TESIS – TL142501

Analisis Pengaruh Waktu Pembakaran Gas Asetilen Dan Waktu *Milling* Terhadap Hasil Sintesis dan Performa Elektrokimia Anoda Baterai dari Material $Li_4Ti_5O_{12}$

AMALIA MA'RIFATUL MAGHFIROH
NRP. 02511550010203

DOSEN PEMBIMBING
Dr. Lukman Noerochim, ST., M.Sc
Diah Susanti, S.T.,M.T.,Ph.D

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

TESIS – TL142501

ANALYSIS OF INFLUENCED EFFECT OF GAS ASETYLENE AND MILLING TIME ON THE RESULT OF SYNTHESIS AND ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE ANODA BATTERY FROM MATERIAL $Li_4Ti_5O_{12}$

AMALIA MA'RIFATUL MAGHFIROH
NRP. 02511550010203

ADVISOR
Dr. Lukman Noerochim, ST., M.Sc
Diah Susanti, S.T.,M.T.,Ph.D

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

LEMBAR PENGESAHAN

TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar

Magister Teknik

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

Amalia Ma'rifatul Maghfiroh

NRP 02511550010203

Tanggal Ujian : 10 Januari 2018

Periode Wisuda : Maret 2018

Disetujui oleh:

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

Dekan Fakultas Teknologi Industri – ITS

Dr. Bambang Lelono Widjiantoro, S.T., M.T.
NIP. 196905071995121001

ANALISIS PENGARUH WAKTU PEMBAKARAN GAS ASETILEN DAN WAKTU *MILLING* TERHADAP HASIL SINTESIS DAN PERFORMA ELEKTROKIMIA ANODA BATERAI DARI MATERIAL $Li_4Ti_5O_{12}$

Nama Mahasiswa	: Amalia Ma'rifatul Maghfiroh
NRP	: 02511550010203
Dosen Pembimbing	: Dr. Lukman Noerochiem, S.T., M.Sc.
Ko - Pembimbing	: Diah Susanti, ST., MT., Ph.D

ABSTRAK

Sintesis $Li_4Ti_5O_{12}$ telah dilakukan untuk aplikasi komponen anoda pada baterai ion lithium. Sintesis dilakukan dengan metode *solid state reakction* (SSR) dari bahan Li_2CO_3 dan TiO_2. Penelitian dilakukan untuk mendapatkan performa baterai yang baik yaitu dengan melakukan variasi waktu pemberian gas asetilen (0, 10, dan 20 menit) dan waktu milling (2, 3, dan 4 jam). Gas asetilen digunakan untuk pelapisan carbon pada material $Li_4Ti_5O_{12}$. Proses diawali milling dengan ball milling sesuai variasi yang ditentukan, kemudian dikalsinasi pada suhu 750 ^{0}C dengan waktu penahanan 6 jam. Kemudian dilakukan pemberian gas asetilen sesuai dengan variasi yang digunakan. Identifikasi fasa dilakukan dengan *X-ray Diffraction*, struktur mikro dengan SEM-EDX, performa elektrokimia dengan *Cyclic Voltammetry* (CV), *Charge-Discharge* (CD) dan *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS).* Material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu milling 2 jam telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode solid state reaction. Analisis struktur kristal dengan alat uji XRD menunjukkan komposisi fasa tunggal yaitu fasa $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan JCPDS 04-0477 pada waktu milling 2 jam dengan temperatur kalsinasi 750 ^{0}C selama 6 jam. Hasil SEM menunjukkan homogenitas ukuran partikel antara 0,309 – 0,326 µm dalam sampel dengan waktu milling 2 jam sudah cukup baik dengan bentuk partikel bulat namun masih adanya aglomerasi yang disebabkan temperatur yang tinggi ketika proses pemberian gas asetilen. Hasil Carbon Analyzer menunjukkan bahwa *coating carbon* yang diinginkan masih sangat sedikit yakni berkisar 0,06 untuk waktu pemberian gas asetilen 10 menit dan 0,09 % untuk waktu pemberian gas asetilen 20 menit. Material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu pemberian gas asetilen 10 menit pada waktu milling 2 jam memiliki kapasitas discharging yang tinggi yakni 600 mAh/g. Tingginya nilai kapasitas discharge juga didukung dengan hasil XRD yang hanya memiliki satu fasa, nilai ΔE pada pengujian CV juga rendah yakni 0,17 V. Sedangkan nilai Rct hasil pengujian EIS adalah 93,471 Ω. Untuk nilai difusi ion Li material $Li_4Ti_5O_{12}$ sebesar 1,22 x 10^{-11} $cm^{-2}s^{-1}$.

Kata kunci *:* Anoda $Li_4Ti_5O_{12}$/C, Gas Asetilen, *Solid State Reaction*, performa elektrokimia

Halaman ini sengaja dikosongkan

ANALYSIS OF INFLUENCED EFFECT OF GAS ASETYLENE AND MILLING TIME ON THE RESULT OF SYNTHESIS AND ELECTROCHEMICAL PERFORMANCE ANODA BATTERY FROM MATERIAL $Li_4Ti_5O_{12}$

Name	: Amalia Ma'rifatul Maghfiroh
NRP	: 02511550010203
Advisor	: Dr. Lukman Noerochim, S.T., M.Sc
Co – Advisor	: Diah Susanti, ST., MT., Ph.D

ABSTRACT

$Li_4Ti_5O_{12}$ synthesis has been performed for the application of anode components in lithium ion batteries. Synthesis is done by solid state reakction (SSR) method of Li_2CO_3 and TiO_2. The study was conducted to obtain a good battery performance by varying the time of giving acetylene gas (0, 10, and 20 minutes) and milling time (2, 3, and 4 hours). Acetylene gas is used for carbon coating on the $Li_4Ti_5O_{12}$ material. The process begins with milling with ball milling according to the specified variation, then calcined at a temperature of 750 ^{0}C with 6 hours of holding time. Then do the gas acetylene in accordance with the variations used. The phase identification is done by X-ray Diffraction, microstructure with SEM-EDX, electrochemical performance with Cyclic Voltammetry (CV), Charge-Discharge (CD) and Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS). $Li_4Ti_5O_{12}$ material with 2-hour milling time has been successfully synthesized using solid state reaction method. Analysis of crystal structure with XRD test apparatus showed single phase composition ie $Li_4Ti_5O_{12}$ phase with JCPDS 04-0477 at 2 hours milling with 750 ^{0}C calcining temperature for 6 hours. The SEM results show a homogeneity of particle size between 0.309 - 0.326 μm in a sample with a 2-hour milling time is good enough with a spherical particle shape but still agglomeration due to high temperature when the acetylene gas process is applied. Carbon Analyzer results indicate that the desired carbon coating is still very low at 0.06 for 10 minutes and 0.09% of acetylene gas for 20 minutes of acetylene gas. $Li_4Ti_5O_{12}$ material with 10 minutes of acetylene gas at 2 hours milling time has a high discharging capacity of 600 mAh / g. The high discharge capacity value is also supported by XRD result which has only one phase, the value of ΔE in CV test is also low that is 0.17 V. While Rct value of EIS test result is 93,471 Ω. For Li ion diffusion value of Li4Ti5O12 material is 1,22 x 10-11 cm-2s-1..

Keywords*:* Anode Battery $Li_4Ti_5O_{12}$ / C, Acetylene Gas, Solid State Reaction, electrochemical performance

Halaman ini sengaja dikosongkan

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb

Alhamdulillahirobbil'alamin, puji syukur kehadirat Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat, hidayah serta kasih sayang-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan proposal tesis yang berjudul **"Analisis Pengaruh Waktu Pembakaran Gas Asetilen dan *Waktu Milling* terhadap Hasil Sintesis dan Performa Elektrokimia Anoda $Li_4Ti_5O_{12}$"** Tidak lupa pula untaian sholawat dan salam kepada Rosulullah Muhammad SAW, Nabi yang menuntun manusia dari zaman yang biadab menuju zaman yang beradab, yang penuh dengan ilmu pengetahuan luar biasa saat ini.

Dengan ini penulis menyadari bahwa penulis tesis ini tidak akan tersusun dengan baik tanpa adanya bantuan dari pihak-pihak yang terkait. Oleh karena itu, pada kesempatan ini tidak lupa juga penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam kegiatan penelitian maupun dalam penyusunan penulisan tesis ini.

Ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya penulis ucapkan kepada:

1. Orang tua dan keluarga yang senantiasa memberikan motivasi dan doa kepada penulis agar diberi kemudahan dalam menyelesaikan tesis ini.
2. Bapak Dr. Lukman Noerrochim, S.T.,M.Sc selaku dosen pembimbing yang memberikan banyak kesabaran, waktu dan ilmu dalam membimbing penelitian dan penulis agar tesis ini tersusun dengan baik dan benar.
3. Ibu Diah Susanti, ST.,M.T.,Ph.D selaku dosen pembimbing kedua yang bersedia meluangkan waktu untuk memberikan masukan dan bimbingannya hingga tesis ini terselesaikan.
4. Bapak Dr. Ir. Bambang Prihandoko, MT selaku ketua konsorsium baterai Nasional, LIPI-Fisika dan Pembimbing selama melakukan pengujian di LIPI-Fisika yang telah memberikan banyak masukan dan kesempatan penulis untuk melakukan pengujian performa baterai.
5. Bapak Slamet yang telah membantu pengujian selama berada di Fisika LIPI.

6. Prof. Ir. Joni Hermana, M.Sc. ES. Ph.D selaku rektor Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
7. Dr. Agung Purniawan, ST, M.Sc selaku ketua jurusan Teknik Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
8. Segenap dosen, Laboran dan admin jurusan teknik material dan metalurgi institut teknologi sepuluh nopember Surabaya yang senantiasa membantu dan memberikan ilmu pengetahuan serta pengarahannya.
9. Teman-teman seperjuangan tim baterai I Made Ananta Nugraha, Ahmad fikrie, dan Habib yang mau mendengan keluh kesah serta bertukar pendapat kepada penulis, serta terus maju bersama agar tesis ini dapat berjalan dengan baik.
10. Teman-teman seperjuangan di Fisika Lipi mbak Nur, mbak Rani dan bang verion yang selalu menemani ketika penulis melakukan pengujian di Fisika LIPI.
11. Teman-teman jurusan teknik material dan metalurgi institut teknologi sepuluh nopember Surabaya yang memberikan motivasi agar terselesaikannya tesis ini.
12. Teman-teman pondok, dan fisika 2011 yang selalu memberikan semangat agar terus maju untuk segera menyelesaikan tesis ini.
13. Semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung memberikan dukungan dalam penulisan tesis ini.

Dalam Penyusunan tesis ini, penulis sangat menyadari masih ada banyak kekurangan dan kekeliruan dikarenakan keterbatasan kemampuan. Dengan kerendahan hati, segala kritik dan saran yang bersifat membangun sangat penulis harapkan untuk kesempurnaan tesis ini. Akhir kata, semoga tesis ini dapat menambah khasanah pustaka dan bermanfaat bagi orang lain.

Surabaya, Januari 2018

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN i
ABSTRAK iii
ABSTRACT v
KATA PENGANTAR vii
DAFTAR ISI ix
DAFTAR GAMBAR xiii
DAFTAR TABEL xvii
BAB 1 PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Perumusan Masalah 3
1.3 Tujuan Penelitian 3
1.4 Batasan Masalah 3
1.5 Manfaat Penelitian 4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI
2.1 Konsep Dasar Baterai Ion Lithium 5
2.2 Sifat-Sifat Dasar Baterai 6
2.3 Komponen Baterai Ion Lithium 7
2.3.1 Anoda (Elektroda Negatif) 7
2.3.2 Katoda (Elektroda Positif) 8
2.3.3 Elektrolit 9
2.3.4 Separator 10
2.4 Cara Kerja Baterai Ion Lithium 10
2.5 Struktur Kristalin Anoda LTO 11
2.6 Tinjauan Pustaka Terkait Dengan Penelitian Sebelumnya 13
2.7 Bahan Pembentuk LTO/C 20
2.7.1 Li_2CO_3 (Lithium Carbonate) 21
2.7.2 TiO_2 (Titanium Oxide) 21

2.7.3 Acetylene Gas 22
BAB III METODE PENELITIAN
3.1 Diagram Alir Penelitian 23
3.1.1 Diagram Alir Sintesis Prekursor $Li_4Ti_5O_{12}$/C 23
3.1.2 Diagram Alir Proses Pembuatan Elektroda 24
3.2 Bahan dan Alat 25
3.2.1 Bahan Dan Alat Pembuatan Anoda $Li_4Ti_5O_{12}$/C 25
3.2.2 Bahan Dan Alat Pembuatan *Working Electrode* 25
3.3 Prosedur Penelitian 26
3.3.1 Sintesis Anoda $Li_4Ti_5O_{12}$/C 26
3.3.2 Pembuatan *Working Electrode* 26
3.3.3 Assembling Baterai Ion Lithium Cell 27
3.4 Pengujian 27
3.4.1 *X-Ray Difraction* (XRD) 27
3.4.2 *Scanning Electron Microscope* (SEM) 30
3.4.3 *Carbon Analyzer* 31
3.4.4 *Cyclic Voltammatry* (CV) 33
3.4.5 *Charge/Discharge* (CD) 34
3.4.6 *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) 35
3.5 Rancangan Penelitian 37
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN
4.1 Hasil Pengujian dan Analisis X-Ray Diffraction 39
4.2 Hasil Pengujian dan Analisis SEM-EDX 44
4.3 Hasil Pengujian dan Analisis Carbon Analyzer 48
4.4 Hasil Pengujian dan Analisis Cyclic Voltammetry 49
4.5 Hasil Pengujian dan Analisis Charge-Discharge 54
4.6 Hasil Pengujian dan Analisis (EIS) 57

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan 65

5.2 Saran.....66

DAFTAR PUSTAKA 67

LAMPIRAN.....71

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Perbandingan Bahan Elektroda Positif dan Negatif 6
Gambar 2.2 Perbandingan Energi Gravimetri Dengan Densitas Energi Volumetri Pada Baterai Li-Ion 7
Gambar 2.3 Proses Charge/discharge Baterai Ion-Lithium 11
Gambar 2.4 Kedudukan Atom-Atom Dalam 2 Subsel Unit Kubik Dari Struktur Spinel $Li_4Ti_5O_{12}$ 11
Gambar 2.5 Rate Performance Dari Komposit LTO/C Yang Dikalsinasi Pada Temperatur 600, 700, 800, 900 ^{0}C Dengan Range Tegangan Dari 1 Sampai 2,5 V 13
Gambar 2.6 Performa Dari Tes Sel (Li/LTO) Dengan Serbuk Yang Dikalsinasi pada temperatur 600, 700, 800, Dan 900 ^{0}C Sebagai Material Elektroda Pada Perbedaan Discharge Rates Pertama 14
Gambar 2.7 Kurva Hasil XRD Material Yang Telah Dikalsinasi Dan Dialiri Gas Acetylene Selama 5,10,15 Dan 20 Menit 15
Gambar 2.8 Kurva Charge/Dscharge Dari Tanpa Dan Penambahan C_2H_4 Pada C-Rates Yang Berbeda (Icharge = Idischarge), (A) LFP; (B) LFPC5; (C) LFPC10; (D) LFPC20 16
Gambar 2.9 (A) Impedance Spectra Dari Sintesis Sample Diukur Pada Tegangan AC yaitu 5 Mv Amplitudo; (B) Kurva Antara Z' Dan Pada Frekuensi Rendah $\boldsymbol{\omega^{-0,5}}$ 17
Gambar 2.10 Struktur Kristal Oktahedral Dalam Tetrahedral (A). TiO_2 Anatase, (B) TiO_2 Rutie 22
Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis $Li_4Ti_5O_{12}$ 23
Gambar 3.2 Diagram Alir Proses Pembuatan working elektroda dan pengujian elektrokimia 24
Gambar 3.3 Skema Kerja XRD 28
Gambar 3.4 Mesin XRD PANalytcal 29

Gambar 3.5 *Scanning Electron Microscope* (SEM) S50..... 31
Gambar 3.6 Alat Carbon Analyzer..... 32
Gambar 3.7 Alat *Cyclic Voltametri*..... 33
Gambar 3.8 *3 Set up Electrode*..... 34
Gambar 3.9 Skematik set up pengukuran EIS. (b) peralatan EIS..... 36
Gambar 4.1 Perbandingan Hasil Pengujian XRD serbuk LTO dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, 20 menit pada waktu milling 2 jam..... 40
Gambar 4.2 Perbandingan Hasil Pengujian XRD serbuk LTO dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, 20 menit pada waktu milling 3 jam..... 40
Gambar 4.3 Perbandingan Hasil Pengujian XRD serbuk LTO dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, 20 menit pada waktu milling 4 jam..... 41
Gambar 4.4 Perbandingan Hasil Pengujian XRD serbuk LTO dengan variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa gas asetilen.....41
Gambar 4.5 Hasil Uji SEM dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 2 jam..... 44
Gambar 4.6 Hasil Uji SEM dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 3 jam..... 45
Gambar 4.7 Hasil Uji SEM dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 4 jam..... 45
Gambar 4.8 Hasil uji EDX dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 2 jam..... 46
Gambar 4.9 Hasil uji EDX dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 3 jam..... 47
Gambar 4.10 Hasil uji EDX dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 4 jam..... 47
Gambar 4.11 Hasil Pengujian CV material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 2 jam..... 50
Gambar 4.12 Hasil Pengujian CV material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 3 jam..... 51

