat dilakukan dengan beberapa metoda yaitu pelapisan karbon, reduksi ukuran partikel dan doping. Telah berhasil di sintesis material katoda LiFePO_4/C dengan doping Ni wt 1% menggunakan metode solid state dengan suhu kalsinasi 750°C dalam atmosfer udara dan beberapa variasi waktu penahanan yaitu 8, 9, 11, 12, dan 13 jam. sampel dikarakterisasi dengan pengujian XRD, SEM, PSA, dan konduktivitas listrik. Hasil menunjukkan bahwa terdapat dua fasa pengotor yang muncul yaitu LiFeP_2O_7 dan Li_3PO_4 . Hasil pengujian konduktivitas menunjukkan bahwa konduktivitas listrik meningkat seiring bertambahnya kandungan fasa LiFePO_4 .

Kata kunci : LiFePO_4 , Doping Ni, Solid state, waktu penahanan.

EFFECT OF CALCINATION HOLDING TIME ON LiFePO₄/C Ni DOPED CATHODE

Name : Fahru Mareta
NRP : 01111340000056
Departement : Fisika FIA ITS
Supervisor : Dr. Mochamad Zainuri, M.Si.

Abstrac

Increasing electrochemical characteristic of lithium iron posphate (LiFePO₄) can do in various method such as carbon coating, particle size reduction, and cation doped. LiFePO₄ Ni doped were synthesized by solid state method, and calcination at 750°C in the air atmosphere with various holding time. Samples characterized by XRD, SEM, PSA, and conductivity test. The result show that the samples have two impurity phases such as LiFeP₂O₇ and Li₃PO₄. The result of conductivity test show that increasing of electrical conductivity proportional to increase of LiFePO₄ phase content.

Key words : LiFePO₄, Ni doped, solid state, holding time.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat ALLAH Subhana Wa Ta'ala yang telah melimpahkan rahmat, ni'mat, rezeki, serta hidayah-Nya. Sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir di departemen Fisika FIA ITS dengan judul "**Efek Waktu Penahanan Kalsinasi Terhadap Katoda LiFePO₄ Doping Ni**" Semoga apa yang ada didalam tugas akhir ini bermanfaat bagi para pembaca juga berbagai pihak.

Penulisan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Maka dari itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua tercinta yang senantiasa memberi berbagai pelajaran, juga support kepada penulis setiap waktu dan dimanapun itu.
2. Bapak Dr. Mochamad Zainuri, M. Si yang telah membimbing dan memberi wawasan mengenai tugas akhir ini sehingga penulis dapat menyelesaikannya.
3. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng selaku ketua departemen Fisika FIA ITS serta segenap staf-staf yang telah memberikan kemudahan sarana serta fasilitas selama penulis berkuliah hingga menyelesaikan tugas akhir ini.
4. Sahabat-sahabat yang menemani penulis dalam mengerjakan tugas akhir maupun pada saat penulis melakukan sintesis bahan.
5. Tim Baterai dan teman-teman Fisika 2013 yang selalu memberikan dukungan, kebahagiaan, serta kerjasama.

Penulis merupakan manusia biasa, maka dari itu kesalahan tidak dapat dihindari baik secara sadar maupun tidak. Sehingga penulis memohon maaf sebesar-besarnya bila terdapat kesalahan maupun kekurangan dalam penulisan tugas akhir ini.

Surabaya, Januari 2018

Fahru Mareta

“halaman sengaja dikosongkan”

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
COVER	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
1.6 Sistematika Penulisan.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Baterai.....	5
2.2 Li-ion (Lithium Ion)	6
2.3 <i>Lithium Ferro Posphate</i> (LFP).....	8
2.4 Solid State Reaction.....	10
BAB III METODOLOGI.....	13
3.1 Alat dan Bahan	13
3.1.1 Alat.....	13
3.1.2 Bahan.....	13
3.2 Langkah kerja	14
3.3 Karakterisasi Bahan.....	14
3.3.1 Uji XRD (X-Ray Diffraction).....	14
3.3.2 Uji PSA (Particle Size Analyzer).....	15

3.3.3	Uji SEM (Scanning Electron Microscope)...	15
3.3.4	Uji Konduktif	16
3.4	Diagram Alir Penelitian	17
BAB IV	PEMBAHASAN	19
4.1	Sintesis LiFePO_4	19
4.2	Analisis XRD.....	19
4.2.1	Analisis Fasa dan Komposisi Fasa	19
4.2.2	Analisis Doping Ni pada LiFePO_4	21
4.3	Analisis Ukuran Partikel.....	22
4.4	Analisis Sifat Konduktivitas Listrik	26
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN	29
5.1	Kesimpulan.....	29
5.2	Saran	29
DAFTAR	PUSTAKA.....	31
LAMPIRAN	A	33
LAMPIRAN	B	35
LAMPIRAN	C	41
LAMPIRAN	D	43
BIODATA	PENULIS.....	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Proses elektrokimia dalam sel Volta (Linden, 2001).	5
Gambar 2. 2 Proses <i>charging</i> pada baterai Li-ion (Topracki, 2010).....	7
Gambar 2. 3 Proses <i>discharge</i> pada baterai Li-ion (Topracki, 2010).....	7
Gambar 2. 4 Struktur kristal LiFePO_4 (kiri), dan struktur kristal FePO_4 (kanan) (Goodenough,1997).	9
Gambar 2. 5 ilustrasi milling pada <i>Planetary Ball Mill</i> (Baheti, 2011).....	11
Gambar 3. 1 <i>Planetary ball mill</i>	13
Gambar 3. 2 <i>X-ray Diffractometer</i>	15
Gambar 3. 3 <i>Particle Size Analuzer</i>	15
Gambar 3. 4 <i>Scanning Microscope Electrone</i>	16
Gambar 3. 5 FLUKE PM6306.	16
Gambar 3. 6 Diagram alir penelitian.	17
Gambar 4. 1 Hasil XRD.	20
Gambar 4. 2 SEM sampel 11 jam.....	22
Gambar 4. 3 SEM sampel 13 jam.....	23
Gambar 4. 4 EDX sampel 11 jam.....	24
Gambar 4. 5 EDX sampel 13 jam.....	24
Gambar 4. 6 Grafik EDX sampel 11 jam.	25
Gambar 4. 7 Grafik EDX sampel 13 jam.	25
Gambar 4. 8 Grafik hasil pengujian sifat konduktiv listrik.	27
Gambar Lampiran 1. Hasil PSA sampel 8 jam.....	35
Gambar Lampiran 2. Hasil PSA sampel 9 jam.....	36
Gambar Lampiran 3. Hasil PSA sampel 11 jam.....	37
Gambar Lampiran 4. Hasil PSA sampel 12 jam.....	38
Gambar Lampiran 5. Hasil PSA sampel 13 jam.....	39
Gambar Lampiran 6. EDX sampel 11 jam.	41
Gambar Lampiran 7. EDX sampel 13 jam.	42

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 komposisi fasa untuk seluruh variasi waktu penahanan.	21
Tabel 4. 2 Parameter kisi $\text{LiNi}_{0.01}\text{Fe}_{0.99}\text{PO}_4$	21
Tabel 4. 3 Hasil pengujian PSA	22
Tabel 4. 4 Hasil pengujian konduktivitas.	26
Tabel Lampiran 1. Hasil rietica sampel 8 jam.....	33
Tabel Lampiran 2. Hasil rietica sampel 9 jam.....	33
Tabel Lampiran 3. Hasil rietica sampel 11 jam.....	33
Tabel Lampiran 4. Hasil rietica sampel 12 jam.....	33
Tabel Lampiran 5. Hasil rietica sampel 13 jam.....	33

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penggunaan bahan bakar fosil memiliki berbagai efek negatif terhadap alam polusi yang dihasilkan dapat mengakibatkan berubahnya iklim dunia. Selain itu gas buang yang dihasilkan berbahaya bagi kesehatan, hal ini menjadikan penggunaan bahan bakar fosil untuk kebutuhan energi di masa depan semakin dipertimbangkan. Sumber daya bahan bakar fosil semakin menipis dan semakin sulit untuk ditambang sehingga membutuhkan biaya yang tinggi untuk mendapatkannya. Maka dari itu, dilakukan pengembangan teknologi energi ramah lingkungan dan proses produksinya yang mudah seperti panel surya, pembangkit tenaga angin dan gelombang. Namun, karena sifatnya yang diskontinu maka dibutuhkan media penyimpanan energi yang baik. Baterai merupakan kandidat terbaik untuk media penyimpanan energi dikarenakan baterai memiliki mobilitas dan efisiensi yang tinggi serta tidak menghasilkan emisi.