Gambar 4.13 Hasil Pengujian CV material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 4 jam.....51
Gambar 4.14 Hasil Pengujian CV material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa gas asetilen.....52
Gambar 4.15 Diagram hasil uji charge/discharge serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu penambahan gas asetilen (A) 10 menit (B) 20 menit pada waktu ball milling 2 jam 55
Gambar 4.16 Diagram hasil uji charge/discharge serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu penambahan gas asetilen (A) 10 menit (B) 20 menit pada waktu ball milling 3 jam.....55
Gambar 4.17 Diagram hasil uji charge/discharge serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu penambahan gas asetilen (A) 10 menit (B) 20 menit pada waktu ball milling 4 jam.....56
Gambar 4.18 Hasil Pengujian EIS material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 2 jam 57
Gambar 4.19 Hasil Pengujian EIS material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 3 jam. 58
Gambar 4.20 Hasil Pengujian EIS material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 4 jam 58
Gambar 4.21 Hasil Pengujian EIS material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa gas asetilen.....59
Gambar 4.22 Rangkaian equivalent EIS 60
Gambar 4.23 Kurva antara Z real dan $\omega^{-0.5}$ pada frekuensi rendah pada variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit dengan waktu ball milling 2 jam 61
Gambar 4.24 Kurva antara Z real dan $\omega^{-0.5}$ pada frekuensi rendah pada variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit dengan waktu ball milling 3 jam 61

Gambar 4.25 Kurva antara Z real dan $\omega^{-0.5}$ pada frekuensi rendah pada variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit dengan waktu ball milling 4 jam 62
Gambar 4.26 Kurva antara Z real dan $\omega^{-0.5}$ pada frekuensi rendah pada variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa pemberian gas asetilen..... 62

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Beberapa Material yang Digunakan untuk Anoda 8
Tabel 2.2 Beberapa Jenis Material yang Digunakan sebagai Katoda 9
Tabel 2.3 Perbandingan Elektrolit Cair dan Elektrolit Padat 9
Tabel 2.4 Perbandingan Rata-Rata Perbedaan dari Kemampuan Dischrge Pertama ($Mahg^{-1}$) Sintesis LTO/C pada Temperatur 600, 700, 800 Dan 900 ^{0}C 14
Tabel 2.5 Hasil Impedansi Elektrokimia dari Pristine LFP dan Sampel C_2H_2-Treated LFP 19
Tabel 2.6 Karakteristik Kimia dan Fisika dari *Acetylene Gas* 22
Tabel 3.1 Informasi yang Terkandung dalam Karakter Tinggi,Posisi, Serta Lebar dan Bentuk Puncak Difraksi 30
Tabel 3.2 Rancangan Penelitian 37
Tabel 4.1 Perhitungan Ukuran Kristal LTO menggunakan persamaan Debye Schrerrer dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 2 jam 42
Tabel 4.2 Perhitungan Ukuran Kristal LTO menggunakan persamaan Debye Schrerrer dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 3 jam 43
Tabel 4.3 Perhitungan Ukuran Kristal LTO menggunakan persamaan Debye Schrerrer dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 4 jam 43
Tabel 4.4 Perhitungan Ukuran Kristal LTO menggunakan persamaan Debye Schrerrer dengan variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa gas asetilen 43
Tabel 4.5 Hasil Pengujian Carbon Analyzer LTO dengan waktu ball milling 2 jam dan lama pemberian gas asetilen 10 menit 48
Tabel 4.6 Hasil Pengujian Carbon Analyzer LTO dengan waktu ball milling 2 jam dan lama pemberian gas asetilen 20 menit 48

Tabel 4.7 Hasil Uji *Cyclic Voltammetry* (CV) 52
Tabel 4.8 Hasil Uji *Cyclic Voltammetry* (CV) 52
Tabel 4.9 Hasil Uji *Cyclic Voltammetry* (CV) 52
Tabel 4.10 Hasil Uji *Cyclic Voltammetry* (CV) 53
Tabel 4.11 Nilai D_{Li} pada waktu ball milling 2 jam 63
Tabel 4.12 Nilai D_{Li} pada waktu ball milling 3 jam 63
Tabel 4.13 Nilai D_{Li} pada waktu ball milling 4 jam 63
Tabel 4.14 Nilai D_{Li} pada variasi waktu milling 2, 3, dan 4 jam 63

BAB 1
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Anoda pada baterai komersial umumnya terbuat dari bahan grafit. Namun, salah satu kelemahan dari bahan anoda grafit/C ini adalah tidak mampu diaplikasikan dalam kondisi *high rate power*, disamping itu juga diketahui ketika pertama kali *charging* dimensi grafit berubah. Jarak *interlayer* antar lapisan grafit meningkat sehingga anoda mengalami anomali ekspansi akibat penyisipan lithium ke dalam struktur grafit (Sawai, 1994; Ohzuku, 2001). Walaupun kapasitas penyimpanan grafit besar (8,9 Ah/g) akan tetapi arus elektronnya tidak akan mampu untuk diambil dalam jumlah cukup besar (>4C). Hal ini dikarenakan potensial sel akan drop dibawah tegangan *cutoff* baterai ketika arus dalam kondisi *high rates* (Kawamoto, 2010). Grafik kapasitasnya menjadi tidak datar dan cenderung mengalami deklinasi arus/potensial sehingga akan mengurangi kapasitas baterai, disamping itu faktor keamanan eksplosifitas sel akibat gejala *litiation* (lapisan intermetalik lithium) pada *interface* sel anoda (Linden, 1994).

Kemampuan *discharging* baterai menjadi timpang ketika dibebani dengan laju *discharge* lebih dari 4C. Ini diakibatkan adanya fenomena *pulverasi* dan pertumbuhan dendrit logam lithium pada anoda akibat *high rate power*. Karena itu untuk aplikasi yang mensyaratkan high power, diperlukan elektroda negatif yang mampu mensuplai arus besar (>4C) tanpa terjadi, baik penurunan tegangan yang drastis (tegangan flat), maupun penurunan nilai kapasitas energi. Beberapa kandidat anoda material diantaranya berbasis silikon, akan tetapi walaupun mampu dalam kondisi *high discharge*, silikon mengalami perubahan volume hingga 400 % selama proses insersi dan ekstraksi ion lithium yang berefek pada *pulverisasi* (keruntuhan struktur permukaan) dan hilangnya kapasitas (Chan, 2008).

Salah satu material anoda yang tengah banyak menjadi perhatian adalah material $Li_4Ti_5O_{12}$ (*Lithium Titanate*) atau LTO. $Li_4Ti_5O_{12}$ memiliki potensi sebagai pengganti grafit untuk anoda. Hal ini karena $Li_4Ti_5O_{12}$ memiliki tegangan

operasi yang stabil. Li^+/Li, tidak menyebabkan adanya dendrit ion lithium pada anoda selama proses interkalasi (Guo-rong dkk, 2011), memiliki kapasitas tinggi, laju *charging-discharging* yang tinggi dan termasuk kedalam material *zero-strain* karena memiliki struktur spinel yang kuat. Hal ini mengakibatkan struktur atau volume kisi dari material $Li_4Ti_5O_{12}$ sulit untuk berubah pada saat proses interkalasi atau proses insersi atau ektraksi lithium selama siklus baterai (Wen, 2012) (Nordh, 2013). Namun, rendahnya konduktivitas listrik (10^{-13} S/cm) dan ion lithium menjadi salah satu kekurangan material $Li_4Ti_5O_{12}$. Sehingga dapat menghambat proses pelepasan muatan, menyebabkan rendahnya laju pelepasan muatan dan proses difusi ion lithium ketika proses charging dan discharging.

Banyak metode yang digunakan untuk mensintesis material $Li_4Ti_5O_{12}$ diantaranya adalah *solid state, hydrotermal, sol-gel, combution, spray pyrolysis dan high Temperature Ball Milling*.

Pada penelitian sebelumnya (Wei Fang, 2013), telah di dilakukan sintesis $Li_4Ti_5O_{12}$/C dengan metode *sol-gel* yang kemudian digunakan variasi temperatur saat kalsinasi. Selain itu, Fang juga membandingkan LTO/C dan LTO murni dalam segi performa elektrokimia. Ternyata hasil dari penelitian tersebut menunjukkan bahwa LTO/C mempunyai performa elektrokimia yang lebih bagus dibandingkan dengan LTO murni. Hal tersebut membuktikan bahwa keberadaan karbon sangat berpengaruh terhadap performa dari baterai ion lithium sendiri. Sumber carbon yang dapat digunakan antara lain, *polyvinyl alcohol* (PVA), *citric acid, sucrose, glucose, polyacrylic acid*, dan lain sebagainya. Carbon ini tidak hanya menaikkan nilai konduktivitas tetapi juga mengatur ukuran partikel dengan mengurangi aglomerasi.

Pada penelitian ini akan dilakukan proses sintesis $Li_4Ti_5O_{12}$ yang dilapisi dengan *carbon*. Proses sintesis $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan menggunakan metode *Solid State Reaction*. Sedangkan proses pelapisan carbon menggunakan metode baru yakni dengan teknik karbonisasi gas asetilen dan O_2. Variasi yang digunakan adalah waktu penggilingan serta waktu pemberian *acetylene gas* (sebagai sumber carbon) yang nantinya akan berpengaruh pada ketebalan lapisan carbon yang digunakan. Adanya variasi-variasi yang diberikan ini diharapkan dapat

menghasilkan fasa spinel LTO dengan ukuran butir yang diinginkan serta dapat meningkatkan nilai konduktivitas sehingga mampu mendapatkan performa baterai yang lebih baik dari pada penelitian-penelitian yang telah dilakukan sebelumnya.

1.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh waktu milling terhadap hasil sintesis dan performa elektrokimia anoda baterai dari $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan metode *solid state reaction.*
2. Bagaimana pengaruh waktu pemberian gas asetilen sebagai sumber karbon hasil sintesis dan performa elektrokimia anoda baterai dari $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan metode *solid state reaction.*

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini secara khusus bertujuan untuk :

1. Menganalisis pengaruh waktu milling terhadap hasil sintesis dan performa elektrokimia anoda baterai dari $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan metode *solid state reaction.*
2. Menganalisis pengaruh waktu pemberian gas asetilen sebagai sumber karbon hasil sintesis dan performa elektrokimia anoda baterai dari $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan metode *solid state reaction.*

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Serbuk Li_2CO_3 dan TiO_2 dianggap tidak ada pengotor
2. Pengotor didalam vial chamber diabaikan.
3. Kecepatan putar vial ball milling ketika proses milling diasumsikan konstan

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang didapat dari penelitian ini diharapkan diperoleh anoda baterai yang mampu memberikan kontribusi yang baik terhadap baterai ion lithium, hingga mampu dimanfaatkan untuk pengaplikasian dalam industri manufaktur pembuatan baterai ion lithium.

BAB 2
TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

2.1 Konsep Dasar Baterai Ion Lithium

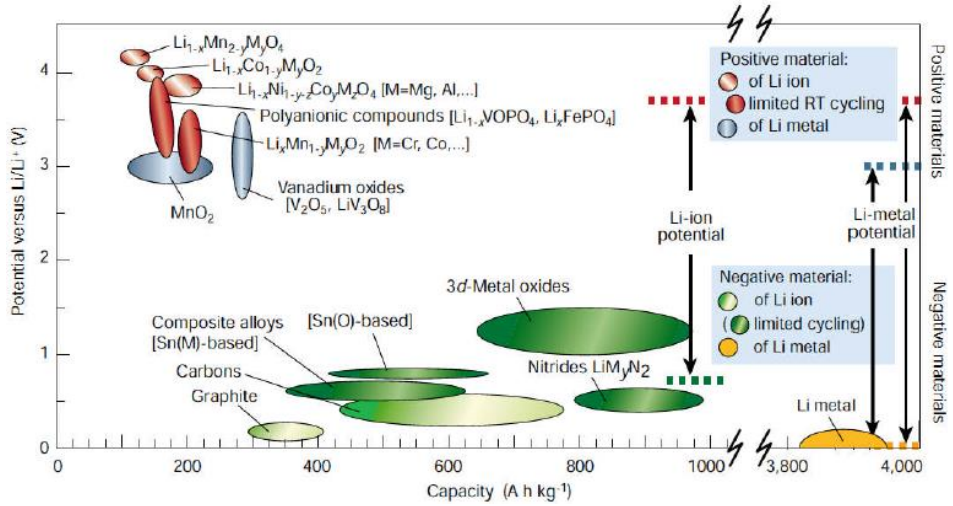
Lithium adalah salah satu logam alkali seperti perak putih, *soft handle*, densitas rendah (0,534 gr/cm^3), kapasitas spesifik besar (3860 Ah/kg), potensial elektrokimia tinggi, elektronegatif tinggi, dan energi densitas tinggi (Balbuena, 2004). Sebagai logam alkali, lithium merupakan logam yang sangat reaktif dan dapat ditemukan di alam sebagai senyawa yang dapat digunakan untuk aplikasi-aplikasi lainnya, seperti bidang pengobatan, *aerospace* (ilmu kedokteran), konstruksi, dan penyimpanan energi.

Baterai lithium secara teori adalah baterai yang digerakkan oleh ion lithium. Dalam kondisi *charge* dan *discharge* baterai lithium bekerja menurut fenomena interkalasi dimana ion lithium melakukan migrasi dari katoda lewat elektrolit ke anoda atau sebaliknya tanpa terjadi perubahan struktur kristal dari bahan katoda dan anoda (Munshi, 1995).

Proses pengisian baterai ion lithium yang bergantung pada ilmu kimia lithium dan dikomersialkan oleh Sony pada tahun 1992 (Cheruvally, 2008) merupakan hal penting sebagai generasi baru sumber daya karena baterai ion lithium lebih ringan dan mempunyai enegi densitas lebih tinggi, *self discharge* lebih rendah, tidak ada dampak memori sehingga dapat diisi kapan saja, waktu pengisian singkat (2-4 jam) karena arus pengisian baterai tertinggi (0,5-1 A), laju penurunan efisiensi baterai rendah (5-10% per bulan) serta lebih tahan lama (masa hidup 3 tahun) (Eriksson, 2001). Selain itu, ramah lingkungan, dan memiliki keamanan lebih tinggi jika dibandingkan dengan sistem baterai lainnya. Oleh karena itu, baterai ion lithium lebih banyak digunakan untuk portabel elektronik mulai dari kamera digital, *notebook* dan *music player* sampai dengan ponsel. Baterai ion lithium juga merupakan sistem potensial untuk aplikasi-aplikasi dalam skala besar, seperti mesin listrik dan alat-alat penyimpanan untuk daya jaringan masa depan. Baterai ion lithium juga dapat diproduksi dengan biaya lebih rendah, ukuran yang lebih kecil, lebih ringan, dan kapasitas penyimpanan energi yang lebih tinggi.

2.2 Sifat-Sifat Dasar Baterai

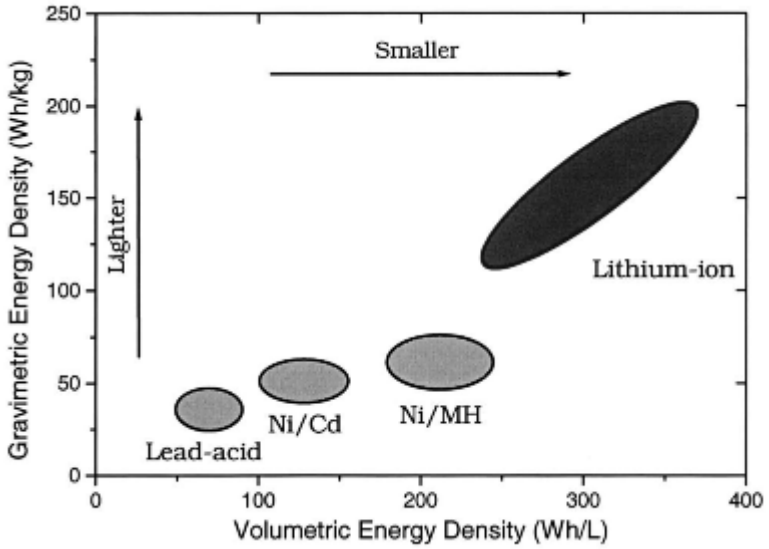
Untuk sel lithium ion yang dapat diisi ulang, istilah katoda dan anoda didefinisikan sebagai elektroda dengan potensial yang lebih tinggi dan potensial yang lebih rendah, pada masing-masing bagian. Biasanya, elektrokimia dari reaksi total sel lithium dapat diselidiki dengan menggunakan setengah sel logam 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 2.1 merangkum potensial elektrokimia dan kapasitas penyimpanan lithium ion dari kedua bahan anoda dan katoda. Baterai yang bagus adalah baterai yang memiliki energi densitas yang tinggi, potensial kerja yang tinggi dan umur pemakaian yang panjang (Wakihara, 2001).



Gambar 2.1 Perbandingan Material Elektroda Positif dan Negatif (Tarascon, 2001)

Dari deskripsi di atas, baterai ion lithium yang dapat diisi ulang (*rechargeable lithium-ion batteries*) merupakan salah satu kandidat kuat menjadi sumber energi listrik portabel yang bisa dikembangkan. Dari Gambar 2.1 dapat dilihat bahwa baterai ion lithium berbahan dasar Li metal memiliki kapasitas yang cukup tinggi jika diaplikasikan sebagai bahan untuk pembuatan baterai. Dari semua baterai, baterai ion lithium sangat menjanjikan untuk

pengaplikasiannya dikarenakan menyediakan densitas energi yang lebih tinggi dibandingkan dengan sistem baterai isi ulang seperti baterai asam – timbal, nikel-cadmium, dan baterai nikel – metal hidrida. Densitas energi gravimetri dan volumetri yang lebih tinggi yaitu sekitar 4 V (Gholam, 2009). Pada Gambar 2.2 dapat dilihat grafik perbandingan *energy gravimetric* dengan densitas *energy volumetri*.