Baterai telah banyak digunakan pada alat elektronik portabel seperti ponsel pintar dan komputer laptop. selain itu, baterai juga digunakan sebagai sumber energi pada mobil listrik. Penggunaan baterai ini, terutama baterai Li-Ion dikarenakan tingginya densitas energi, ringan, memiliki potensial reduksi yang rendah, dan memiliki jari-jari ionik yang kecil sehingga baterai berbasis Li dapat memiliki kapasitas gravimetrik dan volumetrik yang tinggi (Naoki, 2014). Pada suatu baterai, katoda memiliki andil sebagai penentu nilai kapasitas yang dimiliki baterai, kecepatan *charge/discharge* dan *cicle life* baterai tersebut. Maka dari itu, material katoda tentunya harus memiliki nilai kapasitas yang tinggi, sifat elektrokimia yang baik seperti konduktivitas listrik dan konduktivitas ioniknya dan juga memiliki struktur kristal yang sangat baik (Liu, 2016). Baterai Li-ion telah dikomersialkan sejak tahun 1991 oleh perusahaan SONY. Katoda yang digunakan pada baterai tersebut adalah material LiCoO_2 . Namun, material tersebut

memiliki kekurangan yaitu biayanya yang tidak murah, tidak ramah lingkungan, serta kestabilan thermal yang rendah (Kang, 2008). Terdapat material katoda lainnya yang telah dikomersialkan seperti LiTiS_2 , LiNiMnCoO_2 , LiNiCoAlO_2 , LiMnO_4 , dan LiFePO_4 (Naoki, 2014). LiFePO_4 memiliki kestabilan thermal yang tinggi dan memiliki umur yang tinggi >1000 *cycle life* (Lei, 2017). Sehingga LiFePO_4 merupakan kandidat terbaik dalam penggunaannya sebagai katoda yang digunakan pada baterai mobil listrik. disamping kelebihan, LiFePO_4 memiliki kekurangan pada sifat elektrokimianya yaitu konduktivitas ionik dan konduktivitas listrik yang rendah (Wang, 2016). LiFePO_4 sendiri memiliki nilai konduktivitas listrik yang berada pada orde 10^{-9} S/cm. Menurut Satyavani, dkk. performa elektrokimia katoda LiFePO_4 dapat ditingkatkan dengan melakukan beberapa metode seperti melakukan pelapisan karbon, mereduksi ukuran partikel, dan melakukan doping kation. Pada penelitian-penelitian sebelumnya, pelapisan karbon pada LiFePO_4 dapat meningkatkan sifat konduktivitas listriknya hingga pada orde 10^{-3} S/cm. sedangkan pereduksian ukuran dapat meningkatkan performa pada LiFePO_4 dikarenakan berkurangnya jarak transfer ion Li. Dan pendopingan dinilai dapat meningkatkan sifat elektrokimianya walupun tidak signifikan pelapisan karbon dan pereduksian ukuran. Dalam penelitian ini, akan dilakukan pendopingan Ni pada katoda LiFePO_4/C dengan persentase 1% dari Fe yang disintesis menggunakan metode solid state. Dalam sintesisnya, dilakukan beberapa variasi waktu penahanan kalsinasi.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, permasalahan yang akan dibahas adalah efek waktu penahanan kalsinasi terhadap katoda LiFePO_4/C *doping* Ni.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Pembentukan material katoda LiFePO_4/C *doping* Ni dengan metode *solid state*.

2. Mengidentifikasi fasa katoda berdasarkan pengaruh waktu penahanan kalsinasi.
3. Mengidentifikasi sifat listrik katoda berdasarkan pengaruh waktu penahanan kalsinasi.

1.4 Batasan Masalah

Penelitian tugas akhir ini, permasalahan hanya dibatasi pada sintesis katoda LiFePO_4/C dengan Ni sebagai doping yang diberi perlakuan variasi waktu penahanan pada saat proses kalsinasi.

1.5 Manfaat Penelitian

Pada penelitian tugas akhir ini diketahui pengaruh waktu penahanan kalsinasi pada sintesis katoda LiFePO_4/C *doping* Ni terhadap fasa kristal dan sifat listriknya. Maka dari itu diharapkan peneliti ini mampu memberikan ide atau inovasi baru serta menjadi landasan terhadap peningkatan performa katoda LiFePO_4 pada penelitian-penelitian selanjutnya.

1.6 Sistematika Penulisan

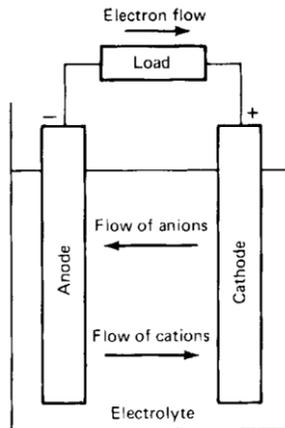
Penulisan tugas akhir ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum penelitian. BAB I pendahuluan yang memuat latar belakang, rumusan masalah, batasan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, dan sistematika penulisan. BAB II tinjauan pustaka yang berisi mengenai dasar-dasar teori yang digunakan sebagai acuan pada penelitian. BAB III metode penelitian. BAB IV hasil penelitian dan pembahasan. BAB V berisi kesimpulan dan saran.

“halaman sengaja dikosongkan”

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Baterai

Baterai merupakan sebuah piranti yang dapat menyimpan energi dalam bentuk energi kimia, dan mengubahnya menjadi listrik melalui reaksi reduksi-oksidasi (Linden, 2001). Terdapat tiga komponen utama dalam sebuah baterai yaitu anoda, katoda, dan elektrolit. Anoda merupakan bagian elektroda yang mengalami oksidasi dimana pada anoda ini terjadi pelepasan elektron. Berlainan dengan anoda, katoda merupakan bagian elektroda yang mengalami reduksi dan menerima elektron. Sedangkan elektrolit adalah konduktor ionik yang menjadi media transfer muatan antara anoda dan katoda (Zumdahl, 2014).



Gambar 2.1 Proses elektrokimia dalam sel Volta (Linden, 2001).

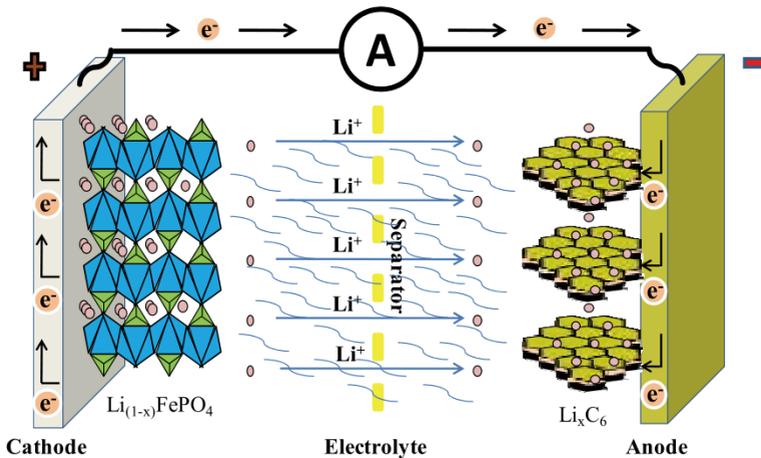
Baterai dapat menghantarkan arus listrik karena adanya reaksi redoks pada katoda dan anodanya. Saat baterai dalam keadaan *discharge*, pada anoda terjadi pelepasan elektron sehingga mengalami reaksi oksidasi. Disaat yang sama, pada katoda terjadi penerimaan elektron. Adanya transfer ion melalui elektrolit dan elektron yang mengalir melalui rangkaian mengakibatkan terciptanya arus listrik. Selain anoda, katoda, dan elektrolit,

terdapat separator yang berfungsi sebagai pembatas antara anoda dan katoda agar tidak terjadi *short circuit*. Separator dapat ditembus oleh elektrolit yang menjadikannya konduktif ionik, selain itu separator juga dapat menahan elektron (Linden, 2001).

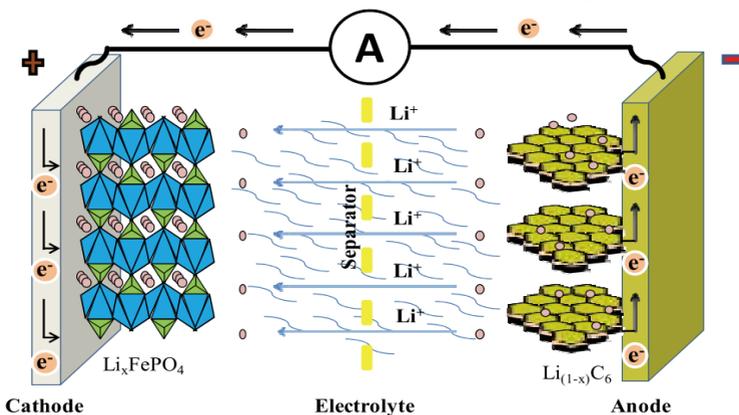
Baterai dikelompokkan menjadi dua yaitu baterai primer dan baterai sekunder, pengelompokan tersebut berdasarkan kemampuan baterai untuk melakukan pengisian ulang (*recharge*). Baterai primer tidak memiliki kemampuan untuk mengisi ulang energi, sehingga baterai ini hanya dapat digunakan sekali pakai. Baterai sekunder adalah baterai yang memiliki kemampuan *recharge*. Prinsip kerja baterai ini sama seperti baterai primer, namun ketika diberi beban dari luar akan terjadi reaksi yang berkebalikan dengan reaksi pada saat *discharge* dimana elektron-elektron akan mengalir dari kutub positif ke kutub negatif (Linden, 2001).

2.2 Li-ion (Lithium Ion)

Lithium (Li) digunakan karena Li memiliki potensial reduksi terendah. Terlebih lagi, Li merupakan elemen teringan setelah Hidrogen dan Helium serta memiliki jari-jari ionik yang kecil. Hal tersebut menjadikan baterai Li-ion memiliki gravimetrik, kapasitas volumetrik dan densitas daya yang tinggi (Naoki, 2014). Baterai Li-ion termasuk kedalam kelompok baterai sekunder karena kemampuan *rechargenya*. Li-ion pertamakali diperkenalkan pada tahun 1970 oleh M. S. Whittingham yang dalam penelitiannya menunjukkan adanya proses pemindahan ion Li dari anoda ke katoda dan kebalikannya yaitu dari katoda ke anoda. Pada tahun 1980 Rachid Yazami, Dkk. mengganti material pada anoda dari logam Li menjadi grafit. Pergantian tersebut menjadikan baterai Li-ion memiliki performa yang lebih baik. Hingga saat ini, baterai Li-ion masih dikembangkan untuk memenuhi kriteria yang diinginkan. Beberapa material yang telah digunakan pada baterai Li-ion antara lain LiNiO_2 , LiClO_4 , Li_xCoO_2 , dan LiFePO_4 (Fadli Rohman, 2012).



Gambar 2. 2 Proses *charging* pada baterai Li-ion (Topracki, 2010).



Gambar 2.3

Gambar 2. 3 Proses *discharge* pada baterai Li-ion (Topracki, 2010).

Pada baterai Li-ion, terjadi proses perubahan energi kimia menjadi listrik yang sama dengan baterai pada umumnya yaitu melalui proses reduksi-oksidasi. Namun, proses *charging* terjadi akibat adanya pemberian sumber tegangan yang mengakibatkan katoda menjadi lebih negatif dibandingkan dengan anoda. Sehingga kation akan bergerak menuju ke kutub negatif dan anion

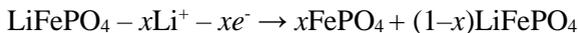
bergerak menuju kutub positif. Akibat dari proses tersebut, katoda akan menghasilkan ion Li dan bergerak menuju anoda melalui elektrolit. Secara bersamaan elektron mengalir dari katoda menuju anoda melalui rangkaian luar (gambar 2.2). Untuk proses *discharge* prosesnya merupakan kebalikan dari *charging* dimana elektron dan ion Li bergerak dari anoda menuju katoda (gambar 2.3).

2.3 Lithium Ferro Phosphate (LFP)

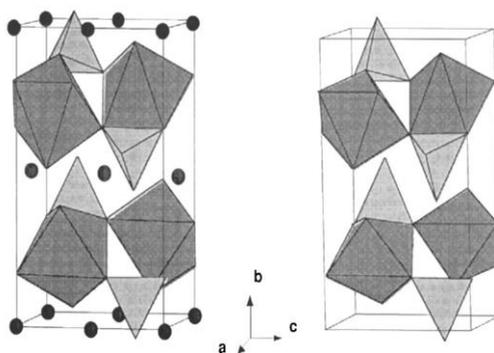
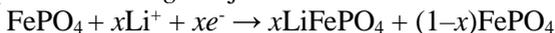
Lithium ferro phosphate (LFP) merupakan material katoda yang terbilang baru pada baterai Li-ion. LFP pertamakali dipublikasikan pada tahun 1997 oleh Goodenough, dkk. kelebihan utama dari LFP adalah *low cost*, suplai material yang melimpah, ramah lingkungan, memiliki *flat voltage profile* (Zhang, 2011), tingkat racun yang rendah, umur *cycle life* yang panjang (Yuici Ge, 2010), serta lebih aman dibandingkan material katoda lainnya karena stabilitas termal yang tinggi (Boxia Lei, 2017). Namun, dibalik kelebihannya tersebut LFP memiliki kapasitas teoritis yang kecil, densitas yang rendah, konduktivitas listrik yang lemah, dan rendahnya difusivitas ionik (Zhang, 2010). Rendahnya perperforma elektrokimia pada LFP dapat diimprovisasi dengan beberapa metode seperti melakukan pelapisan karbon pada LFP, mereduksi ukuran partikel, dan melakukan doping kation (Satyavani, 2016). LFP memiliki dua struktur berbeda, yaitu *olivine* dan NASICON.

Olivine memiliki kapasitas teoritis 170 mAh g^{-1} dan tegangan rata-rata sebesar 3.4 V serta memiliki *cycle life* yang tinggi karena perubahan volume yang rendah yaitu sekitar 6.8% . LFP sendiri memiliki struktur *orthorombic* yang situs Li dan Fe oktahedral dan P pada situs tetrahedral. Atom besi yang berada ditengah-tengah enam atom oksigen yang membentuk struktur oktahedron FeO_6 berada pada bidang $bc \langle 1 1 0 \rangle$ dan rantai linear LiO_6 oktahedral yang paralel terhadap sumbu- $b \langle 0 1 0 \rangle$ yang terhubung bersama dengan PO_4 tetrahedral yang membentuk struktur tiga dimensi yang stabil (Satyavani, 2016). LFP ini termasuk kedalam grup spasi Pnma . Memiliki parameter kisi $a = 10.33 \text{ \AA}$, $b = 6.01 \text{ \AA}$, $c =$

4.69 Å, dan $V = 291.17 \text{ \AA}^3$. Saat pelepasan ion Li, LiFePO_4 menjadi FePO_4 tanpa adanya perubahan struktur kristal. Namun, terdapat perubahan pada parameter kisinya, menjadi $a = 9.81 \text{ \AA}$, $b = 5.79 \text{ \AA}$, $c = 4.78 \text{ \AA}$, dan $V = 271.5 \text{ \AA}^3$ (Zhang, 2011). Saat proses pelepasan ion Li atau saat proses *charge*, reaksi kimianya dapat dituliskan.



dan saat proses *discharge* terjadi reaksi.



Gambar 2.

Gambar 2. 4 Struktur kristal LiFePO_4 (kiri), dan struktur kristal FePO_4 (kanan) (Goodenough, 1997).

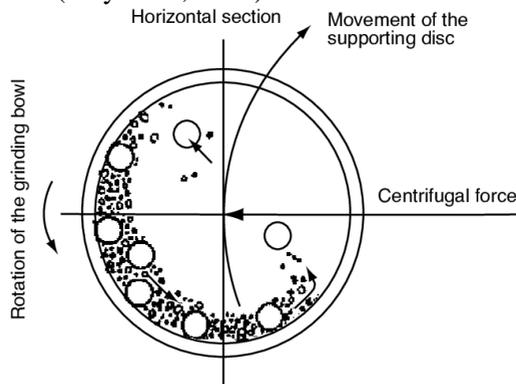
Sedangkan $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ atau NASICON memiliki struktur *polymorph* yaitu monoklinik $\text{Li}_3\text{Fe}_2\text{P}_3\text{O}_{12}$ dengan *space group* ($P2_1/n$) dengan parameter kisi $a=8.561(3)$, $b=8.626(2)$, dan $c=12.026(2)$ dengan $\beta=90.52(3)$ dan volume kisi $V=888.086$ dan $\text{Li}_3\text{Fe}_2\text{P}_3\text{O}_{12}$ trigonal dengan *space group* ($R-3c$) dengan parameter kisis $a=b=8.300(6)$ dan $c=22.53(1)$ dengan volume kisis = 1552.09 (Masquelier, 1998). NASICON memiliki kapasitas teoritis 128.2 mAh/g dan tegangan rata-rata sebesar 2.8 V (Andersson, 2000).

Pada katoda LiFePO_4 ion lithium berdifusi melalui kanal 1D sepanjang arah [010] dengan hambatan energi yang rendah untuk melintas diantara kanal yang disebabkan keadaan transisi FeO_6 pada arah [001] yang berhadapan dengan PO_4 . Dengan energi

migrasi yang rendah pada arah [010] ($E = 0.55 \text{ eV}$) yang lebih rendah dibanding pada arah [001] dan [101] dengan energi 2.89 eV dan 3.36 eV. Yang mengindikasikan bahwa ion lithium pada katoda LiFePO_4 bergerak sepanjang [010]. Transport ion lithium pada kanal 1D ini yang mengakibatkan rendahnya difusi ion pada katoda LiFePO_4 (Feng Yu, 2014).