Gambar 2.2 Perbandingan Energi Gravimetri dengan Densitas Energi Volumetri pada Baterai Li-Ion (Manthiram, 2009)

2.3 Komponen Baterai Ion Lithium

Sesuai dengan komponen penyusunnya, riset material baterai ion lithium sekunder dapat dikategorikan menjadi 4 kelompok, yaitu anoda/kutub negatif, katoda/kutub positif, elektrolit dan separator.

2.3.1 Anoda (Elektroda Negatif)

Anoda adalah elektroda negatif yang berkaitan dengan reaksi oksidasi setengan sel yang melepaskan elektroda kedalam sirkuit eksternal (Linden, 1994). Anoda terdiri dari 2 bagian yaitu bagian pengumpul elektron dan material aktiv. Material yang dapat dipakai sebagai naoda harus memiliki karakteristik antara lain memiliki kapasitas energi yang besar, memiliki profil kemampuan menyimpan dan melepas muatan/ion yang baik, memiliki tingkat siklus pemakaian yang lama,

mudah untuk di proses, aman dalam pemakaian (tidak mengandung racun) dan harganya murah. Untuk bagian pengumpul elektron biasanya menggunakan lapisan film tembaga, selain stabil (tidak mudah larut), harganya pun murah. Sedangkan bagian material aktiv, tidak menggunakan logam lithium secara langsung, namun menggunakan material Li_2CO_3.

Tabel 2.1 Beberapa Material Yang Digunakan Untuk Anoda

Anoda	Beda potensial rata-rata (V)	Kapasitas Spesifik (mAh/g)	Energi spesifik (kWh/kg)
Grafit (LiC_6)	0,1 – 0,2	372	0,0372 – 0,0744
Titanate ($Li_4Ti_5O_{12}$)	1-2	160	0,16 – 0,32
Si ($Li_{4,4}Si$)	0,5 – 1	4212	2,106 – 4,212
Ge ($Li_{4,4}Ge$)	0,7 – 1,2	1624	1,137 – 1,949

Sumber : Gritzner, 1993

2.3.2 Katoda (Elektroda Positif)

Katoda merupakan elektroda positif, dimana terjadi reaksi setengah sel yaitu reaksi reduksi yang menerima elektron dari sirkuit luar sehingga reaksi kimia reduksi terjadi pada elektron ini (Subhan, 2011). Pada dasarnya katoda merupakan elektrodda yang fungsinya sama seperti anoda yaitu sebagai pengumpul ion lithium serta merupakan tempat bagi material aktiv, dimana lembaran pada katoda biasanya adalah aluminium foil.

Beberapa karakteristik yang harus dipenuhi suatu material yang digunakan sebagai katoda antara lain material tersebut terdiri dari ion yang mudah melakukan reaksi reduksi dan oksidasi, memiliki konduktivitas yang tinggi seperti logam, memiliki kerapatan energi yang tinggi, memiliki kapasitas energi yang tinggi, memiliki kestabilanyang tinggi (tidak mudah berubah strukturnya atau terdegradasi baik saat pemakaian maupun pengisian ulang), harganya murah dan ramah lingkungan. Material yang pertama kali digunakan sebagai katoda adalah $LiCoO_2$, kerapatan energi yang dimilikinya sebesar 140 Ah/kg namun material ini sudah jarang digunakan karena kestabilannya rendah dan harganya mahal.

Tabel 2.2 Beberapa Jenis Material Yang Digunakan Sebagai Katoda

Katoda	Beda potensial rata-rata (V)	Kapasitas Spesifik (mAh/g)	Energi spesifik (kWh/kg)
$LiCoO_2$	3,7	140	0,518
$LiMn_2O_4$	4,0	100	0,400
$LiNiO_2$	3,5	180	0,360
$LiFePO_4$	3,3	150	0,495
$LiCo_{1/3}Ni_{1/3}O_2$	3,6	160	0,576

Sumber : Gritzner, 1993

2.3.3 Elektrolit

Komponen elektrolit berfungsi sebagai material yang mampu menjadi penghubung reaksi. Karakteristik yang perlu dimiliki elektrolit adalah konduktifitas ionik tinggi dan sekaligus konduktifitas elektronik yang rendah sehingga mampu menghantarkan ion selama proses reaksi redoks terjadi antara elektroda positif dan elektroda negatif tanpa terjadi kebocoran arus elektron (Linden, 1994).

Tabel 2.3 Perbandingan Elektrolit Cair Dan Elektrolit Padat

Sifat	Elektrolit Cair	Elektrolit Padat
Material	Konduktor garam: $LiClO_4$, $LiCF_3SO_3$. Larurtan: PC, EC. Pengurangan viskositas: DME, DMC, DEC	$LiTaO_3$, $SrTiO_3$, Li_2O, $Li_{1,3}Al_{0,3}Ti_{1,7}(PO_4)_3$, $LiTi_2(PO_4)_3$, Li_4SiO_4), Li_3PO_4, LiCl, LiBr
Mekanisme Konduksi ion	Ion Li+ dalam larutan organik	Cacat transport pada kisi zat padat
Konduktifitas ionic	10-3... 10-2 S/cm	10-9 ... 10-3 S
Kebocoran elektronik	Tergantung pada impuritas dan disosiasi kimia	10-10 S/cm
Stabilitas kimia	Sangat buruk	Sangat baik
Pembuatan	Mahal, larutan beracun, rentan meledak	Baik, tidak mengandung racun, sputtering untuk film tipis, keramik sintering, atau pasta untuk aplikasi lain.

Sumber : A.D. Little, 1998

Elektrolit yang banyak digunakan pada baterai lithium adalah elektrolit cair yang terdiri dari garam lithium yang dilarutkan dalam pelarut berair. Hal yang paling penting dalam suatu elektrolit adalah interaksi antara elektrolit dan elektroda pada baterai. Hubungan dua bahan ini akan mempengaruhi kinerja baterai secara signifikan (Fadhel, 2009).

2.3.4 Separator

Separator adalah material berpori yang diletakkan diantara anoda dan katoda, yang dapat mencegah terjadinya gesekan antara kedua elektroda tersebut yang dapat menyebabkan arus pendek. Selain itu separator harus dapat dilewati oleh ion lithium dengan baik. Tidak hanya sebagai pembatas antar elektroda, separator memiliki peranan penting dalam proses penghasilan listrik, pengisian ulang dan tentunya keamanan pada baterai ion lithium sendiri.

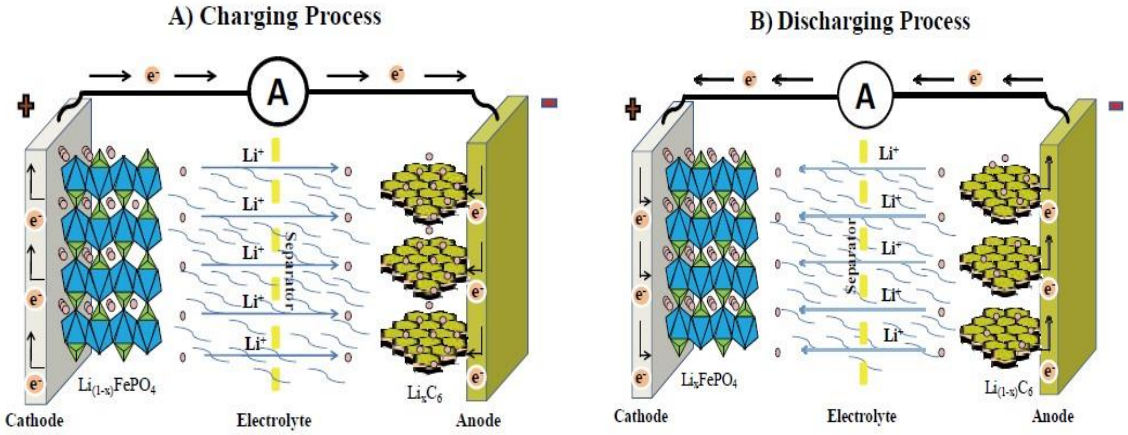
Karakteristik yang penting untuk dijadikan separator pada baterai yaitu bersifat insulator, memiliki hambatan listrik yang kecil, kestabilan mekanik (tidak mudah rusak), memiliki sifat hambatan kimiawi untuk tidak mudah terdegradasi dengan elektrolit serta memiliki ketebalan lapisan yang seragam atau sama diseluruh permukaan (Subhan, 2011).

Polyethylene memiliki sifat meleleh pada suhu diatas 120-130 ^{0}C. Apabila panas yang dihasilkan didalam baterai melewati ambang batas, polyethylene akan meleleh dan menutup lubang pada separator, mengakibatkan proses perpindahan ion lithium berhenti. Sehingga separator memiliki fungsi utama dalam hal keamanan bila terjadi panas berlebihan.

2.4 Cara Kerja Baterai Ion Lithium

Komponen utama pada baterai ion lithium adalah anoda, katoda, dan elektrolit yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. Anoda merupakan elektroda negatif yang mendonorkan elektron selama proses *discharge*. Sedangkan katoda merupakan elektroda positif yang menerima electron selama proses *discharge* (Brodd, 2013). Ketika baterai dilakukan pengisian (*charge*), ion lithium bergerak dari katoda akan menuju anoda melewati elektrolit, sedangkan pada proses

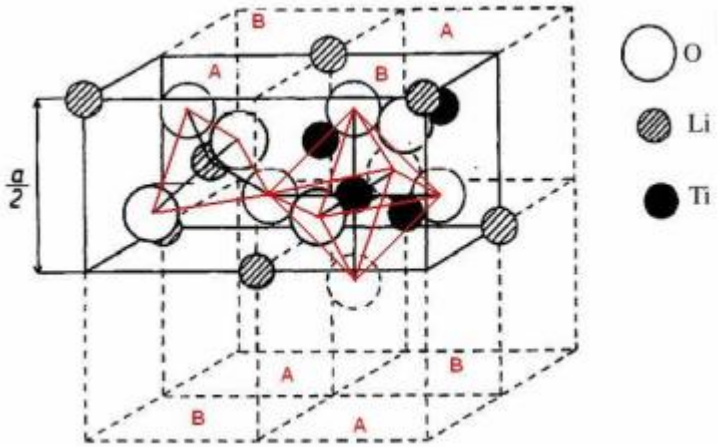
discharge, ion lithium bergerak dari anoda menuju katoda. Selama siklus *charge/discharge*, elektron-elektron mengalir diantara anoda dan katoda, yang memungkinkan terjadinya perubahan energi kimia dan juga penyimpanan energi elektrokimia dalam baterai. Oleh karena itu, performa proses pengisian baterai ion lithium benar-benar bergantung pada material aktif yang bekerja pada anoda dan katoda selama penyimpanan lithium (Ozan, 2010).



Gambar 2.3 Proses Charge/discharge Baterai Ion-Lithum (Topracki, 2010)

2.5 Struktur Kristalin Anoda LTO

LTO merupakan keramik lithium-titanium oxide, lebih dikenal dengan lithium titanate, memiliki struktur spinel face-centered cubic dalam dalam space groups Fd 3m. Gambar 2.4 memperlihatkan struktur spinel LTO sebagai berikut:



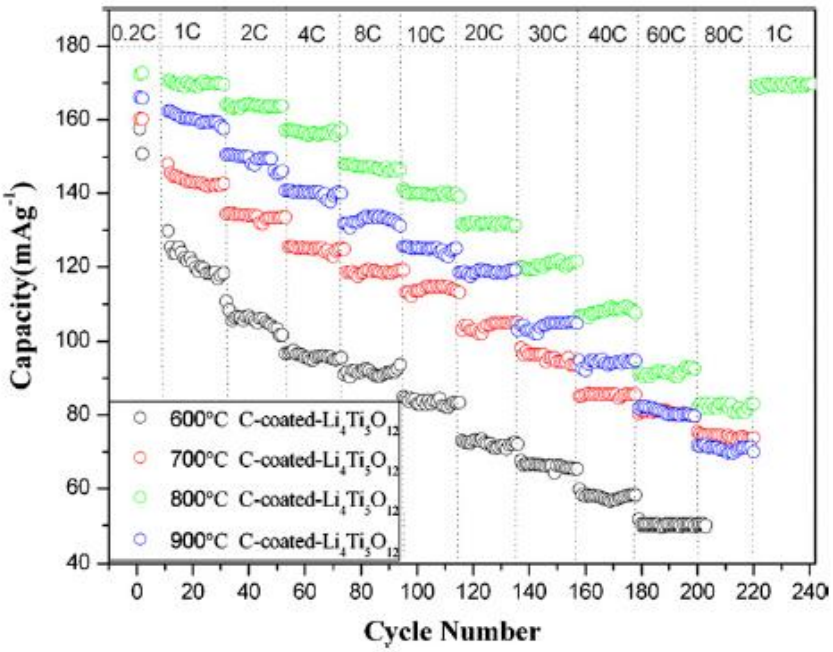
Gambar 2.4 Kedudukan Atom-Atom dalam 2 Subsel Unit Kubik dari Struktur Spinel $Li_4Ti_5O_{12}$ (Feng, 2009)

Sifat utama dari material keramik ini adalah kemampuan strukturnya untuk tidak mengalami perubahan bentuk selama terjadi insersi ion Li^+. Kingo Ariyoshi, 2005 melaporkan dengan pengamatan yang sangat presisi menggunakan *synchrotron* XRD mengukur perubahan kisi kristal sangat kecil, 0.002 Å pada saat awal *discharge* dan 0.06 Å penyusutan kisi pada proses discharge berikutnya. Karena itu keramik LTO dikenal dengan sebutan material *zero-strain insertion*. Jika diamati struktur spinel ini memiliki dua kisi yang berfungsi sebagai tempat tinggal ion-ion penyusunnya, yaitu kisi tetrahedral (A) dan kisi oktahedral (B). Kisi-kisi tersebut dibedakan oleh bilangan koordinasi oksigennya, dimana kisi A mempunyai tetangga 4 anion oksigen lainnya, sedangkan kisi B mempunyai 6 anion tetangga oksigen. Pola susunan ion-ion LTO spinel adalah kubus pusat muka (FCC). Satu unit sel mengandung 32 anion oksigen dan kation-kation logamnya tersebar dalam dua kisi yang berbeda, yaitu 64 kisi tetrahedral dan 32 kisi oktahedral. Tetapi perlu diketahui bahwa dari 96 kisi ini hanya 24 kisi saja yang diisi oleh ion-ion logam, yaitu 8 kisi tetrahedral dan 16 kisi oktahedral. Kisi tetrahedral ditempati oleh kation bervalensi 1 (Li^+) dan kisi oktahedral ditempati oleh kation bervalensi 4 (Ti^{4+}) maka jumlah total muatan positif adalah 8x(+1) = +8 ditambah 16x(+4) = +64, atau jumlah total muatan adalah 72. Untuk keseimbangan diperlukan 36x(-2) = (-72) muatan negatif O^{2-}, maka dalam satu unit cell terdapat 3 molekul $Li_4Ti_5O_{12}$.

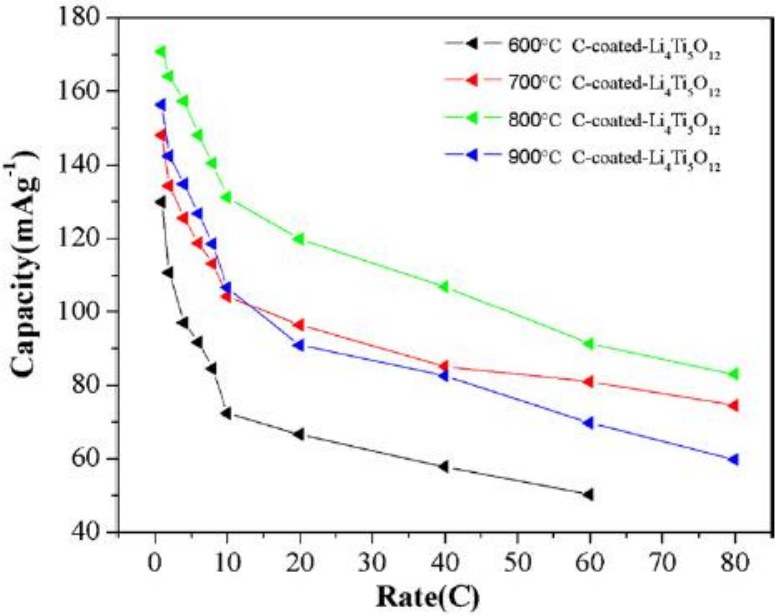
Kapasitas teoritik energi tersimpan $Li_{4/3}Ti_{5/3}O_4$ dengan mudah dapat ditentukan dari hasil diatas. Karena melibatkan 3 molekul, maka akan ada 3 Li^+ persatuan unit molekul, sementara itu per gram LTO mengandung 1/459.16 mol sehingga kapasitas teoritik muatan per gram keramik LTO = 3 x 96.500 (coloumb) x 0.0021786/3600 = 172.5 mAh/g. Kehadiran ion-ion untuk menempati posisi pada dua tipe kedudukan pada kisi kristal spinel ditentukan oleh : radius ionik dari ion-ion penyusun spinel, besar ukuran kisi intersisi, suhu, dan bilangan koordinasi. Dengan keadaan ini, maka harus dipertimbangkan besar antara radius jari-jari ion dengan kisi intertisi (tetrahedral dan oktahedral). Ion dengan valensi 1 umumnya memiliki radius lebih besar dari ionik yang bervalensi 4.