2.4 Solid State Reaction

Metode *solid state* merupakan metode sintesis dengan melakukan pencampuran bahan dalam keadaan padat (serbuk) tanpa menggunakan pelarut. Metode ini digunakan dalam sintesis LiFePO_4 karena lebih ekonomis dan merupakan metode yang dapat dilakukan dalam pembuatan skala industri. Selain itu metode *solid state* ini merupakan metode termudah untuk mendapatkan struktur kristal yang diinginkan. Namun, metode ini membutuhkan waktu sintesis yang lama dan juga memiliki potensi tumbuh fasa. Dalam mensintesis LFP dengan menggunakan metode *solid state* pada umumnya dilakukan *milling* terlebih dahulu pada prekursor, kemudian dilakukan perlakuan panas (kalsinasi). Biasanya dilakukan dua kali perlakuan, perlakuan pertama (pra-kalsinasi) dengan suhu antara 250-350°C, yang dilakukan untuk membuang gas. Dan perlakuan kedua dengan suhu 700-800°C dilakukan untuk pembentukan struktur kristal, ukuran partikel dan kapasitas *discharge* LFP (Satyavani, 2015).



Gambar 2.

Gambar 2. 5 ilustrasi milling pada *Planetary Ball Mill* (Baheti, 2011).

Proses *milling* dilakukan agar prekursor tercampur secara homogen. Bola *milling* digunakan dengan tujuan memberikan beban berulang pada serbuk yang akan mengakibatkan material terdeformasi plastis sehingga ukuran material dapat tereduksi. Terdapat dua proses *milling* yaitu *dry milling* dan *wet milling*. *Dry milling* merupakan proses dimana pada saat *milling* tidak menggunakan pelarut, sedangkan pada proses *wet milling* digunakan pelarut berupa alkohol, aseton, butanol, benzen dan lainnya yang bergantung pada prekursor yang akan dimilling (Zuffa Annisa, 2015).

“halaman sengaja dikosongkan”

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

i. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah mortar, *cruicible*, *ultrasonic cleaner*, spatula besi dan kaca, alu, gelas beker, ayakan 170 mesh, magnet permanen, timbangan digital, *planetary ball mil*, *furnace*, *X-Ray diffractometer*, *four point probe*. Berikut merupakan foto dari alat *planetary ballmill*.



Gambar 3. 1 *Planetary ball mill*.

ii. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah aquades, alkohol 97%, Fe_3O_4 , Li_2CO_3 , $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, dan glukosa.

3.2 Langkah kerja

1. Disiapkan prekursor seperti Fe_3O_4 , Li_2CO_3 , $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, dan glukosa. Sesuai perhitungan stoikiometri.
2. Bahan dicampurkan dan dihaluskan menggunakan *mortar*.
3. Prekursor *dimilling* selama 6 jam dalam media alkohol.
4. Dilakukan pengeringan dengan suhu 110°C selama 3-4 jam.
5. Kemudian sampel dihaluskan dengan menggunakan *mortar*.
6. Setelah dihaluskan, sampel dikalsinasi pada suhu 400°C selama 10 jam.
7. Sampel yang telah dikalsinasi tadi dihaluskan dan kemudian *dimilling* kembali dengan waktu 3 jam.
8. Kemudian dikeringkan kembali dengan suhu 110°C selama 3 jam.
9. Langkah terakhir yaitu dilakukan kalsinasi pada suhu 750°C untuk setiap variasi waktu penahanan.

3.3 Karakterisasi Bahan

3.3.1 Uji XRD (X-Ray Diffraction)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk menganalisis komposisi fasa bahan. Panjang gelombang yang digunakan adalah $\text{Cu K-}\alpha_1$ dengan panjang gelombang $\lambda=1.54056 \text{ \AA}$. Karakterisasi XRD untuk LFP digunakan sudut $10^\circ\text{-}65^\circ$. Pengujian XRD dilakukan dengan menggunakan alat *X-Ray Diffractometer Philips X'Pert MPD* (gambar 3.2). XRD ini berdasarkan pada hukum Bragg.



Gambar 3. 2 *X-ray Diffractometer.*

3.3.2 Uji PSA (Particle Size Analyzer)

Karakterisasi PSA dilakukan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel LiNiFePO_4 . Pengujian dilakukan dengan menggunakan Zetasizer Nano ZS (gambar 3.3).



Gambar 3. 3 *Particle Size Analyzer.*

3.3.3 Uji SEM (Scanning Electron Microscope)

Karakterisasi SEM dilakukan untuk menganalisis morfologi bahan. Pengujian dilakukan dengan menggunakan

Carl Zeiss EVO MA10 (gambar 3.4) dengan perbesaran 10.000× hingga 25.000×.



Gambar 3. 4 *Scanning Microscope Electrone.*

3.3.4 Uji Konduktif

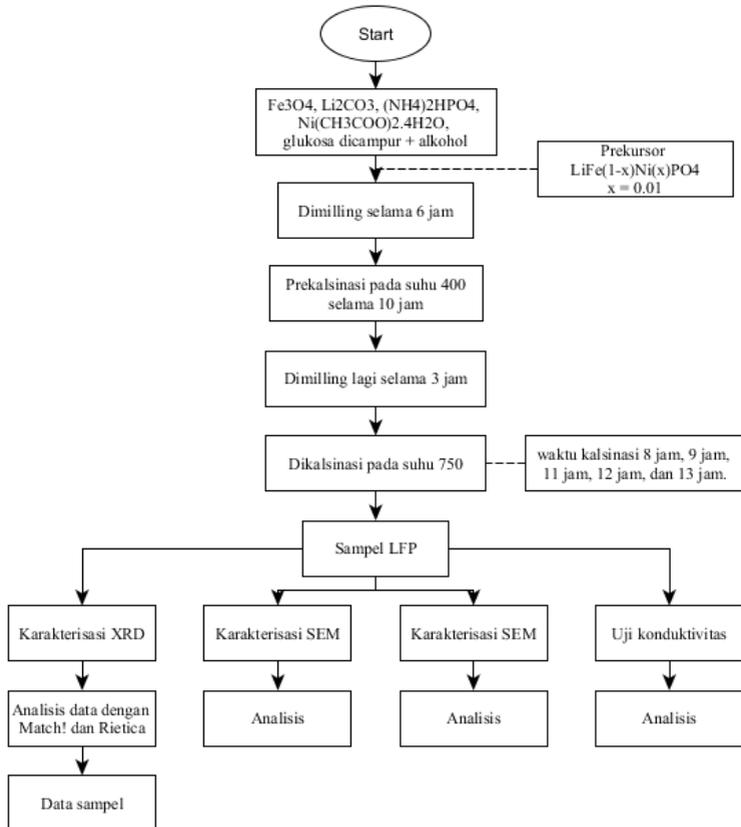
Pengukuran konduktivitas listrik dilakukan dengan menggunakan alat RCL meter FLUKE PM6306 (gambar 3.5) yang terdapat di lab keramik jurusan Fisika Fakultas Ilmu Alam ITS.



Gambar 3. 5 FLUKE PM6306.

3.4 Diagram Alir Penelitian

Berikut merupakan gambar dari alur penelitian yang telah dilakukan.



Gambar 3. 6 Diagram alir penelitian.

“halaman sengaja dikosongkan”

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Sintesis LiFePO₄

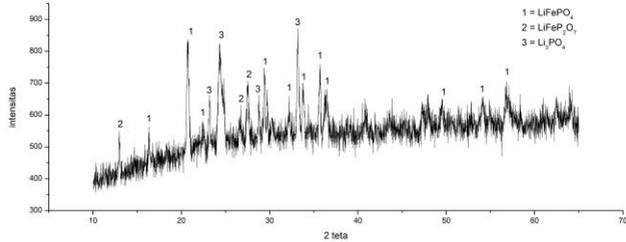
Pada penelitian ini digunakan metode solid *solid state* dalam sintesis pembentukan katoda LiFePO₄. Metode *solid state* ini merupakan metode yang digunakan untuk membentuk sebuah struktur kimiawi dalam kondisi yang ekstrim seperti temperatur dan tekanan yang tinggi (Satyavani, 2015). Dalam penelitian ini dilakukan 2 kali milling dan kalsinasi. Milling dilakukan 2 kali bertujuan untuk mereduksi ukuran partikel prekursornya dan meningkatkan kehomogenannya.

Sedangkan kalsinasi dilakukan pada temperatur 400°C dan 750°C. kalsinasi awal pada suhu 400°C disebut sebagai pre-kalsinasi. Pre-kalsinasi ini bertujuan untuk mendekomposisi prekursor serta menghilangkan gas-gas yang terbentuk dari hasil reaksi seperti H₂O, NH₃, O₂, dan CO₂. Sedangkan untuk kalsinasi yang ke-2 yaitu pada suhu 750 yang merupakan kalsinasi akhir. Temperatur pada kalsinasi akhir ini sangat berpengaruh terhadap pembentukan struktur, ukuran partikel dan kapasitas *discharge* LiFePO₄ (Satyavani, 2015).

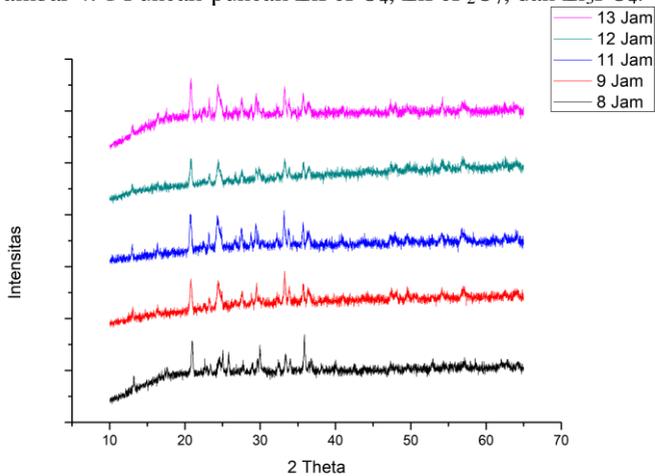
4.2 Analisis XRD

4.2.1 Analisis Fasa dan Komposisi Fasa

Hasil karakterisasi XRD dianalisis secara kualitatif menggunakan perangkat lunak Match!. Dari hasil *search and match* pola difraksi dari sampel menunjukkan (gambar 4.1) adanya fasa pengotor selain fasa LiFePO₄ (COD - 1529151) yaitu fasa LiFeP₂O₇ (COD - 1001451) dan Li₃PO₄ (COD - 9102500). dari *data base*, diketahui bahwa fasa LiFeP₂O₇ memiliki struktur monoklinik dengan *space group* P21 dengan parameter kisi a = 4.8229, b = 8.0813, dan c = 6.9419, dengan β = 109.38°. Sedangkan fasa Li₃PO₄ memiliki struktur orthorombik dengan *space group* Pmn2 dengan parameter kisi a = 6.1150, b = 5.2394, c = 4.8554.



Gambar 4. 1 Puncak-puncak LiFePO_4 , LiFeP_2O_7 , dan Li_3PO_4 .



Gambar 4. 2 Hasil XRD.

Dari hasil pola difraksi yang ada (gambar 4.2), untuk posisi puncak pada seluruh variasi waktu penahanan kalsinasi memiliki posisi yang sama. Selain itu tingginya puncak dan kurusnya lebar puncak mengindikasikan bahwa tingkat kekristalan cukup tinggi, karena semakin lebar puncak menunjukkan ukuran kristalnya yang semakin kecil atau biasa disebut *nanocrystalline (imperfect crystal)*. Analisis kuantitatif untuk mengetahui komposisi fasa dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica*. Dari hasil analisis secara kuantitatif menggunakan *Rietica* untuk seluruh variasi waktu penahanan, didapatkan komposisi fasa sebagai

berikut (tabel 4.1). Dengan variasi waktu penahanan 12 jam memiliki wt% untuk Olivine terbesar.

Tabel 4. 1 komposisi fasa untuk seluruh variasi waktu penahanan.

Sampel	Olivine	LiFeP ₂ O ₇	Li ₃ PO ₄
8 Jam	55.74	20.84	23.43
9 Jam	59.87	28.61	11.52
11 Jam	67.74	22.84	9.42
12 Jam	64.34	24.96	10.71
13 Jam	47.37	37.66	14.97

Terdapatnya impuritas pada sampel, diakibatkan oleh beberapa kemungkinan. Pertama yaitu proses kalsinasi yang tidak dilakukan dalam kondisi inert. Mengontrol keadaan atmosfer saat kalsinasi dilakukan untuk menghindari terjadinya oksidasi yang mengakibatkan munculnya fasa-fasa impuritas.

4.2.2 Analisis Doping Ni pada LiFePO₄

Keberhasilan doping Ni diindikasikan dengan berkurangnya volume kisi yang diakibatkan menurunnya parameter-parameter kisinya (Qing dan Yuan). Hal ini juga diakibatkan lebih kecilnya jari-jari Ni²⁺ (0.69 Å) dibandingkan jari-jari Fe²⁺ (0.74 Å). Dari tabel 4.2 dapat disimpulkan bahwa pendopingan Ni pada katoda LiFePO₄ berhasil. Hal tersebut dibuktikan oleh mengecilnya ukuran volume kisi. Pada sampel 8 jam volumenya lebih besar dibandingkan LFP akan tetapi parameter kisi a dan b mengecil.

Tabel 4. 2 Parameter kisi LiNi_{0.01}Fe_{0.99}PO₄

Sampel	a (Å)	b (Å)	c (Å)	Vol (Å)
LFP	10.297	5.986	4.675	288.072
8 Jam	10.298	5.983	4.679	288.286
9 Jam	10.282	5.979	4.621	284.080
11 Jam	10.272	5.983	4.649	285.715
12 Jam	10.286	5.989	4.664	287.315
13 Jam	10.292	5.983	4.675	287.872

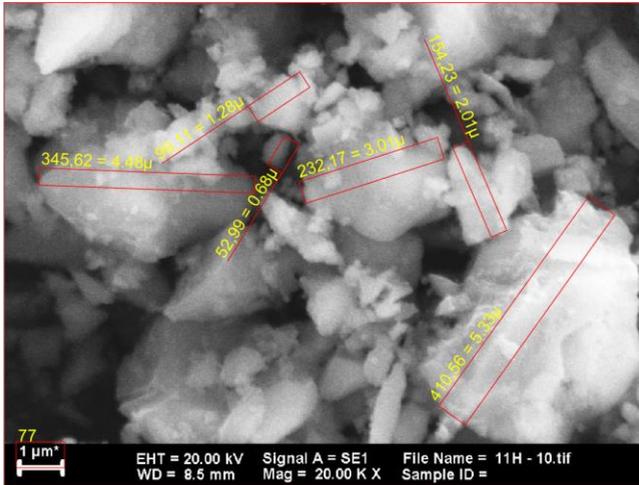
4.3 Analisis Ukuran Partikel

Ukuran partikel didapatkan dengan melakukan pengujian dengan menggunakan alat Zetasizer Nano ZS. Hasil pengujian (tabel 4.3) menunjukkan adanya peningkatan ukuran partikel dari waktu penahanan 8 jam hingga 13 jam. Namun, terjadi penurunan di waktu penahanan 12 jam. Peningkatan ukuran partikel terjadi dikarenakan adanya pertumbuhan kristal pada saat proses kalsinasi. Hasil dari pengujian menggunakan *particle size analyzer* ini merupakan rata-rata dari keseluruhan distribusi ukurannya.

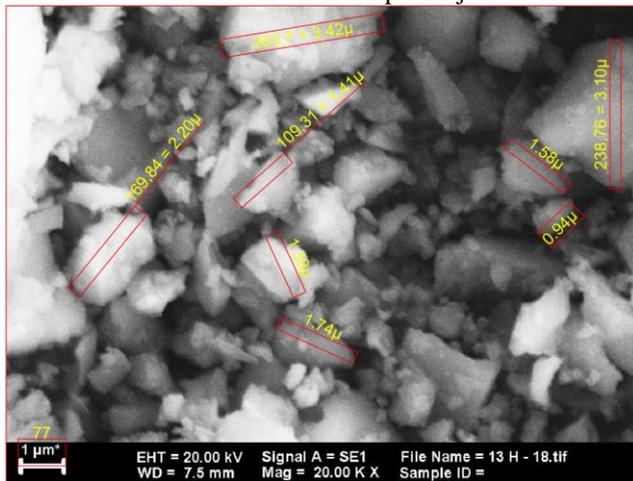
Tabel 4. 3 Hasil pengujian PSA

Sampel	Ukuran (nm)
8 Jam	408.8
9 Jam	1063
11 Jam	3611
12 Jam	3591
13 Jam	3805

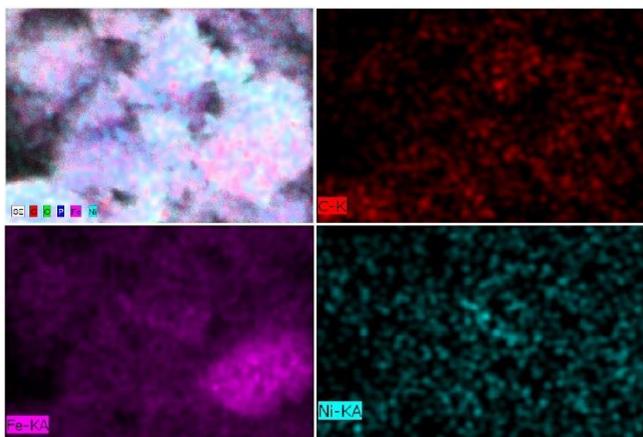
Morfologi permukaan sampel ditunjukkan oleh hasil pengujian SEM pada gambar 4.3 dan 4.4 terlihat distribusi ukuran partikel yang tidak merata. Terdapat berbagai macam ukuran yang terlihat. Pada gambar 4.3 sendiri hasil dengan perbesaran 20.000× menunjukkan ukuran partikel terkecil pada 0.68 μ dan yang terbesar pada 5.33 μ . Jika dirata-ratakan maka hasilnya sebesar 2.79 μ hasil ini lebih kecil dibandingkan hasil pengujian PSA. Sedangkan pada sampel 13 jam (gambar 4.4) menunjukkan partikel terkecil pada 0.94 μ sedangkan yang terbesar pada 3.42 μ .