2.6 Tinjauan Pustaka terkait dengan penelitian sebelumnya

Pengujian mengenai pemakaian karbon untuk meningkatkan nilai konduktivitas sudah banyak dilakukan terbukti dengan adanya beberapa jurnal yang membahas mengenai hal tersebut (Fang dkk, 2013). Peneliti mensintesis LTO murni dan LTO/C dengan menggunakan metode sol-gel yang kemudian dikalsinasi pada temperature 600, 700, 800 dan 900 ^{0}C selama 12 jam. Karakteristik material dilakukan dengan menggunakan XRD, SEM, TEM dan HRTEM sedangkan untuk mendeteksi adanya karbon digunakan *raman spectroscopy*. Hasil penelitian mengidentifikasi bahwa dibandingkan dengan sintesis pada temperatur 600, 700, 900 ^{0}C dan LTO murni, LTO/C nanopartikel yang disintesis pada temperature 800 ^{0}C dapat meningkatkan *rate performance* dan *cycling performance* dari baterai ion lithium. Baterai ion lithium dengan *nanocrystalline* LTO digunakan sebagai anoda menunjukkan kapasitas *reversible* yang unggul dari 169, 141, 132, 106 dan 82 mAh/g pada *current density* dari 1, 10, 20, 40, dan 80 C. Hal ini ditunjukkaan pada gambar 2.5 dan tabel 2.6.



Gambar 2.5 Rate Performance Dari Komposit LTO/C Yang Dikalsinasi Pada Temperatur 600, 700, 800, 900 ^{0}C Dengan Range Tegangan Dari 1 Sampai 2,5 V. (Fang, 2013)



Gambar 2.6 Performa Dari Tes Sel (Li/LTO) Dengan Serbuk Yang Dikalsinasi pada temperatur 600, 700, 800, Dan 900 ^{0}C Sebagai Material Elektroda Pada Perbedaan Discharge Rates Pertama (Fang, 2013).

Gambar 2.6 menunjukkan kurva performa tes sel (Li/LTO) dengan serbuk yang dikalsinasi pada temperatur 600, 700, 800 dan 900 ^{0}C. Pada kurva tersebut terlihat hubungan antara *rate* (C) dan kapasitas (mAg^{-1}). Pada rate 1-10 C mempunyai arus *density* yang rendah, kapasitas peluruhan LTO/C lebih cepat dan arus *discharge* tinggi. Tingkat kapasitas *discharge* pada 10-80 C menjadi lebih teratur (Fang, 2013).

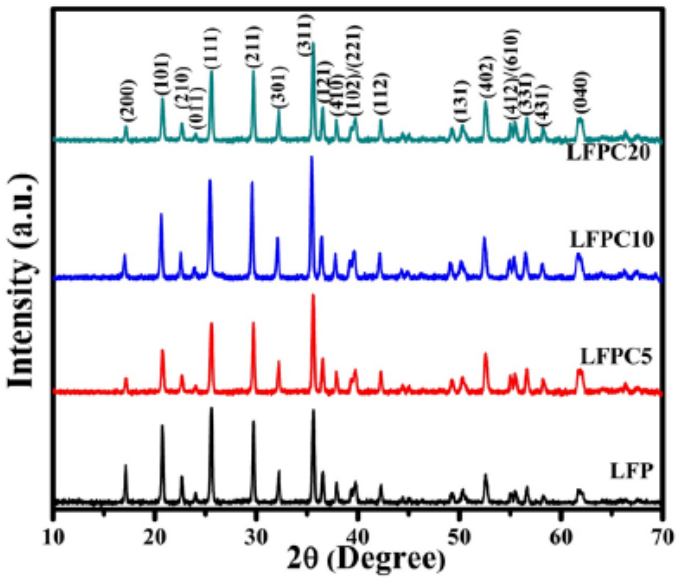
Tabel 2.4 Perbandingan Rata-Rata Perbedaan Dari Kemampuan Dischrge Pertama (Mahg^{-1}) Dari Sintesis LTO/C Pada Temperatur 600, 700, 800 Dan 900 ^{0}C.

Temperature (^{0}C)	1C	2C	4C	8C	10C	20C	30C	40C	60C	80C
600	129	110	96	91	84	72	67	58	50	-
700	148	134	125	118	113	104	96	85	80	74
800	169	164	157	148	141	132	119	108	92	83
900	156	142	135	126	118	106	90	82	69	59

Sumber :Fang, 2013

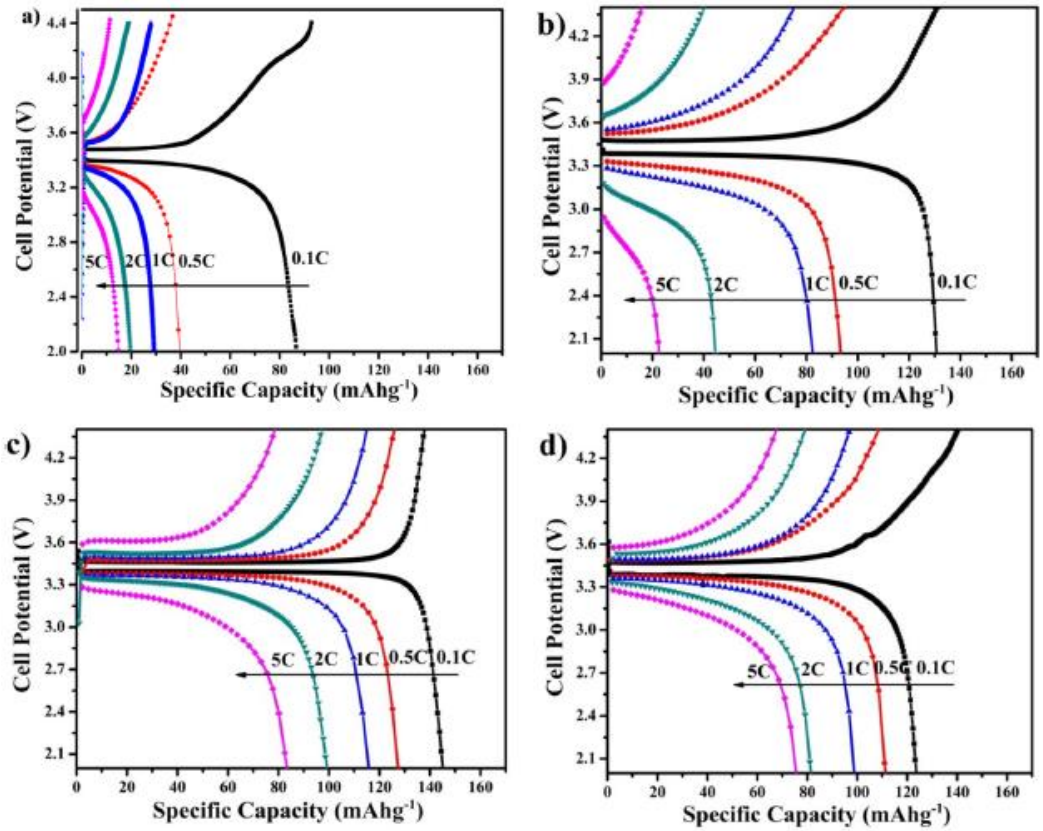
Pengujian lain yang menunjukkan bahwa sumber karbon acetylene gas memiliki pengaruh penting terhadap sifat dari baterai ion lithium. Pada penelitian yang dilakukan oleh Rakesh dan Amrish (2017). Peneliti mensintesis prekursor

diantarnya yaitu $LiOH.H_2O$, $FeC_2O_4.2H_2O$ dan $H_9N_2O_4P$ dengan menggunakan *planetary ball mill* selama 6 jam pada 400 rpm. Setelah itu di dekomposisi pada temperatur 350 ^{0}C selama 5 jam yang kemudian dikalsinasi pada temperatur 750 ^{0}C selama 12 jam. Pada saat kalsinasi ini material di aliri gas acetilen dan Ar/H2 (95:5 V%) dengan variasi lama pengaliran gas yakni 5, 10,15, dan 20 menit.



Gambar 2.7 Kurva Hasil XRD Material Yang Telah Dikalsinasi Dan Dialiri Gas Acetylene Selama 5,10,15 Dan 20 Menit.(Rakesh, 2017)

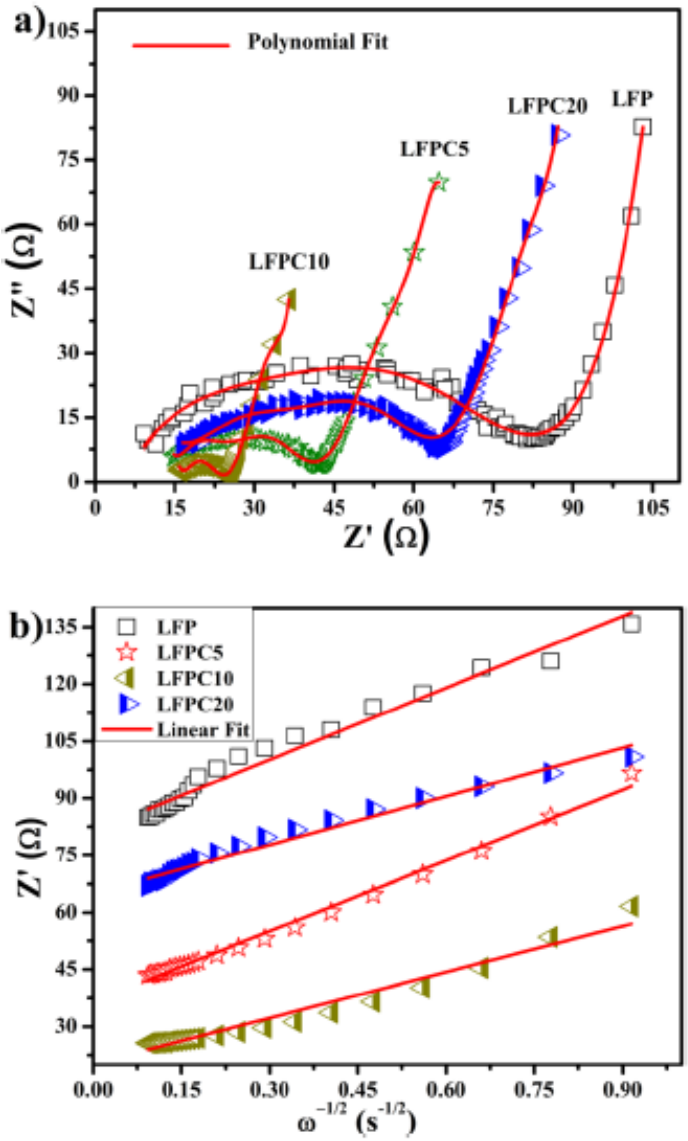
Gambar 2.7 adalah hasil XRD material yang telah dikalsinasi dan dialiri gas asetilen. Semua puncak pada XRD mengidentifikasi pada sistem Kristal yakni orthorombic dengan *space group* pnma. Tidak ditemukan puncak pengotor seperti Fe_2O_3 dan $Li_3Fe_2(PO_4)_3$ yang mungkin dapat diakibatkan oleh oksidasi dari iron selama proses berlangsung (Lu dkk., 2009). Setelah dilapisi proses *carbon-coating* tidak ada puncak yang bertambah terkait *carbon* yang terdeteksi, indikasi bahwa keberadaan karbon pada sampel adalah kristalin yang rendah (Saroha dkk., 2017).



Gambar 2.8. Kurva Charge/Dscharge Dari Tanpa Dan Penambahan C_2H_4 Pada C-Rates Yang Berbeda (Icharge = Idischarge), (A) LFP; (B) LFPC5; (C) LFPC10; (D) LFPC20. (Rakesh, 2017)

Gambar 2.8 (a)-(d) menunjukkan inisial kurva *charge/discharge* dari semua sintesis sampel penelitian pada perbedaan C-rates dari 0,1C-5C dengan rentang potensial 2,0-4,4 V dengan Li+/Li pada temperature ruag. Dapat dilihat bahwa dari grafik menunjukkan bahwa diantara semua sintesis sampel, LFP10 menghasilkan kapasitas *discharge* yang tinggi pada setiap rate, yang karena bertambahnya konduktivitas listrik. Jumlah karbon konduktif mempunyai peran penting dalam mendapatkan kinerja elektrokimia yang superior. Lapisan karbon menghambat pertumbuhan partikel dan dengan demikian menurunkan panjang difusi lithium-ion. Namun, karbon amorf bertindak sebagai unsur mati, yang tidak berkontribusi terhadap kinerja elektrokimia. Oleh karena itu, kehadiran karbon amorf lebih mengarah ke lapisan karbon yang lebih tebal, yang selanjutnya akan

meningkatkan panjang difusi ion litium dan resistansi muatan-transfer dan karenanya, kinerja elektrokimia yang buruk.



Gambar 2.9 (A) Impedance Spectra Dari Sintesis Sample Diukur Pada Tegangan AC 5 Mv Amplitudo; (B) Kurva Antara Z' Dan Pada Frekuensi Rendah $\boldsymbol{\omega^{-0,5}}$(Rakesh, 2017)

Gambar 2.9 (a) menunjukkan spektrum impedansi sampel LFP yang diberi acetylene dan diukur dengan tegangan AC dengan amplitudo 5 mV. Kisaran frekuensi pemindaian dijaga pada 10 mHz-10 kHz. Dapat diamati bahwa semua kurva mengandung titik setengah lingkaran di daerah dengan frekuensi tinggi dan

garis lurus di daerah berfrekuensi rendah. Biasanya, sebuah intercept pada sumbu Z di daerah frekuensi tinggi sesuai dengan resistansi ohmik (Rs) sel, yang secara murni mengindikasikan hambatan elektrolit dan bahan elektroda. Lingkaran setengah lingkaran di kisaran frekuensi menengah terutama disebabkan oleh reaksi elektrokimia yang terjadi pada antarmuka elektroda / elektrolit, yang mengindikasikan resistansi muatan-transfer (R_{CT}) (Yang, 2015)(Shu dkk.,2013). Garis miring di daerah berfrekuensi rendah mewakili impedansi Warburg (Zw), yang terkait dengan difusi ion litium dalam bahan elektroda aktif. Nilai koefisien difusi lithium-ion dalam material elektroda dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut:

$$D = \frac{R^2T^2}{2A^2n^4F^4C^2\sigma^2w} \quad (2.1)$$

Dimana D adalah koefisien difusi ion litium ($cm^2\ s^{-1}$), R adalah konstanta gas (8.314 J $mol^{-1}\ K^{-1}$), T adalah temperatur absolut (K), A adalah daerah elektroda (cm^2), n adalah Jumlah elektron yang terlibat dalam proses redoks (1 dalam kasus ini), C adalah konsentrasi ion litium (7,69 x 10^{-3} mol cm^{-3}), F adalah konstanta Faraday (96 486 C mol^{-1}) dan σ_W adalah Faktor Warburg, yang terkait dengan Z 'dengan persamaan berikut (Qin dan Wang, 2014):

$$Z' = R_s + R_{ct} + \sigma w \omega^{-0.5} \quad (2.2)$$

Berdasarkan persamaan (2.2), koefisien impedansi Warburg dihitung dan kemudian digunakan dalam persamaan (2.1) untuk mendapatkan koefisien difusi ion litium dari sampel yang disintesis. Gambar 2.9 (b) menunjukkan hubungan plot antara Z 'dan akar kuadrat resiprokal dari frekuensi sudut (ω-0,5) di daerah frequensi rendah. Koefisien difusi lithium-ion (D_{Li}) dari sampel yang dihitung dengan menggunakan persamaan (2.1) dan (2.2) tercantum pada tabel 2.5. Dari tabel tersebut, terbukti bahwa LFPC10 memiliki resistansi muatan-transfer terkecil dan D_{Li} tertinggi (1,01 × 10^{-13} $cm^2\ s^{-1}$) di antara semua sampel yang disiapkan, yang mengkonfirmasikan hasil muatan / pelepasan.

Tabel 2. 5 Hasil Impedansi Elektrokimia Dari Pristine LFP Dan Sampel C_2H_2-Treated LFP

Sample	Rct (Ω)	σ_w ($\Omega s^{-0.5}$)	D ($cm^{-2}s^{-1}$)
LFP	90.5	62.85	4.15×10^{-14}
LFPC5	69.7	61.93	4.27×10^{-14}
LFPC10	25.4	40.13	1.01×10^{-13}
LFPC20	44.8	42.50	9.08×10^{-14}

Sumber : Rakesh, 2017

Penelitian mengenai anoda baterai dari material $Li_4Ti_5O_{12}$ yang lain telah dilakukan oleh Rosadi, 2016 dan Fikry, 2016 dengan pembimbingnya adalah Dr. Lukman Noerochim, ST., M. Sc. Rosadi mensintesis prekursor $LiOH.H_2O$, TiO_2 anatase dan NaOH dengan metode hidrotermal dengan variasi temperatur hidrotermal yaitu 180, 200, dan 220 ^{0}C serta waktu holding yakni 18 jam. Hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa telah terbentuk dua fasa $Li_4Ti_5O_{12}$ dan TiO_2. Sedangkan untuk hasil morfologi yang didapatkan setelah melakukan pengujian SEM yaitu panjang 1-5 µm dengan diameter 11-60 nm. Nilai kapasitas *charge-discharge* terbesar adalah pada temperature 200 ^{0}C adalah 93,222 mAh/g, nilai ini menunjukkan kapasitas yang baik sebagai anoda baterai ion lithium. Tetapi hasil dari *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) menunjukkan bahwa nilai Rct terendah adalah pada temperatur 220 ^{0}C yakni 55,2 Ohm sehingga mengakibatkan konduktivitas yang paling tinggi padahal seharusnya adalah pada temperatur 200 ^{0}C sesuai dengan nilai kapasitas yang dihasilkan. Anoda baterai dari $Li_4Ti_5O_{12}$ ini mampu menahan reaksi reduksi oksidasi selama 30 siklus.