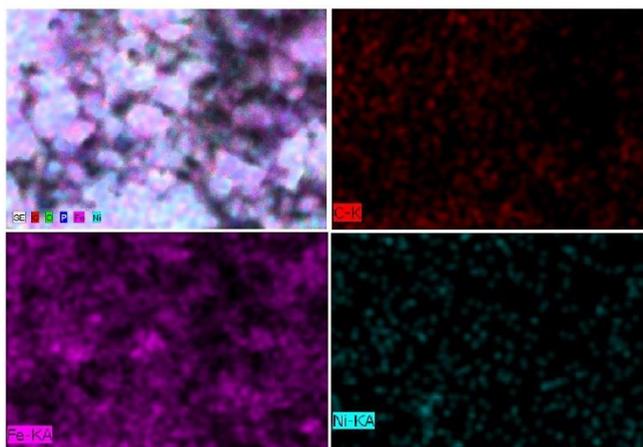
Gambar 4. 3 SEM sampel 11 jam.



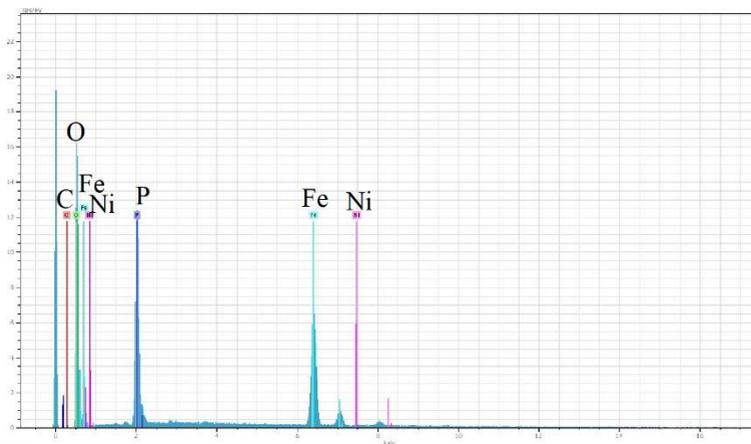
Gambar 4. 4 SEM sampel 13 jam.



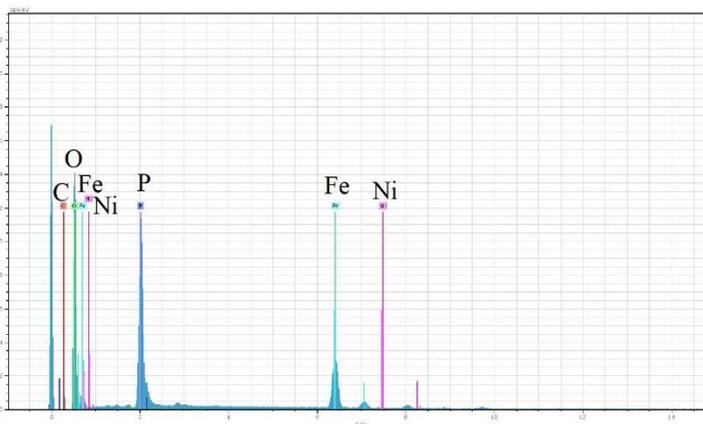
Gambar 4. 5 EDX sampel 11 jam.



Gambar 4. 6 EDX sampel 13 jam.



Gambar 4. 7 Grafik EDX sampel 11 jam.



Gambar 4. 8 Grafik EDX sampel 13 jam.

Hasil analisis EDX menunjukkan komposisi dan persentase dari unsur-unsur kimia yang terkandung didalam sampel. Hasil yang diunjukkan pada gambar 4.5 dan 4.6 menunjukkan bahwa sampel kaya akan unsur Fe (ungu). Selain itu, unsur Ni tersebar secara merata pada sampel yang menunjukkan bahwa unsur Ni (biru) mensubstitusi sebagian unsur Fe yang menandakan bahwa pendopongan pada LiFePO_4 berhasil. Sedangkan unsur karbon (merah) kandungannya sangat rendah, ditandai dengan terlihat

tidak lebih banyak dari unsur Ni. Hal ini dapat menunjukkan bahwa pelapisan karbon pada LiFePO_4 tidak berhasil.

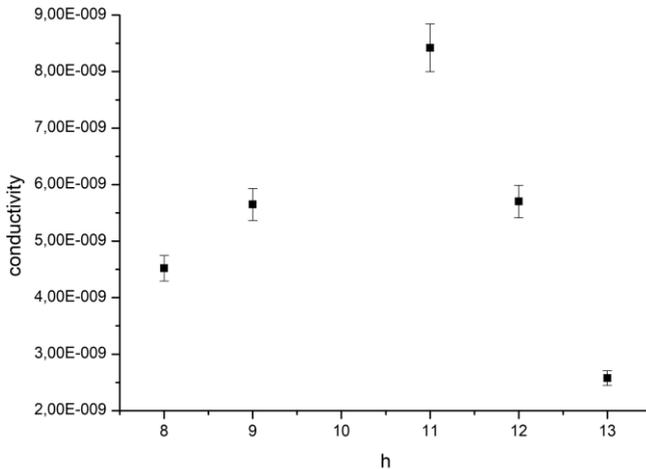
Persentase kandungan unsur-unsur ditunjukkan oleh grafik pada gambar 4.7 dan 4.8. Terlihat bahwa posfor memiliki puncak tertinggi dengan persentase secara berturut-turut 16.96% dan 18.26%. Disusul oleh puncak dari Fe. Dari hasil tersebut, puncak-puncak dari Ni dan karbon tidak terlihat yang menunjukkan kandungannya yang rendah. Pada sampel 11 jam hasil menunjukkan sampel mengandung unsur Fe sebanyak 40.23%, Ni sebanyak 3.27% dan karbon sebanyak 0.07%. sedang pada sampel 13 jam hasil menunjukkan bahwa sampel mengandung unsur Fe sebanyak 43.68%, Ni sebanyak 2.30%, dan karbon sebanyak 1.23%. dari persentase kandungan unsur tersebut terlihat bahwa sampel memiliki kandungan karbon yang sangat rendah.

4.4 Analisis Sifat Konduktivitas Listrik

Pengujian konduktivitas listrik dilakukan dengan menggunakan alat FLUKE PM6306 pada frekuensi 5 KHz. Berdasarkan hasil pengujian konduktivitas, didapatkan hasil yang ditunjukkan pada tabel 4.4 dan gambar 4.9. Hasil menunjukkan bahwa meningkatnya sifat konduktivitas listrik berbanding lurus dengan meningkatnya persentase kandungan fasa LiFePO_4 . Dengan konduktivitas tertinggi yaitu pada sampel waktu penahanan 11 jam dengan konduktivitas 8.42×10^{-9} S/cm yang memiliki kandungan fasa LiFePO_4 sebanyak 67.74%.

Tabel 4. 4 Hasil pengujian konduktivitas.

Sampel	Konduktivitas
LiFePO_4/C	4.16×10^{-9} S/cm
8 Jam	4.51×10^{-9} S/cm
9 Jam	5.65×10^{-9} S/cm
11 Jam	8.42×10^{-9} S/cm
12 Jam	5.70×10^{-9} S/cm
13 Jam	2.57×10^{-9} S/cm



Gambar 4. 9 Grafik hasil pengujian sifat konduktiv listrik.

Katoda LiFePO_4 memiliki ikatan kovalen oksigen yang kuat sehingga mengakibatkan lemahnya difusi ionik serta konduktivitas listriknya (10^{-9} cm/s). rendahnya performa tersebut dapat ditingkatkan melalui beberapa metode yaitu melakukan pelapisan karbon, doping kation, dan reduksi ukuran partikel. dalam penelitian yang dilakukan oleh Yucui Ge, 2010, nilai konduktivitas dari katode LiFePO_4/C yang didoping Ni sebesar 2.1×10^{-1} S/cm. Sedangkan LiFePO_4 sebesar 5.6×10^{-9} S/cm, untuk LiFePO_4/C sebesar 8.3×10^{-2} S/cm. Nilai konduktivitas sampel pada tabel 4.4 sangat jauh dibandingkan dengan nilai konduktivitas LiFePO_4/C doping Ni yang dilakukan oleh Yucui Ge. Namun, dalam penelitian yang dilakukan oleh Rui Qing, LiFePO_4 yang hanya didoping Ni tanpa dilakukan pelapisan karbon memiliki nilai konduktivitas sebesar 10^{-7} S/cm sampai dengan 10^{-9} S/cm. sehingga dapat disimpulkan pelapisan karbon pada sampel kurang merata. Hal ini ditunjukkan juga oleh hasil EDX.