Fikri mensintesis prekursor $LiOH.H_2O$, TiO_2 anatase dan NaOH dengan metode hidrotermal. Temperatur Hidrotermal yang digunakan adalah 220 ^{0}C dengan variasi waktu penahanan yakni 18,24 dan 30 jam. Hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa telah terbentuk dua fasa $Li_4Ti_5O_{12}$ dan TiO_2. Sedangkan untuk hasil morfologi yang didapatkan setelah melakukan pengujian SEM yaitu panjang 1,391-5,865 µm dengan diameter 19,43-97,14 nm. Nilai kapasitas *charge-discharge* terbesar adalah pada waktu penahanan 24 jam yaitu 66,287 mAh/g. Variasi C-rates yang digunakan adalah 0,1; 0,5; 1; 2; dan 5C. Pada saat rate 5C terjadi *capacity fading* sebesar 26,1 %. Hasil dari *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) menunjukkan bahwa nilai Rct terendah adalah pada waktu

holding 24 jam yakni 42,2 Ohm sehingga mengakibatkan konduktivitas yang paling tinggi, nilai ini sesuai dengan hasil dari nilai kapasitas *charge-discharge*. Anoda baterai dari $Li_4Ti_5O_{12}$ ini mampu menahan reaksi reduksi oksidasi selama 30 siklus.

2.7 Bahan Pembentuk LTO

Sebelum munculnya baterai ion lithium, logam lithium digunakan untuk baterai primer. Ketika lithium digunakan sebagai anoda pada baterai lithium sekunder diperoleh densitas energi yang tinggi, karena lithium murni memiliki spesifik kapasitas yang tinggi. Namun menggunakan bahan ini masih tidak efisien, alasannya karena bahan yang digunakan yaitu logam lithium yang berbahaya bagi kesehatan. Pada siklus *charge-discharge*, lithium sering terdeposisi menjadi sebuah dendrit. Dendrit pada lithium ini memiliki pori, luas permukaan yang tinggi, dan sangat reaktif dalam elektrolit organik. Dendrit lithium secara bertahap tumbuh pada siklus baterai digunakan dan menembus separator setelah beberapa siklus pemakaian. Hal ini akan mengakibatkan arus pendek dan dapat menyebabkan kebakaran atau ledakan. Masalah yang berkaitan dengan penggunaan logam lithium sebagai anoda dapat diatasi dengan menggunakan paduan sebagai anoda baterai lithium. Bahan paduan yang paling umum digunakan sebagai anoda yaitu karbon (baik grafit maupun karbon non-grafit) dan paduan logam, seperti Sn, Al, Pb, Bi, As, dan lain-lain (Yueping, 2003).

Baterai lithium yang menggunakan anoda mengalami penurunan kapasitas dengan cepat setelah hanya beberapa siklus *charge-discharge* karena adanya perubahan volume yang besar sehingga mengakibatkan perubahannya paduan kisi kristal dan dengan demikian menimbulkan retak dan runtuh pada paduan (Zempachi et al, 2009).

Ada tiga persyaratan dasar untuk bahan anoda:

1. Potensial dari interkalasi dan deinterkalasi dari Li^+/Li harus serendah mungkin.
2. Jumlah lithium yang dapat ditampung anoda harus setinggi mungkin untuk mencapai kapasitas yang tinggi.

3. *Host* pada anoda harus dapat bertahan pada proses interkalasi dan deinterkalasi ion lithium tanpa adanya kerusakan struktur pada siklus penggunaan yang relatif panjang (Yueping, 2003).

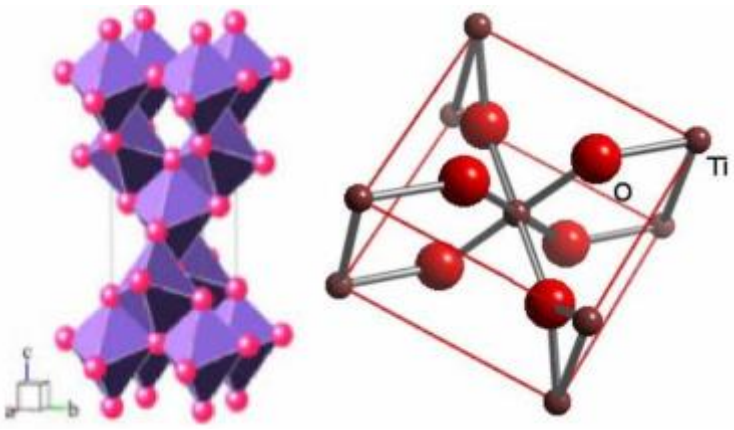
2.7.1 Li_2CO_3 (Lithium Carbonate)

Karakterisasi dari Li_2CO_3 diantaranya adalah serbuk berwarna putih, dengan titik lebur pada 735 ^{0}C, terurai pada suhu 1200 ^{0}C, dan indeks refraksi 1.428 (Prihandoko, 2007). Bersifat *hygroscopis*, mampu menyerap H_2O dari lingkungan, memiliki toksitas rendah. Dalam pembentukan keramik dan gelas lithium karbonat digunakan sebagai katalis dan sebagai lapisan untuk menyatukan elektroda, sedangkan dalam medis sebagai anti depresan. Bentuk kristal Li_2CO_3 adalah monoklinik. (Prihandoko, 2007)

2.7.2 TiO_2 (Titanium Oxide)

Titania (TiO_2) bersifat polimorfi dengan struktur kristal yaitu 2 fasa yang stabil pada suhu rendah antara lain anatase dan brookit, sedangkan 1 fasa yang lain yaitu rutil stabil pada suhu tinggi. TiO_2 memiliki struktur dasar quasi *hexagonal closed packed* (HCP) dari oksigen, sedangkan kationnya mengisi separuh sisipan oktahedral. Namun dalam kenyataannya strukturnya berbentuk tetragonal. Jadi Anatase, brookit dan rutil masing-masing memiliki bentuk struktur yang sama yaitu tetragonal dengan parameter kisinya. Bentuk struktur kristal TiO_2 ditunjukkan pada gambar 2.10.

Karakteristik dari TiO_2 diantaranya serbuk berwarna putih, memiliki titik lebur 1843 ^{0}C, densitas 4230 kg.m^{-3}, tidak mudah terbakar dan tidak mengandung racun (Prihandoko, 2007). Berdasarkan bentuk struktur kristal TiO_2 dapat menyebabkan difusi anisotropik dari kation Ti^{4+} ke arah sumbu c lebih besar dari pada ke arah sumbu a. Memiliki konduktifitas listrik yang rendah dan konstanta dielektrik yang tinggi.



(a) (b)

Gambar 2.10 Struktur Kristal Oktahedral Dalam Tetrahedral (A). TiO_2 Anatase, (B) TiO_2 Rutie (Prihandoko, 2007)

2.7.3 Acetylene Gas

Actylene adalah gas yang tidak berwarna, gas yang sangat mudah terbakar dengan bau yang khas. *Acetylene* sangat mudah terbakar dan membentuk ledakan bila tercampur dengan udara.

Tabel 2.6 Karakteristik Kimia Dan Fisika Dari *Acetylene Gas*

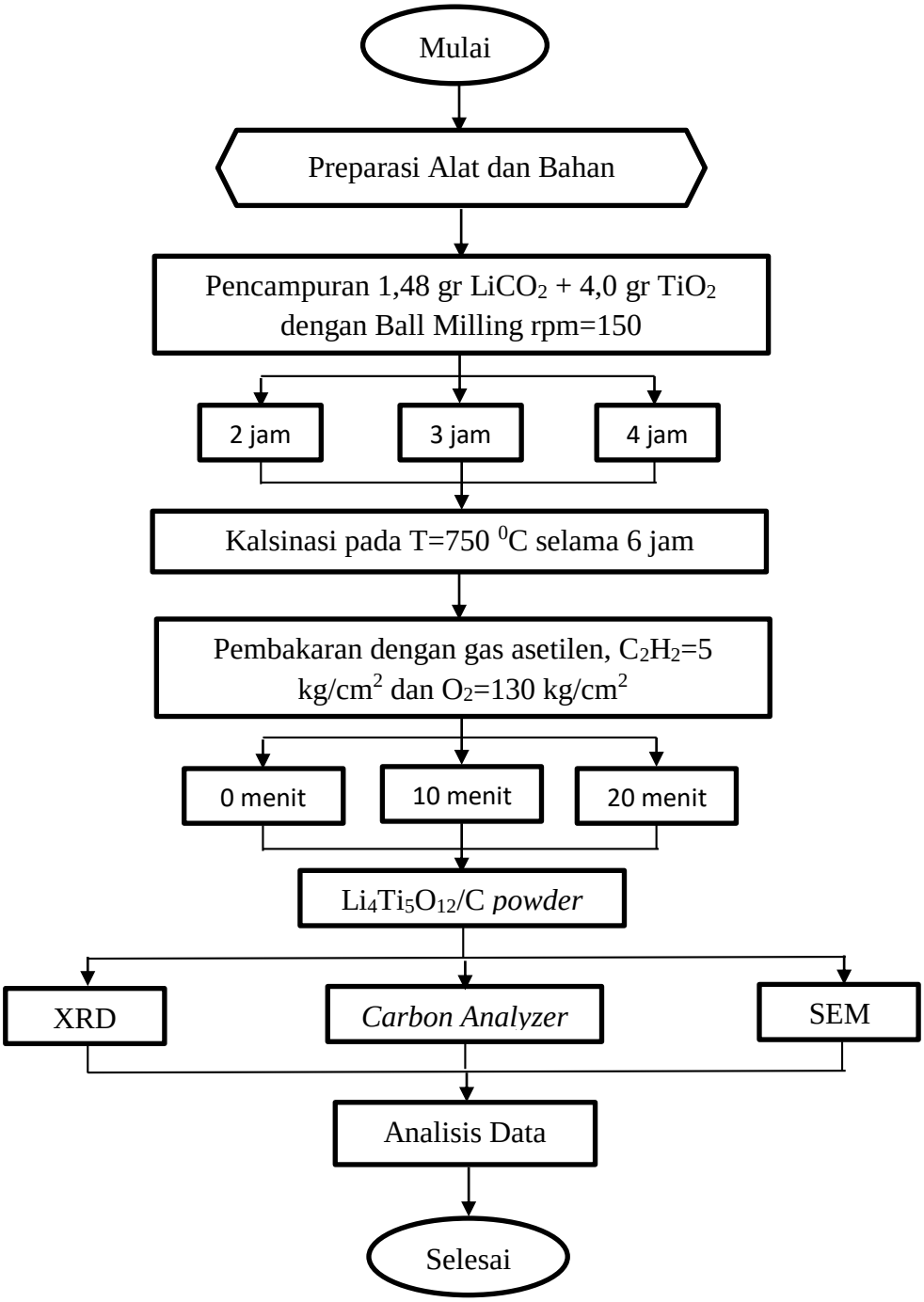
Karakteristik	Nilai
Simbol kimia	C_2H_2
Titik didih	-75 ^{0}C
Berat jenis relatif (udara=1)	0,91
Berat molekul (g/mol)	26,04
Suhu kritis	35,2 ^{0}C
Berat jenis gas	1,108 kg/cm^3
Daya larut dalam air	0,95 cm^3/m^3
Isi spesifik	0,903 m^3/kg
Batas kemampuan terbakar diudara (%)	2,2 – 81,0
Suhu penyalaan	305 ^{0}C

Sumber : MSDS,2011

BAB 3
METODE PENELITIAN

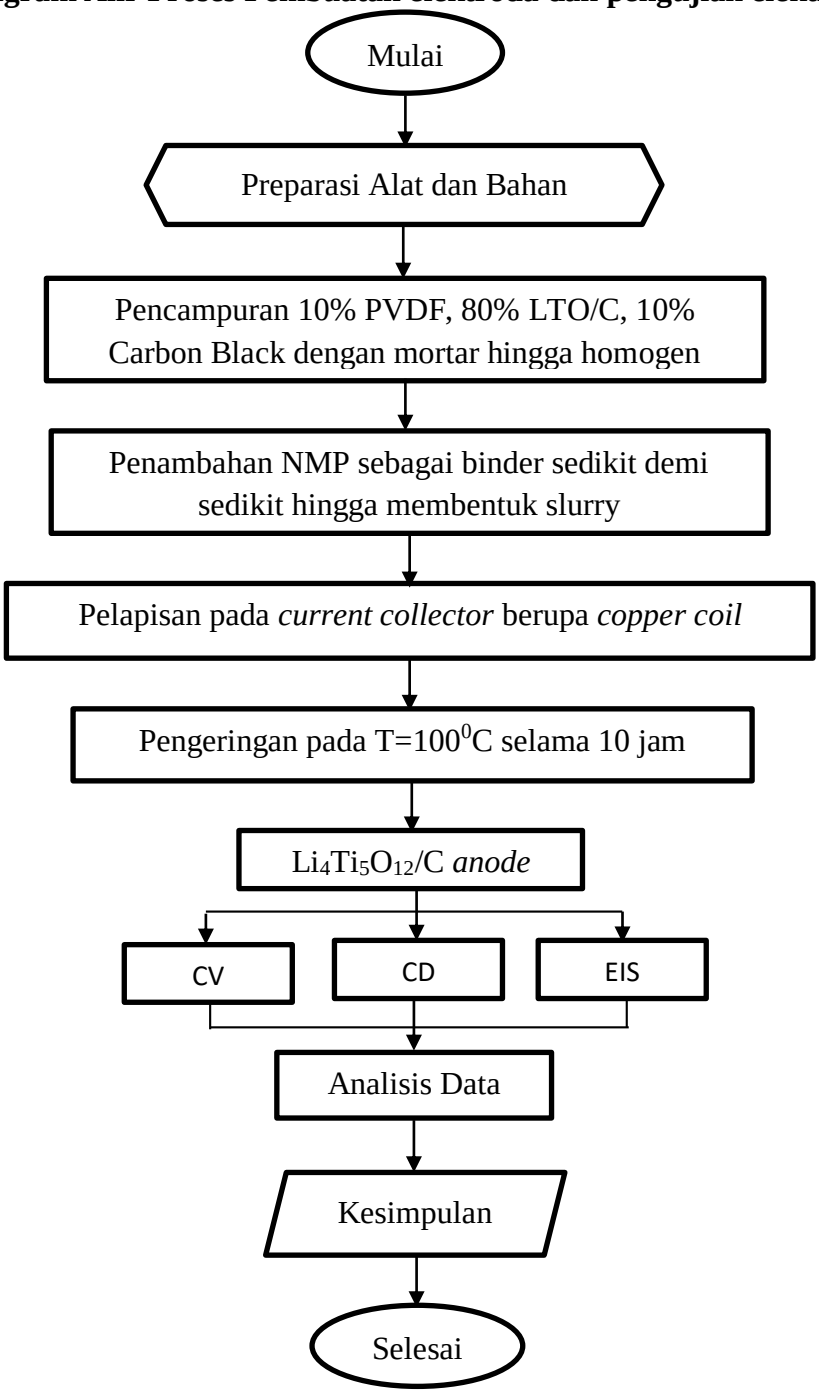
3.1 Diagram Alir Penelitian

3.1.1 Diagram Alir Sintesis Prekursor $Li_4Ti_5O_{12}$/C



Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis $Li_4Ti_5O_{12}$

3.1.2 Diagram Alir Proses Pembuatan elektroda dan pengujian elektrokimia



Gambar 3.2 Diagram Alir Proses Pembuatan working elektroda

3.2 Bahan dan Alat

3.2.1 Bahan dan Alat Pembuatan Anoda $Li_4Ti_5O_{12}$/C

Bahan:

- Serbuk Li_2CO_3 (merck)
- TiO_2 (merck)
- Acetylene Gas (C_2H_2)
- Alkohol

Alat:

- Neraca massa digital
- Beaker Glass
- Spatula logam
- Gelas Ukur
- High Temperature Ball Milling
- Crucible

3.2.2 Bahan dan Alat Pembuatan *Working Electrode*

Bahan:

- Active Material
- Acetylene Black
- Polyvinylidene difluoride (PVDF), ketiga bahan dicampur dengan rasio (80: 10: 10)

Alat:

- Neraca massa digital
- Oven
- Mortar
- Doctor Blade

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Sintesis Anoda $Li_4Ti_5O_{12}$/C

Penelitian ini menggunakan Li_2CO_3 (merck), dan TiO_2 (merck) sebagai prekursor anoda baterai Li-ion. Acetylene gas yang digunakan berperan sebagai sumber karbon.

Tahap pertama yang harus dilakukan untuk sintesis $Li_4Ti_5O_{12}$ adalah menimbang masing-masing serbuk yakni 14,778 gr Li_2CO_3 dan 39,933 gr TiO_2, setelah itu dilakukan pencampuran kedua serbuk dengan akohol (99%) dalam High *Temperature Ball Milling* yang dilengkapi *zirconia balls* dan dikalsinasi pada temperatur 750 ^{0}C selama 6 jam. Variasi waktu yag digunakan ketika pencampuran adalah 2, 3 dan 4 jam dengan kecepatan 150 rpm kemudian dikeringkan dalam oven selama 24 jam.

$$2Li_2CO_{3(S)} + 5TiO_{2(S)} = Li_4Ti_5O_{12(S)} + 2CO_{2(g)} \quad (3.1)$$

Material yang telah dilakukan pencampuran menggunakan *Ball Milling* kemudian dilapisi dengan *carbon* yang bersumber dari *acetylene gas*. Variasi waktu pelapisan carbon dengan *acetylene gas* yang digunakan adalah 0, 10, 20 menit.

3.3.2 Pembuatan *Working Electrode*

Untuk membuat working elektroda dilakukan dengan mencampurkan 80% sampel $Li_4Ti_5O_{12}$/C, 10% *acetelyne black* (AB), dan 10% *Polivinil Difluoride* (PVDF) yang berfungsi sebagai pengikat *(binder).* Kemudian ketiga bahan tersebut dicampurkan melalui proses mixing dengan menggunakan mortar yang berbahan dasar agate hingga homogen. Kemudian hasil pencampuran, ditambahkan larutan *N-methylpyrrolidone* (NMP) yang berfungsi sebagai pelarut pada material anoda sedikit demi sedikit sampai membentuk *slurry. Slurry* yang telah terbentuk, dilapiskan ke *current collector* yang terbuat dari Tembaga dengan ketebalan 100 µm. Hasil pelapisan *slurry* ke *current collector,* dikeringkan pada temperatur 100˚C selama 10 jam sebelum di susun menjadi baterai *full cell.*

3.3.3 Assembling Beterai Ion Lithium Cell

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

1. Mempersiapkan anoda baterai material $L_4Ti_5O_{12}$ 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 $Li_4Ti_5O_{12}$ full cell sudah siap untuk diuji performa elektrokimianya.

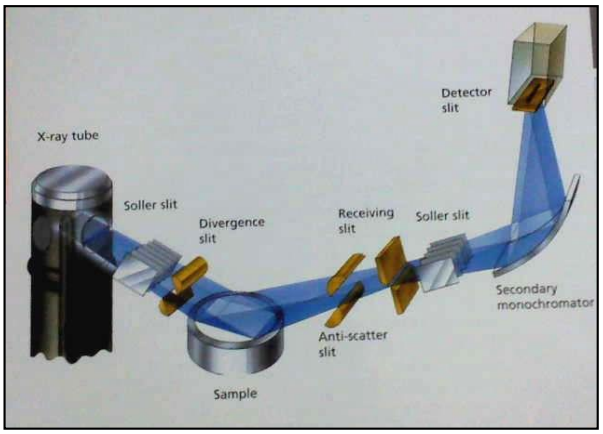
3.4 Pengujian

3.4.1 X-ray difraction (XRD)

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa/unsur (analisis kuanlitatif) yang terbentuk pada sampel dan penentuan komposisi sampel (analisis kuantitatif). Alat yang digunakan dalam pengujian ini adalah difraktometer tipe Philip Analytical dengan menggunakan panjang gelombang CuKα sebesar 1.54056 Å dan range sudut difraksi sinar-X antara 10-90^0.

XRD merupakan salah satu alat pengujian material yang biasanya digunakan untuk identifikasi unsur atau senyawa (analisis kualitatif) dan penentuan komposisi (analisis kuantitatif). Analisis yang dilakukan berhubungan dengan alat ukur yang lain misalnya SEM ataupun TEM. Pengamatan dengan mikroskop akan menjelaskan bagaimana distribusi fasa yang teridentifikasi berdasarkan hasil XRD.

Pengujian XRD memanfaatkan difraksi dari sinar-X. Generator tegangan tinggi berfungsi sebagai pembangkit daya sumber sinar-X pada bagian x-ray tube. Sampel berbentuk serbuk yang telah dimampatkan diletakkan diatas wadah yang dapat diatur posisinya. Lalu berkas sinar-X ditembak ke sampel dan didifraksikan oleh sampel, masuk ke alat pencacah. Intensitas difraksi sinar-X ditangkap oleh detektor dan diterjemahkan dalam bentuk kurva.



Gambar 3.3 Skema Kerja XRD (PANalytcal.com)

Dari data hasil pengujian XRD juga dapat ditentukan ukuran kristal sampel yaitu dengan menggunakan persamaan *Debye Scherrer*:

$$D = \frac{0{,}9\lambda}{B\cos\theta} \tag{3.2}$$

dimana D adalah ukuran kristal (Å), λ adalah panjang gelombang radiasi (Å), B adalah *Full Width at Half Maximum*dalam radian (1° = 1,7452x 10^{-2} rad) dan θ adalah sudut Bragg (o). Semua sampel dianalisa menggunakan XRD dengan mesin PANalytcal seperti yang terlihat pada gambar 3.4. Posisi puncak dalam pola difraksi sinar-X dapat digunakan untuk menentukan komposisi kimia dan fasa kristal nanopartikel.Perkiraan yang tepat difraksi dari kristal pada difraksi tiga dimensi adalah kompleks, tetapi Bragg dapat membuktikan bahwa difraksi yang terjadi sejajar dengan bidang kristal dengan menyederhanakan formulasi dari kondisi refleksi tersebut dalam rumus:

$$N\lambda = AB + BC = 2\,BN\sin\theta$$

$$N\lambda = 2d\sin\theta \tag{3.3}$$

Perumusan di atas dapat disebut Hukum Bragg. Pantulan dari sinar difraksi tergantung pada tekstur kisi itu sendiri. Pada kristal kubik simetri, ukuran dari struktur sel dilambangkan dengan (*a*), (*b*), dan (*c*) sedangkan sudut yang didapat dari difraksi sinar pada permukaan kristal dilambangkan dengan (*hkl*). Selanjutnya untukarah orientasi bidang kristal yang memiliki struktur

dengan fase heksagonal dihitung dengan menggunakan persamaan (3.4) (Suryanarayana, 1998), yaitu :

$$\sin 2\theta = \frac{\lambda^2}{4}\left[\frac{4}{3}\frac{h^2+hk+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}\right] \quad (3.4)$$

Gambar 3.4 Mesin XRD PANalytcal

Analisis kualitatif adalah proses identifikasi unsur-unsur yang ada dalam sampel bertujuan untuk menjawab berapa banyak unsur X, Y, dan Z yang ada dalam sampel. Dalam rumusan sedrhanan, analisis kualitatif dilakukan dengan cara menentukan energi dari puncak yang ada dalam spektrum dan membandingkan dengan tabel energi emisi sinar-x dari unsur-unsur yang sudah diketahui. Analisis kuantitatif tidak hanya menjawab 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.

Tabel 3.1 Informasi Yang Terkandung Dalam Karakter Tinggi,Posisi, Serta Lebar Dan Bentuk Puncak Difraksi

No	Karakter	Informasi dan Material	Informasi dan Intrumen
1.	Posisi puncak (2θ)	Fasa kristal/identifikasi Struktur kristal ParaRegangan seragam	Kesalahan 2θ Ketidaktepatan peletakan sampel
2.	Tinggi puncak (intensitas)	Identifikasi komposisi Hamburantak koheren Extinction-PrefferredOrientation	
3.	Lebardan bentuk puncak	Ukuran kristal (bukan partikel atau grain) Distribusi ukuran	Duplet radiasi Diergensi aksial Kedataranpermukaan sampel.

(Pratapa,2004)

3.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Pengujian SEM dilakukan untuk mengamati morfologi yang terbentuk dari $Li_4Ti_5O_{12}$. Pengujian dilakukan dengan menggunakan alat SEM FEI Inspect S50. Perbesaran yang dilakukan dari sekitar 10 kali hingga 100.000 kali.

Scanning Electron Microscope adalah jenis mikroskop elektron yang menampilkan gambar morfologi sampel denga n 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 eletron akan difokuskan ke sampel oleh lensa objektif yang ada dibagian 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. Hasil yang dapat terlihat di layar CRT yaitu :

a. Morfologi, yaitu bentuk dan ukuran dari partikel penyusun objek
b. Komposisi, yaitu data kuatitatif unsur dan senyawa yang terkandung di dalam objek. Jika dikombinasikan dengan sistem EDX/EDS (*Energy Dispersive X-Ray/ Energy Dispersive Specstroscopy*)

c. Informasi kristalografi, yaitu informasi mengenai bagaimana susunan dari butir-butir di dalam objek yang di amati.

Gambar 3.5 *Scanning Electron Microscope* (SEM) S50

Beragam pembesaran dari sekitar 10 kali hingga 100.000 kali. Backscattered (BSE) adalah dimana elektron yang tercermin dari sampel oleh hamburan elastis. BSE sering digunakan dalam analisis SEM dengan spektrum yang trerbuat dari sinar-X. Gambar BSE dapat memberikan informasi tentang distribusi unsur-unsur yang berbeda dalam sampel. Pada pengujian ini sampel diamati morfologinya menggunakan mesin SEM Inspect S50.

3.4.3 Carbon Analyzer

Carbon Analyzer adalah suatu pengujian untuk menentukan kandungan karbon dalam logam, batuan dan keramik. Pengujian ini dilakukan menggunakan alat carbon analyzer LECO type IR-212. Alat ini merupakan satu kesatuan sistem yang terdiri dari 3 unit alat, yaitu unit pengukur (*Measurement Unit*) model 781-900. Tungku (*furnace*) model 777-400 dan monitor display (*Control Console*) model 780-000. Dalam pelaksanaan analisis, alat ini menggunakan gas oksigen yang berfungsi sebagai gas *carrier* dan udara tekan sebagai gas *supply* yang berfungsi penggerak tempat sampepl ke dalam ruang tungku. Tempat sampel yang digunakan berupa krusibel keramik.

Carbon Analyzer merupakan salah satu alat yang dapat digunakan untuk menentukan kandungan karbon dalam logam, batuan dan keramik.

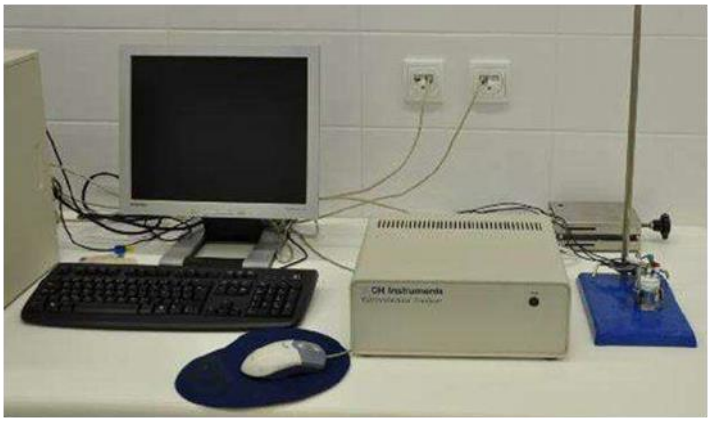
Prinsip kerja alat ini berdasarkan pada penyerapan energi inframerah (IR) oleh CO_2 yang dihasilkan dari pembakaran sampel. Sumber inframerah terdiri atas kawat nikrom yang dipertahankan panasnya pada suhu sekitar 850 ^{0}C. Sumber energi inframerah meradiasi energi vesibel disetiap panjang gelombang pada spektrum inframerah. Energi inframerah diabsorbsi oleh karbon dioksida (CO_2) pada panjang gelombang yang telah terukur dalam spektrum inframerah. Energi diabsorbsi pada saat badan sel dilalui gas oksigen dengan energi inframerah ditransmisikan, sehingga pada detektor diterima energi. Sisa seluruh energi inframerah lain dihilangkan dari tangkapan detektor dalam suatu filter pada panjang gelombang tertentu. Oleh karena itu absorbsi energi inframerah disetarakan hanya pada karbon dioksida (CO_2) dan konsentrasi CO_2 dideteksi sebagai perubahan energi pada detektor.

Gambar 3.6 Alat Carbon Analyzer

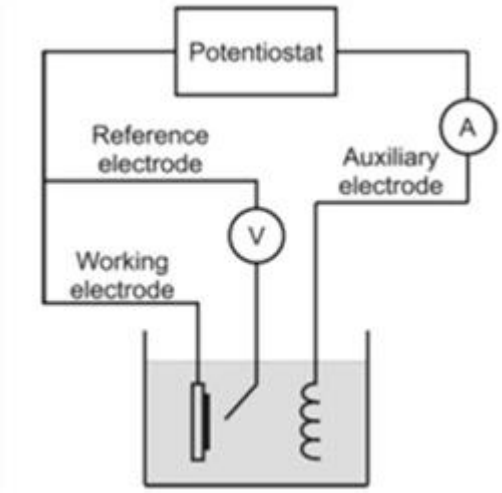
3.4.4 Cyclic Voltammatry (CV)

Cyclic Voltammatry adalah suatu pengujian untuk mengetahui reaksi redoks, pergerakan kinetik dari perpindahan elektron. Pengujian CV dilakukan menggunakan alat *Automatic Battery Cycler WonATech WBCS3000* dengan range tegangan 0-3 V dan scan rate 0,1 mV/s. Proses pengujian CV dilakukan sebanyak 3 *cycle*.

Cyclic voltametri digunakan untuk mengetahui reaksi reduksi dan oksidasi (redoks) yang terjadi pada baterai ion lithium. Hasil reaksi redoks yang terjadi menunjukkan proses interkalasi dan deinterkalasi ion lithium pada kedua elektroda. *Cyclic voltametri* merupakan metode analisis yang berdasarkan 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 merupakan tempat terjadinya reaksi elektrokimia seperti arus yang dihasilkan. Umumnya elektroda kerja terbuat dari material logam, semikonduktor, atau karbon. Fungsi elektroda pembanding adalah sebagai pembanding beda potensial pada elektroda dalam sel elektrokimia. Material yang digunakan sebagai elektroda kerja adalah anoda $Li_4Ti_5O_{12}$. Pengujian *cyclic voltametri* dilakukan dengan menggunakan alat *Automatic Battery Cycler WonATech* WBCS3000 dengan range tegangan 2.0-4.0 V dengan scan rate 0.1 mV/s.



Gambar 3.7 Alat *Cyclic Voltametri*



Gambar 3.8 Tiga *Set up Electrode*

3.4.5 Charge/discharge (CD)

Pengujian charge-discharge yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan suatu material dalam menghasilkan kapasitas pada arus yang diberikan. Pengujian CD dilakukan dengan menggunakan alat *Automatic Battery Cycler WonATech WBCS3000.* Pengujian CD dilakukan dalam beberapa variasi C (C/3, C/2, 1C, 2C, 3C, 4C, dan 5C) sebanyak 5 *cycle* pada tiap variasi C. Kapasitas energi atau muatan dinyatakan dalam satuan mAh/gram. Tes CD dilakukan dengan kepadatan arus konstan.

Sel baterai yang digunakan terdiri dari $Li_4Ti_5O_{12}$ sebagai anoda, lithium metal sebagai katoda dan 1M $LiPF_6$ sebagai elektrolit. Pada proses charging Li^+ mengalami interkalasi masuk kedalam material anoda ($Li_4Ti_5O_{12}$ melepas ion Li^+) dan ketika discharging Li^+ mengalami de-interkalasi dari material anoda masuk ke anoda $Li_4Ti_5O_{12}$.

Karakterisasi charge-discharge berfungsi untuk mengetahui kapasitas menyimpan muatan oleh suatu material. Proses pengujian dilakukan menggunakan k erapatan arus konstan. Kapasitas muatan yang diperoleh dinyatakan dalam satuan mAh/g. Kapasitas (Q) dapat dihitung berdasarkan waktu *charge-discharge* dengan menggunakan persamaan

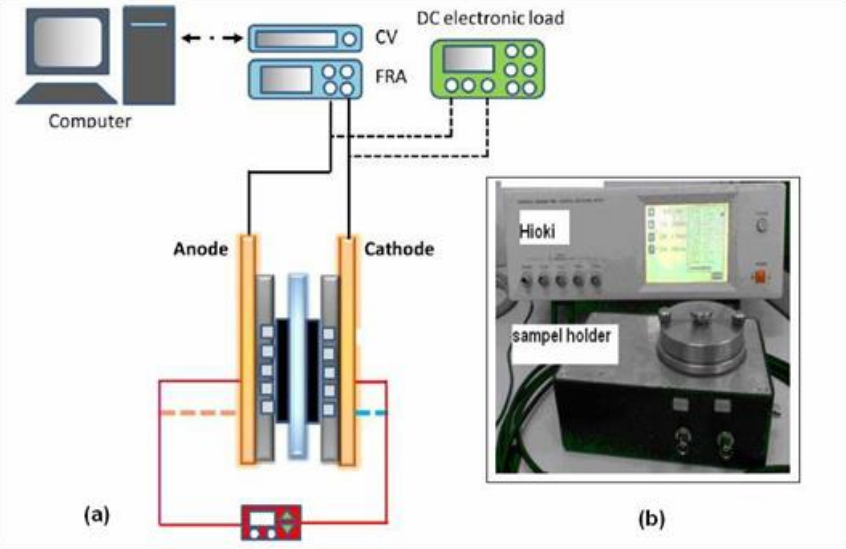
$$Q = I.\ t \qquad (3.5)$$

Dimana pengaturan waktu dibagi menjadi dua, yaitu t_1 sebagai waktu *charging* dan t_2 sebagai waktu *discharging.* Pengaturan jumlah waktu (Δt) diperlukan untuk mengamati tegangan dari baterai $V_{OCV.}$ Sehingga diperoleh pengamatan rekaman waktu (s), arus (mA), dan tegangan (V). Dari grafik tersebut diperoleh grafik yang menunjukkan hasil kapasitas charge-discharge yang ditunjukkan dalam hubungan grafik antara tegangan (V) terhadap waktu (s). Proses pengujian *charge-discharge* menggunakan alat *Automatic Battery Cycler WonATech* WBCS3000. Pengujian dilakukan dalam beberapa variasi siklus, 0.2 C, 0.5C, 1C, 5C, 10C sebanyak 20 *cycle charge/discharge* tiap variasi siklusnya.