“halaman sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut.

1. Katoda LiFePO_4 dengan doping Ni telah berhasil disintesis. Namun pelapisan karbon tidak merata.
2. Terdapat 2 fasa impuritas yaitu LiFeP_2O_7 dan Li_3PO_4 . Kandungan fasa LiFePO_4 tertinggi yaitu pada sampel dengan waktu penahanan 11 jam dengan persentase berat 67.74%.
3. Konduktivitas listrik dari katoda LiFePO_4 dengan doping Ni meningkat seiring bertambahnya kandungan LiFePO_4 . Dengan nilai konduktivitas tertinggi pada sampel dengan waktu penahanan 11 jam yaitu 8.42×10^{-9} S/cm.

5.2 Saran

1. Disarankan untuk menggunakan Fe_3O_4 hasil co-presipitasi dibandingkan Fe_3O_4 hasil *milling* dikarenakan hasil co-presipitasi memiliki ukuran yang sangat kecil.
2. Mengendalikan keadaan atmosfer ketika melakukan kalsinasi untuk menghindari terjadinya oksidasi.
3. Melakukan pengujian yang lebih seperti *cyclic voltametry* (CV), *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS), dan *charge – discharge* (CD).

“halaman sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- A.K. Phadi, K.S. Nanjundaswamy, J.B. Goodenough. Phospho-olivines as Positive-Electrode Materials for Rechargeable Lithium Batteries. *J. Electrochem. Soc.*, 144 (1997) 1188.
- Boxia Lei, Wenjiao Zhao, Carlos Ziebert, Nils Uhlmann, Magnus Rohde, J. S. Hans. Experimental Analisis of Thermal Runaway in 18650 Cylindrical Li-Ion Cells Using an Accelerating Rate Calorimeter. *Batteries*, 3 (2017) 14.
- Chaofeng Liu, Zachary G. Neale, Gouzhong Cao. Understanding Electrochemical Potentials of Cathode Materials in Rechargeable Batteries. *Materials Today*, 19 (2016) 109.
- Dessy Putry Efhana, Mochammad Zainuri. Pengaruh Variasi Waktu Penahanan Proses Kalsinasi Terhadap Prekursor Bahan Katoda *Lithium Ferrophospate* (LFP). *J. Sains dan Seni*, 3 (2014) 2337-3520.
- Di zhang, Rui Cai, yinke Zhou, Zongping Shao, Xiao-Zjen Liao, Zi-Feng Ma. Effect of Milling Method and Time on The Properties and Electrochemical Performance of LiFePO_4/C Composites Prepared by Ball Milling and Thermal Treatment. *Electrochimica Acta*, 55 (2010) 2653-2661.
- Feng Yu, Lili Zhiang, Yingchun Li, Yongxin Au, Mingyuan Zhu, Bin Dai. Mechanism Studies of LiFePO_4 Cathode material: Lithiation/Delithiation Process, Electrochemical Modification and Synthetic Reaction. *RSC Adv*, 4 (2014) 54576-54602.
- Hao Yuan, Xianyou Wang, Qiang WI, Hongbo Shu, Xiukang Yang. Effect of Ni and MN doping on Physicochemical and Electrochemical Performances of LiFePO_4/C . *Journal of Alloys and Coumpounds*, 675 (2016) 187-194.
- Hee-Chol Kang, Dae-Kyoo Jun, Bo jin, En Mei Jin. Optimized Solid-state Synthesis of LiFePO_4 Cathode Materials

- Using Ball-milling. *Journal of Power Sources*, 197 (2008) 340-346.
- Naoki Nitta, Feixiang Wu, Jung Tae Lee, Gleb Yushin. Li-ion Battery Materials: Present and Future. *Materials Today*, 00 (2014) 00.
- Rui Qing, Ming-che Yang, Ying Shirleu Meng, Wolfgang Sigmund. Synthesis of $\text{LiNi}_x\text{Fe}_{1-x}\text{PO}_4$ Solid Solution as Cathode Materials for Lithium Ion Batteries. *Electrochimica Acta*, 108 (2013) 827-832.
- S.A. Anna, T.O. John, Beaa kalska, H. Lennart. Thermal Stability of LiFePO_4 Based Cathodes. *Electrochemical an Solid-state Letters*, 3 (2000) 66-68.
- T.V.S.L. Satyavani, A. Srinivas Kumar, P.S.V. Subba Rao. Methods of Synthesis and Performance Improvement of Lithium Iron Phosphate for High Rate Li-ion Batteries: A Review. *Enginnering Science and Technology*, 19 (2016) 178-188.
- Wei-jun Zhang. Structure and Performance of LiFePO_4 Cathode Materials: A Review. *Journal of Power Sources*, 196 (2011) 2962-2970.
- Yucui Ge, Xuedong Yan, Jing Liu, Xianfa Zhang, Jiawei Wang, Xinguang He, Rongshun Wang, Haiming Xie. An Optimized Ni Doped LiFePO_4/C Nanocomposite with Excellent Rate Performance. *Electrochimica Acta*, 55 (2010) 5886-5890.

LAMPIRAN A

Tabel Lampiran 1. Hasil rietica sampel 8 jam.

Kecocokan	GoF	2.262
	R-Bragg	6.62
Phase scale	0.411089E-04	

Tabel Lampiran 2. Hasil rietica sampel 9 jam.

Kecocokan	GoF	3.293
	R-Bragg	6.27
Phase scale	0.100000E-03	

Tabel Lampiran 3. Hasil rietica sampel 11 jam.

Kecocokan	GoF	3.68 5
	R-Bragg	5.12
Phase scale	0.185803E-04	

Tabel Lampiran 4. Hasil rietica sampel 12 jam.

Kecocokan	GoF	2.984
	R-Bragg	5.76
Phase scale	0.100000E-04	

Tabel Lampiran 5. Hasil rietica sampel 13 jam.

Kecocokan	GoF	2.826
	R-Bragg	4.16
Phase scale	0.100000E-03	

“halaman sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN B

Size Distribution Report by Intensity v2.2



Sample Details

Sample Name: 8 Jam 1
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

File Name: Fahu 2017.dts Dispersant Name: Methanol
Record Number: 10 Dispersant RI: 1,326
Material RI: 1,67 Viscosity (cP): 0,5476
Material Absorbtion: 0,093 Measurement Date and Time: 15 December 2017 14:32:46

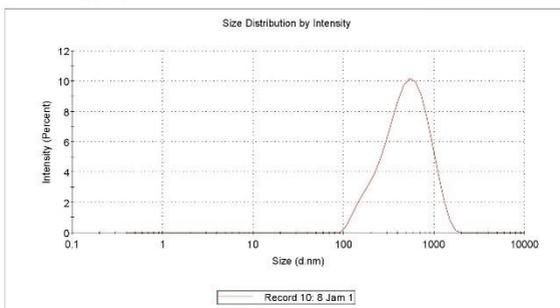
System

Temperature (°C): 25,0 Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 380,8 Measurement Position (mm): 0,65
Cell Description: Disposable sizing cuvette Attenuator: 5

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...)
Z-Average (d.nm): 408,8	Peak 1: 544,1	100,0	290,5
Pdl: 0,230	Peak 2: 0,000	0,0	0,000
Intercept: 0,871	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

Result quality **Good**



Gambar Lampiran 1. Hasil PSA sampel 8 jam.

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: 9 jam 5
 SOP Name: mnssettings.nano
 General Notes:

File Name: Fahru 2017.dts	Dispersant Name: Methanol
Record Number: 9	Dispersant RI: 1,326
Material RI: 1,67	Viscosity (cP): 0,5476
Material Absorbtion: 0,093	Measurement Date and Time: 14 December 2017 16:03:06

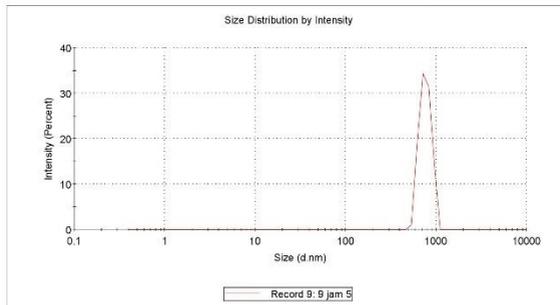
System

Temperature (°C): 25,0	Duration Used (s): 80
Count Rate (kcps): 167,0	Measurement Position (mm): 4,65
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 6

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...)
Z-Average (d.nm): 1063	Peak 1: 762,1	100,0	109,9
Pdl: 0,368	Peak 2: 0,000	0,0	0,000
Intercept: 0,904	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

Result quality **Refer to quality report**



Gambar Lampiran 2. Hasil PSA sampel 9 jam.

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: 11 jam 2
 SOP Name: mansettings.nano
 General Notes:

File Name: Fahrhu 2017.dts	Dispersant Name: Methanol
Record Number: 16	Dispersant RI: 1,326
Material RI: 1,67	Viscosity (cP): 0,5476
Material Absorbtion: 0,093	Measurement Date and Time: 15 December 2017 14:50:09

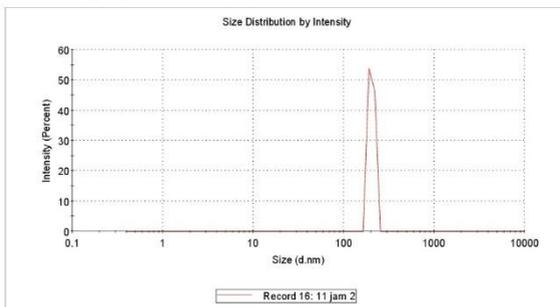
System

Temperature (°C): 25,0	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 307,9	Measurement Position (mm): 4,65
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 8

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 3611	Peak 1: 204,0	100,0	14,99
Pdl: 1,000	Peak 2: 0,000	0,0	0,000
Intercept: 1,27	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

Result quality **Refer to quality report**



Gambar Lampiran 3. Hasil PSA sampel 11 jam.

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: 12 Jam 4
 SOP Name: mansettings.nano
 General Notes:

File Name: Fahrु 2017.dts	Dispersant Name: Methanol
Record Number: 28	Dispersant RI: 1,326
Material RI: 1,67	Viscosity (cP): 0,5476
Material Absorbtion: 0,093	Measurement Date and Time: 15 December 2017 15:39:07

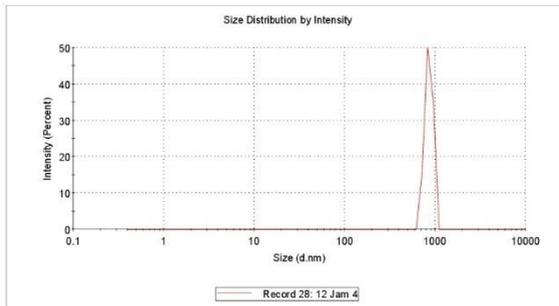
System

Temperature (°C): 25,0	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 681,4	Measurement Position (mm): 0,85
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 9

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...)
Z-Average (d.nm): 3591	Peak 1: 853,2	100,0	83,98
Pdl: 0,626	Peak 2: 0,000	0,0	0,000
Intercept: 0,629	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

Result quality **Refer to quality report**



Gambar Lampiran 4. Hasil PSA sampel 12 jam.

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: 13 Jam 5
 SOP Name: mansettings.nano
 General Notes:

File Name: Fahrु 2017.dts	Dispersant Name: Methanol
Record Number: 24	Dispersant RI: 1,326
Material RI: 1,67	Viscosity (cP): 0,5476
Material Absorbtion: 0,093	Measurement Date and Time: 15 December 2017 15:21:06

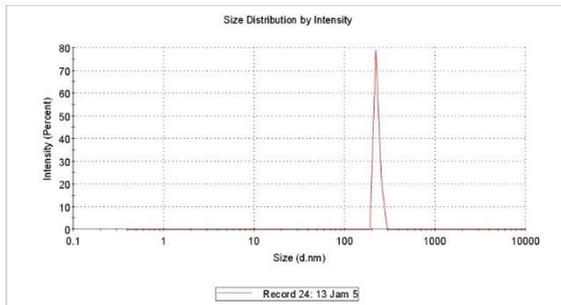
System

Temperature (°C): 25,0	Duration Used (s): 80
Count Rate (kcps): 136,7	Measurement Position (mm): 0,85
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 7

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 3805	Peak 1: 227,6	100,0	14,22
Pdl: 1,000	Peak 2: 0,000	0,0	0,000
Intercept: 1,23	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

Result quality **Refer to quality report**

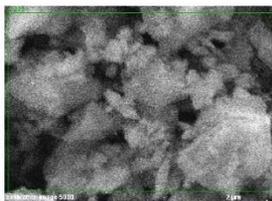


Gambar Lampiran 5. Hasil PSA sampel 13 jam.

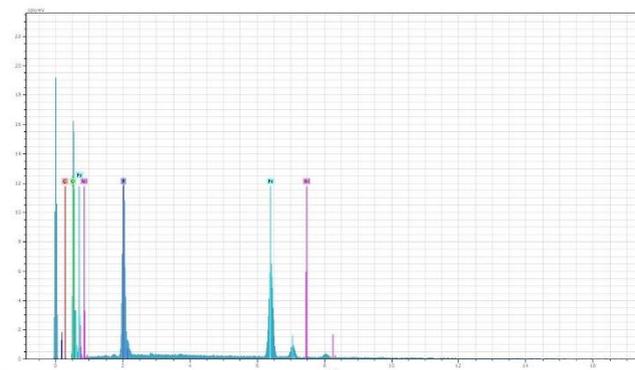
“halaman sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN C

11 H



calibration image 5000Date:12/18/2017
12:26:16 PMImage size:512 x
384Mag:20000xHV:20.0kV



3 228 Date:12/18/2017 12:27:04 PM HV:20.0kV Puls th.:5.68kcps

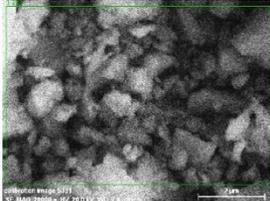
El	AN	Series	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
			[wt. %]	[wt. %]	[at. %]	[%]
Fe	26	K-series	40.23	41.92	20.32	1.1
O	8	K-series	35.45	36.94	62.50	4.3
F	15	K-series	16.96	17.67	15.44	0.7
Ni	28	K-series	3.27	3.41	1.57	0.1
C	6	K-series	0.07	0.07	0.16	0.1
Total:			95.98	100.00	100.00	

12/18/2017

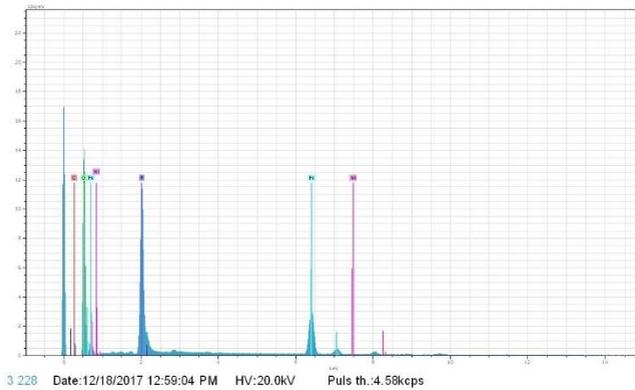
7. Page

Gambar Lampiran 6. EDX sampel 11 jam.

13 H



calibration image 5001Date:12/18/2017
12:58:15 PMImage size:512 x
384Mag:20000xHV:20.0kV



3 228 Date:12/18/2017 12:59:04 PM HV:20.0kV Puls th.:4.58kcps

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	43.68	49.77	70.73	5.0
Fe	26	K-series	22.29	25.40	10.34	0.6
P	15	K-series	18.26	20.81	15.28	0.7
Ni	28	K-series	2.30	2.62	1.01	0.1
C	6	K-series	1.23	1.40	2.64	0.3
Total:			87.76	100.00	100.00	

12/18/2017

10. Page

Gambar Lampiran 7. EDX sampel 13 jam.

LAMPIRAN D

Perhitungan konduktivitas

$$\text{Jari-jari pelet} = 0.775 \text{ cm}$$

$$\begin{aligned}\text{Luas} &= 3.14 \times (0.775)^2 \\ &= 1.885 \text{ cm}^2\end{aligned}$$

Konduktivitas dihitung dengan persamaan

-
1. Konduktivitas sampel 8 jam

$$R = 4.93 \times 10^7 \Omega$$

$$4.51 \times 10^{-9} \text{ S/cm}$$

2. Konduktivitas sampel 9 jam

$$R = 3.58 \times 10^7 \Omega$$

$$5.65 \times 10^{-9} \text{ S/cm}$$

3. Konduktivitas sampel 11 jam

$$R = 3.78 \times 10^7 \Omega$$

$$8.42 \times 10^{-9} \text{ S/cm}$$

4. Konduktivitas sampel 12 jam

$$R = 4.28 \times 10^7 \Omega$$

$$5.70 \times 10^{-9} \text{ S/cm}$$

5. Konduktivitas sampel 13 jam

$$R = 1.03 \times 10^7 \Omega$$

$$2.57 \times 10^{-9} \text{ S/cm}$$

“halaman sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis dikenal dengan nama **Fahru Mareta**. Merupakan anak pertama dari dua saudara. Penulis dilahirkan di Bandung, 19 Maret 1995. Penulis telah menempuh pendidikan di TK Krida Nusantara, SD Negeri Cilengkrang 1, SMP Negeri 46 Bandung, dan SMA Negeri 26 Bandung. Selama menjalani perkuliahan, penulis hanyalah mahasiswa biasa.