3.4.6 Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

Pengujian Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) dilakukan pada sel baterai ion lithium dengan anoda $Li_4Ti_5O_{12}$ pada 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 CR2016 setelah dilakukan pengujian CV dan CD.

Nilai konduktivitas listrik material diukur dengan alat LCR meterHIOKI 3522-50 LCR HiTESTER. Frekuensi yang digunakan pada penelitian ini adalah 0.1 Hz sampai 100.000 Hz dengan tegangan 1 V. Pengujian nilai konduktivitas dilakukan dengan metoda *two point probe*. Selain mengukur konduktivitas, pengujian dengan LCR Meter dapat digunakan untuk mengetahui perilaku impedansi kompleks dari material $Li_4Ti_5O_{12}$/C. Pengukuran impedansi dilakukan dengan metode *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)



Gambar 3.9 Skematik set up pengukuran EIS. (b) peralatan EIS

Berikut adalah tahapan dari proses pengukuran impedansi :

1. Lembar material katoda dipotong menjadi 35 mm x 30 mm
2. Kemudian dijepit pada *sample holder* yang berbentuk pelat konduktor
3. Rentang frekuensi yang digunakan dalam proses pengukuran diatur pada rentang (10-100 kHz)
4. Alat alat LCR meter HIOKI 3522-50 LCR HiTESTER akan menghasilkan data dari respon material terhadap rentang frekuensi yang diberikan berupa nilai impedansi riil dan impedansi imajiner
5. Jika diplotkan antara Z’ dan Z” maka akan dihasilkan kurva Nyquist.

3.5 Rancangan Penelitian

Berdasarkan tujuan dari penelitian, maka rancangan penelitian ini dibuat seperti pada tabel 3.2.

Tabel 3.2 Rancangan Penelitian

Waktu milling (jam)	Waktu pemberian gas asetilen (menit)	Karakterisasi					
		XRD	Carbon Analyzer	SEM	Cyclic Voltametri	Charge/ Discharge	EIS
2	0	√			√		√
	10	√	√	√	√	√	√
	20	√	√	√	√	√	√
4	0	√			√		√
	10	√		√	√	√	√
	20	√		√	√	√	√
6	0	√			√		√
	10	√		√	√	√	√
	20	√		√	√	√	√

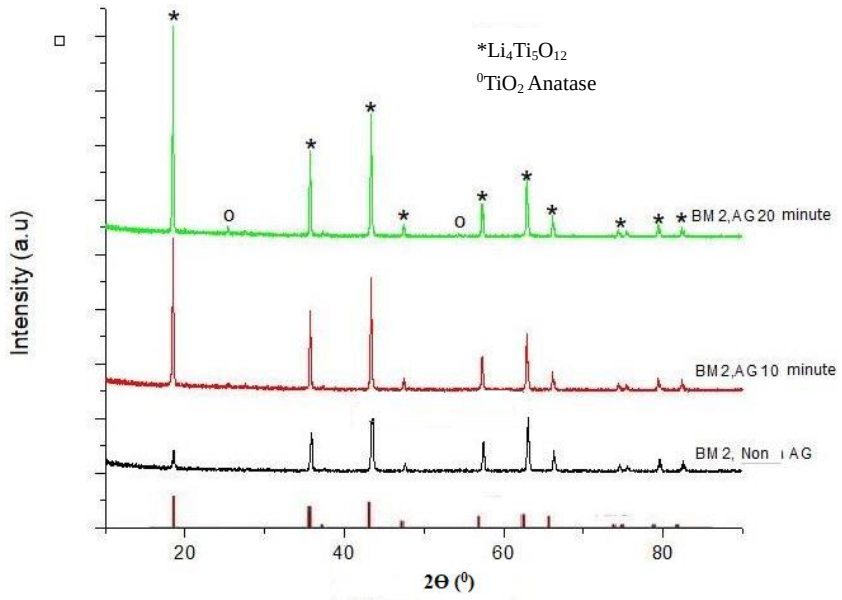
Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB 4
HASIL DAN PEMBAHASAN

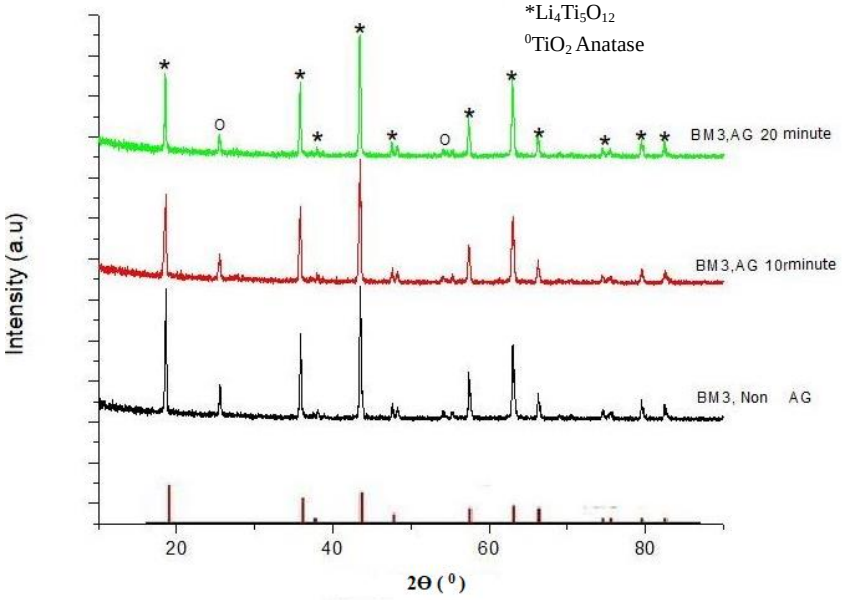
4.1 Hasil Pengujian dan Analisis X-Ray Diffraction

Proses karakterisasi pola difraksi sinar-x $Li_4Ti_5O_{12}$ dilakukan dengan menggunakan alat uji XRD dengan tipe Philip Analytical, dimana menggunakan CuK-α sebesar 1.54056 Å sebagai sumber cahaya dengan mengaplikasikan scanning 2^0/menit dengan rentang sudut 10^0 sampai 90^0.

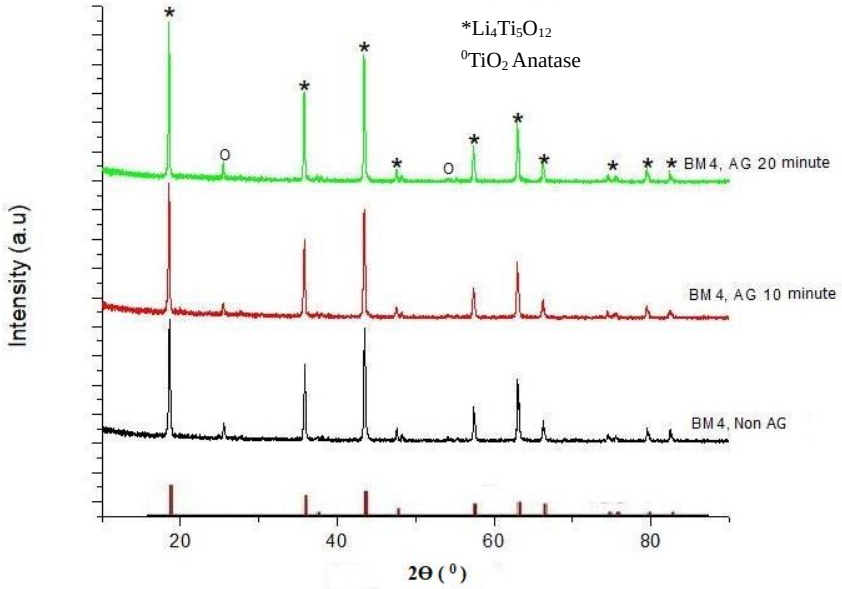
Serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$ yang disintesis dengan dilakukan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10 dan 20 menit. Pada Gambar 4.1 ditunjukkan hasil pengujian XRD serbuk LTO dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10 dan 20 menit pada waktu ball milling 2 jam dan setelah dikalsinasi pada temperature 750 ^{0}C selama 6 jam. Perbedaan dari ketiga variasi yang dilakukan adalah pada tingkat puncak difraksinya. Tingkat intensitas puncak dan nilai FWHM, berpengaruh pada kristalinitas dari suatu material. Semakin lama variasi waktu pemberian gas asetilen, maka intensitas puncak-puncak fasa yang terbentuk juga semakin tinggi dan nilai FWHM juga semakin kecil berarti menunjukkan material tersebut semakin kristalin. Masing-masing grafik XRD menunjukkan bahwa terdapat fasa dominan yang terbentuk yaitu $Li_4Ti_5O_{12}$ tetapi pada waktu pemberian gas asetilen selama 20 menit terdapat fasa baru yakni fasa TiO_2 anatase. Dimana pada sudut sekitar 26^0 dan 58^0 terdapat puncak yang terbentuk meskipun intensitas yang kecil. Fasa TiO_2 anatase ini diduga adalah fasa pengotor yang muncul karena disebabkan oleh waktu pemberian gas asetilen yang terlalu lama sehingga fasa yang awalnya sudah setimbang menjadi tidak setimbang. Unsur Ti yang awalnya berikatan dengan Li terlepas dan membentuk ikatan baru dengan oksigen.



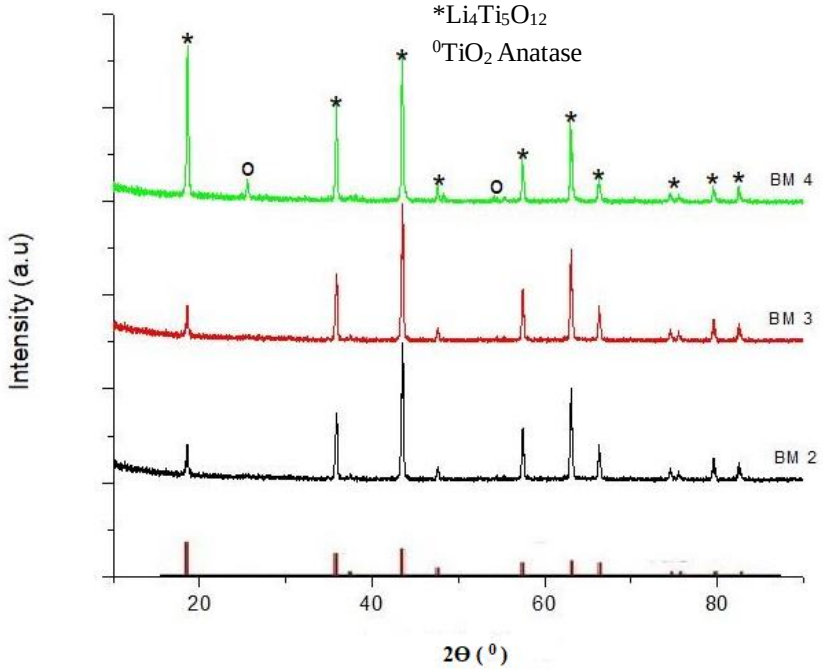
Gambar 4.1 Perbandingan Hasil Pengujian XRD serbuk LTO dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, 20 menit pada waktu milling 2 jam.



Gambar 4.2 Perbandingan Hasil Pengujian XRD serbuk LTO dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, 20 menit pada waktu milling 3 jam.



Gambar 4.3 Perbandingan Hasil Pengujian XRD serbuk LTO dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, 20 menit pada waktu milling 4 jam.



Gamabar 4.4 Perbandingan Hasil Pengujian XRD serbuk LTO dengan variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa gas asetilen

Pengamatan struktur kristal dengan XRD dilakukan sebagai tahap awal karakterisasi untuk mengidentifikasi sejauh mana fasa yang terbentuk seperti yang diinginkan dan fasa lain yang tidak diharapkan. Identifikasi material $Li_4Ti_5O_{12}$ dari

pola XRD memperlihatkan seluruh karakteristik puncak difraksi pada (111), (311), (400), (511) dan (440) yang merupakan fasa-fasa difraksi dari $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan struktur kubik spinel dan space group Fd-3m (JCPDS card no 49-0207) (Ding et al, 2013). Pada sudut sekitar 26^0 dan 58^0 terdapat puncak yang terbentuk meskipun mempunyai intensitas yang kecil. Puncak ini diduga adalah puncak dari fasa TiO_2 sebagai puncak impuritas. Fasa TiO_2 memiliki struktur kristal yaitu anatase dan rutile. Fasa rutile merupakan fasa fasa TiO_2 yang stabil pada suhu tinggi, sementara fasa TiO_2 anatase adalah metastabil (Tao Yuan, 2010). Tao Yuan menyebutkan dengan temperatur kalsinasi 750 ^{0}C akan muncul impuritas TiO_2 anatase dan kemudian akan hilang pada temperatur yang lebih rendah. Sampel dengan waktu milling 4 jam memiliki nilai intensitas yang tinggi pada sudut 18^0 sehingga kristalinitas juga dianggap lebih baik dari pada yang lainnya. Namun dengan lamanya waktu *milling* ini akan menghasilkan energi yang berlebihan sehingga akan membentuk senyawa baru yaitu TiO_2 anatase.

Untuk mengetahui pengaruh waktu pemberian gas asetilen terhadap ukuran kristal, maka perhitungan dilakukan dengan menggunakan persamaan *Debye Schrerrer* sesuai dengan persamaan 4.1 sebagai berikut.

$$D = \frac{0{,}9\,\lambda}{B\cos\theta} \quad \text{..... (4.1)}$$

Dalam hal ini D adalah ukuran kristal (Å), λ adalah panjang gelombang yang digunakan dalam uji XRD yaitu 1,54056 Å, B adalah lebar setengah puncak (FWHM) dalam radian, Θ adalah posisi sudut terbentuknya puncak. Untuk perhitungannya mengambil puncak yang memiliki intensitas hampir sama pada masing-masing variasi. Didapat nilai ukuran pada masing-masing variasi pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perhitungan Ukuran Kristal LTO menggunakan persamaan Debye Schrerrer dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 2 jam.

GA (menit)	2 Θ (^{0})	Θ (^{0})	FWHM	Cos Θ	D (Å)	D (nm)
0	43,5685	21,7843	0,1171	0,9286	12,7512	1,2751
10	43,3477	21,6739	0,1428	0,9293	10,4483	1,0448
20	43,3580	21,6790	0,1171	0,9293	12,7419	1,2742

Tabel 4.2 Perhitungan Ukuran Kristal LTO menggunakan persamaan Debye Schrerrer dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 3 jam.

GA (menit)	2 Θ (^{0})	Θ (^{0})	FWHM	Cos Θ	D (Å)	D (nm)
0	43,4878	21,7439	0,1171	0,9288	12,7477	1,2748
10	43,4801	21,7159	0,0836	0,9290	17,8554	1,7855
20	43,4319	21,7159	0,1506	0,9290	9,9101	0,9910

Tabel 4.3 Perhitungan Ukuran Kristal LTO menggunakan persamaan Debye Schrerrer dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 4 jam.

GA (menit)	2 Θ (^{0})	Θ (^{0})	FWHM	Cos Θ	D (Å)	D (nm)
0	43,4515	21,7257	0,1338	0,9290	11,1552	1,1155
10	43,4342	21,7171	0,1004	0,9290	14,8653	1,4865
20	43,3917	21,6958	0,1224	0,9292	12,1916	1,2192

Tabel 4.4 Perhitungan Ukuran Kristal LTO menggunakan persamaan Debye Schrerrer dengan variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa gas asetilen

BM(jam)	2 Θ (^{0})	Θ (^{0})	FWHM	Cos Θ	D (Å)	D (nm)
2	43,5685	21,7842	0,1171	0,9286	12,7512	1,2751
3	43,4878	21,7439	0,1171	0,9288	12,7477	1,2748
4	43,4515	21,7257	0,1338	0,9290	11,1552	1,1155

Dapat dilihat pada tabel 4.1, material $Li_4Ti_5O_{12}$ yang diball milling 2 jam dengan tanpa diberi gas asetilen memiliki ukuran kristal paling besar yaitu 1,2751 nm. Waktu pemberian gas asetilen 20 menit memiliki ukuran kristal sebesar 1,2742 nm dan ukuran kristal yang paling kecil adalah pada variasi waktu pemberian gas asetilen 10 menit yaitu 1,0448 nm.

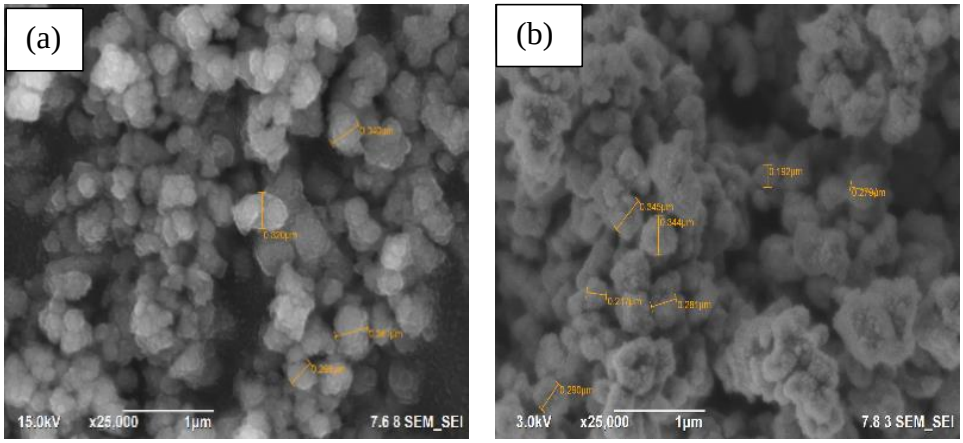
Dari perhitungan pada tabel 4.2, didapatkan nilai ukuran kristal pada masing- masing variasi. Material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu pemberian gas asetilen 10 menit memiliki ukuran kristal terbesar yaitu 1,7855 nm, disusul material $Li_4Ti_5O_{12}$ tanpa gas asetilen sebesar 1,2748 dan material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu pemberian gas asetilen 20 menit memiliki ukuran kristal paling kecil yaitu 0,991 nm.

Dari tabel 4.3 diatas didapatkan nilai ukuran kristal tertinggi adalah pada material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi 10 menit waktu pemberian gas asetilen sebesar 1,4865 nm kemudian turun ketika diberi waktu 20 menit pemberian gas asetilen yakni sebesar 1,2192 nm. Nilai ini masih lebih besar dibandingkan dengan nilai ukuran kristal yang tanpa gas asetilen sebesar 1,1155 nm.

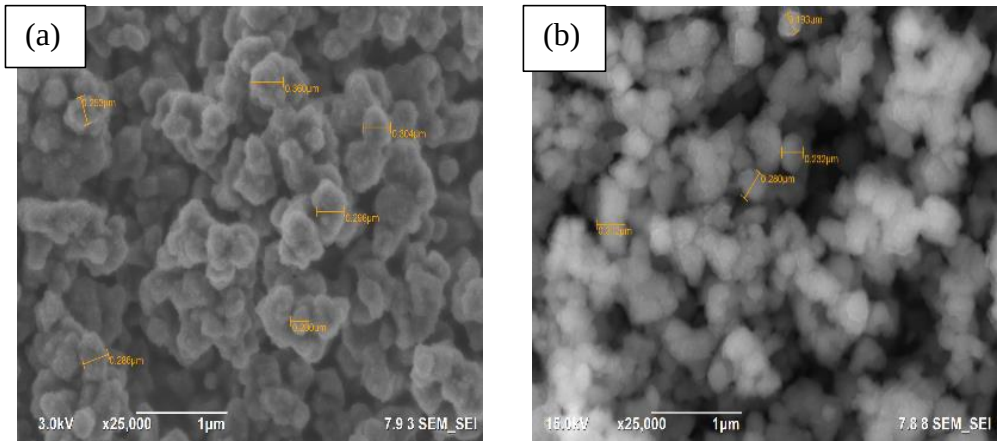
Dari tabel 4.4 diatas didapatkan nilai ukuran kristal tertinggi adalah pada material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi tanpa pemberian gas asetilen sebesar 1,2751 nm kemudian turun ketika diberi waktu 10 menit pemberian gas asetilen yakni sebesar 1,2748 nm. Penurunan ini hanya selisih sedikit dibandingkan dengan penurunan ketika waktu pemberian gas asetilen 20 menit yakni sebesar 1,1155 nm.

4.2 Hasil dan analisis SEM-EDX

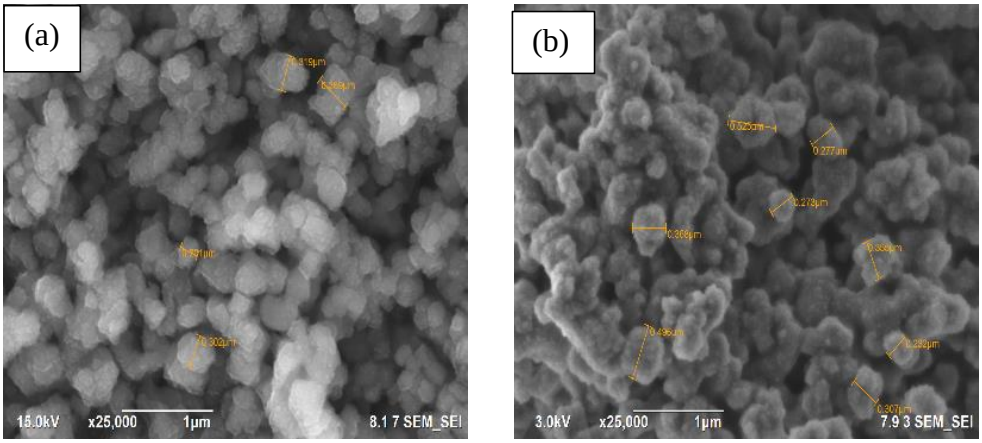
Proses identifikasi permukaan partikel $Li_4Ti_5O_{12}$ dilakukan dengan menggunakan alat uji *Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM).* Alat ini membantu untuk mengetahui morfologi dari partikel. Gambar 4.5 menunjukkan hasil foto SEM dari serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu pemberian gas asetilen. Pengamatan pembesaran dilakukan 25000x.



Gambar 4.5 Hasil Uji SEM dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 2 jam



Gambar 4.6 Hasil Uji SEM dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 3 jam

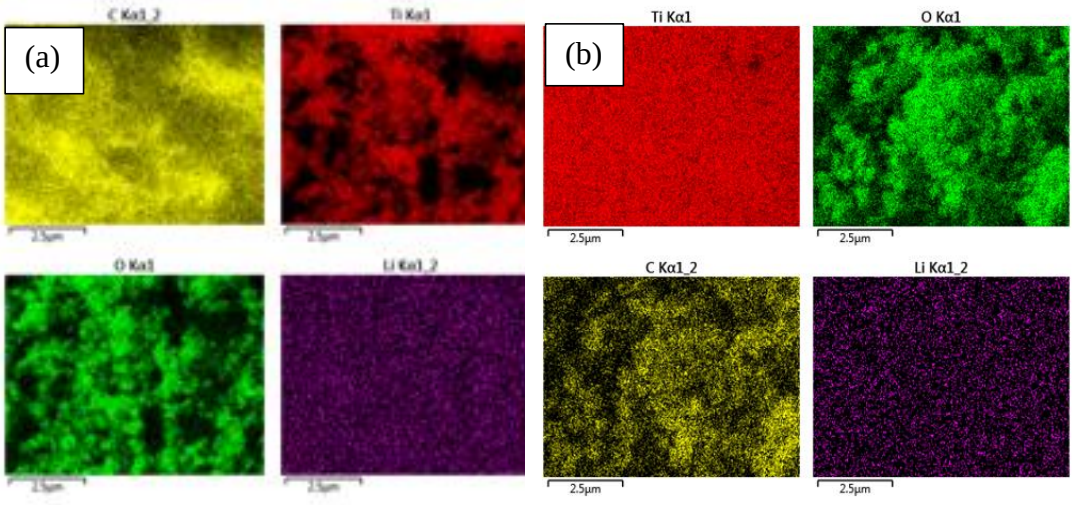


Gambar 4.7 Hasil Uji SEM dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 4 jam

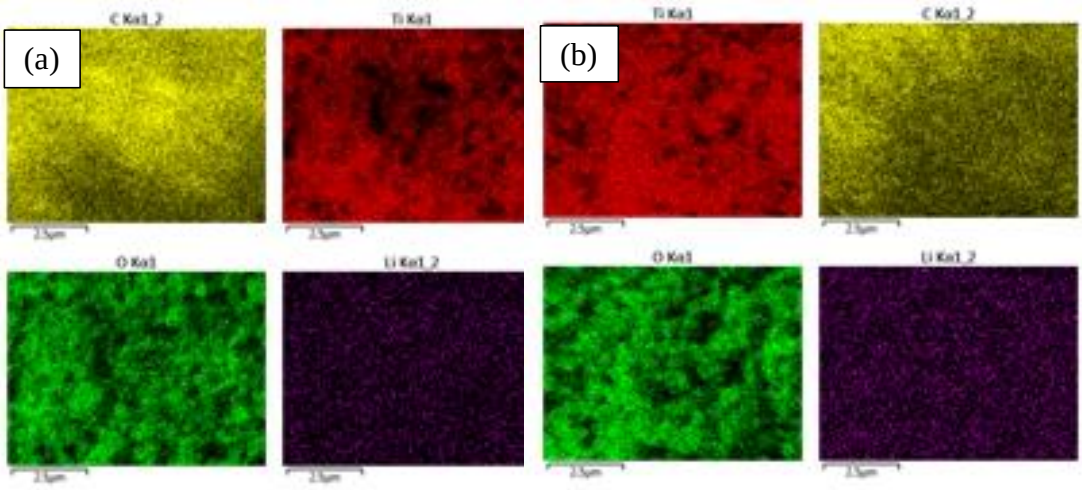
Hasil dari pengujian SEM pada material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada material-material yang dilapisi dengan carbon dari pemberian gas asetilen. Perbesaran yang digunakan adalah 25000x. Morfologi dari senyawa $Li_4Ti_5O_{12}$ secara umum sudah homogen baik waktu pemberian gas asetilen 10 menit maupun 20 menit. Bentuk morfologi yang didapatkan adalah bentuk butiran dengan ukuran yang berbeda-beda pada setiap sampel. Semakin lama waktu pemberian gas asetilen maka ukuran diameter yang didapatkan juga semakin besar.

Pada gambar 4.5 menunjukkan waktu milling 2 jam dengan (a) pemberian gas asetilen 10 menit rata-rata diameter partikelnya sekitar 0,309 µm. Sedangkan (b) diameter partikel pada waktu pemberian gas asetilen 20 menit sebesar 0,326 µm. Untuk gambar 4.6 menunjukkan waktu milling 3 jam dengan (a) pemberian gas asetilen 10 menit rata-rata diameter partikelnya sekitar 0,246 µm. (b) diameter partikel pada waktu pemberian gas asetilen 20 menit sebesar 0,275 µm. Kemudian gambar 4.7 menunjukkan waktu milling 4 jam dengan (a) pemberian gas asetilen 10 menit rata-rata diameter partikelnya sekitar 0,298 µm. Sedangkan (b) diameter partikel pada waktu pemberian gas asetilen 20 menit sebesar 0,343 µm.

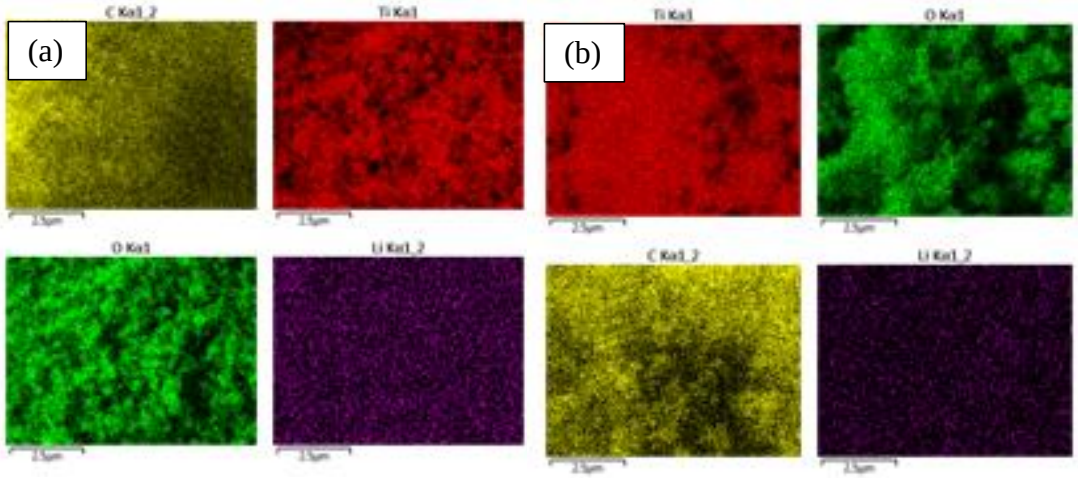
Bisa dilihat bahwa semakin lama waktu pemberian gas asetilen maka ukuran diameter yang didapatkan juga semakin besar baik pada waktu milling 2, 3 maupun 4 jam. Hal ini kemungkinan disebabkan karena temperatur yang dihasilkan dari pemberian gas asetilen 20 menit lebih lama sehingga terjadi pertumbuhan partikel $Li_4Ti_5O_{12}$.



Gambar 4.8 Hasil uji EDX dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 2 jam.



Gambar 4.9 Hasil uji EDX dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 3 jam



Gambar 4.10 Hasil uji EDX dengan variasi waktu pemberian gas asetilen (a) 10 menit dan (b) 20 menit pada waktu ball milling 4 jam

Gambar 4.8; 4.9; dan 4.10 menunjukkan hasil dari EDX material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 10 dan 20 menit dengan waktu milling 2, 3 dan 4 jam. Dari gambar terlihat adanya spektrum warna yang menunjukkan adanya unsur-unsur tertentu. Seperti halnya warna kuning menunjukkan unsur C, hijau unsur O, merah unsur Ti dan ungu unsur Li. Unsur yang lebih dominan adalah unsur Ti dan O. Keduanya merupakan unsur utama dalam serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$. Sementara keberadaan unsur Li selalu lebih sedikit dibandingkan unsur yang lainnya. Unsur Li tidak dapat terdeteksi oleh sinar X dari EDX dikarenakan Li

merupakan unsur yang sangat ringan hampir sama dengan unsur hidrogen yang juga tidak akan terdeteksi oleh EDX.

4.3 Hasil Pengujian dan Analisis Carbon Analyzer

Identifikasi kandungan karbon dalam serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$ di uji dengan mengunakan Carbon Analyzer seperti yang terlihat pada tabel 4.5 berikut:

Tabel 4.5 Hasil Pengujian Carbon Analyzer LTO dengan waktu ball milling 2 jam dan lama pemberian gas asetilen 10 menit

Berat Bahan (gr)	Kadar C (%)	Keterangan (%)
0,1088	0,0612	Rerata 0,0629 ±
0,1516	0,0609	0,00224
0,1517	0,0631	
0,2157	0,0626	
0,2011	0,0623	
0,5033	0,0671	

Tabel 4.6 Hasil Pengujian Carbon Analyzer LTO dengan waktu ball milling 2 jam dan lama pemberian gas asetilen 20 menit

Berat Bahan (gr)	Kadar C (%)	Keterangan (%)
0,1198	0,0946	Rerata 0,0963 ±
0,0769	0,0969	0,00151
0,1540	0,0975	

Tabel 4.5 menunjukkan hasil pengujian carbon analyzer yang dilakukan pada material dengan waktu ball milling 2 jam dan waktu pemberian gas asetilen 10 menit. Pada hasil tersebut terlihat bahwa kadar C (%) dalam 6 kali pengulangan memiliki nilai yang hampir sama yakni berkisar antara 0,0609% hingga 0,0671%. Hal ini membuktikan bahwa material yang diuji memiliki kandungan karbon yang cukup homogen. Rata-rata dari kandungan karbon ini adalah 0,0629%. Tabel 4.6 menunjukkan hasil pengujian carbon analyzer yang dilakukan pada material dengan waktu ball milling 2 jam dan waktu pemberian gas asetilen 20 menit. Pada hasil tersebut terlihat bahwa kadar C (%) dalam 3 kali pengulangan memiliki nilai yang hampir sama yakni berkisar antara 0,0946% hingga 0,0975%. Hal ini membuktikan bahwa material yang diuji memiliki kandungan karbon yang cukup homogen. Rata-rata dari kandungan karbon ini adalah 0,0963%. Jumlah kandungan karbon ini

dinilai terlalu sedikit untuk bisa dikatakan dapat melapisi material $Li_4Ti_5O_{12}$ secara menyeluruh.

4.4 Hasil Pengujian dan Analisis Cyclic Voltammetry

Cyclic Voltammetry merupakan teknik voltametri dimana arus yang diukur selama penyapuan (scanning) potensial dari potensial awal ke potensial akhir kembali lagi kepotensial awal yang disebut 1 siklus. Dengan demikian arus katodik dan anodik dapat diukur. Prinsip dari cyclic Voltammetry adalah melihat hubungan potensial yang diberikan dan arus yang terukur karena melibatkan reaksi redoks diantara anoda dan katoda. Reaksi kedua elektroda tersebut dimonitor besarnya arus yang timbul pengukuran arus listrik dilakukan dengan rentang potensial awal dan akhir yang sama. Grafik cyclic volltammetry biasa disebut votamogram siklik.

Kurva cyclic voltametry adalah cycle pertama karena hasil yang didapatkan pada cycle pertama sudah menghasilkan puncak yang tinggi dan tajam. Hasil puncak yang tinggi dan tajam inilah yang diduga sudah terjadi kestabilan pada proses interkalasi dan deinterkalasi didalam baterai. Adanya puncak oksidasi menandakan proses deinterkalasi dan puncak reduksi menandakan adanya proses interkalasi. Puncak oksidasi terbentuk dengan penghilangan empat ion Li+ pada Li_2O sesuai dengan persamaan 4.2 dibawah ini:

$$2Li_2O + Ti \rightarrow TiO_2 + 4Li \qquad (4.2)$$

(melepas ion Li+)

Sedangkan untuk reaksi yang terjadi saat discharge yaitu reaksi reduksi adalah sebagai berikut:

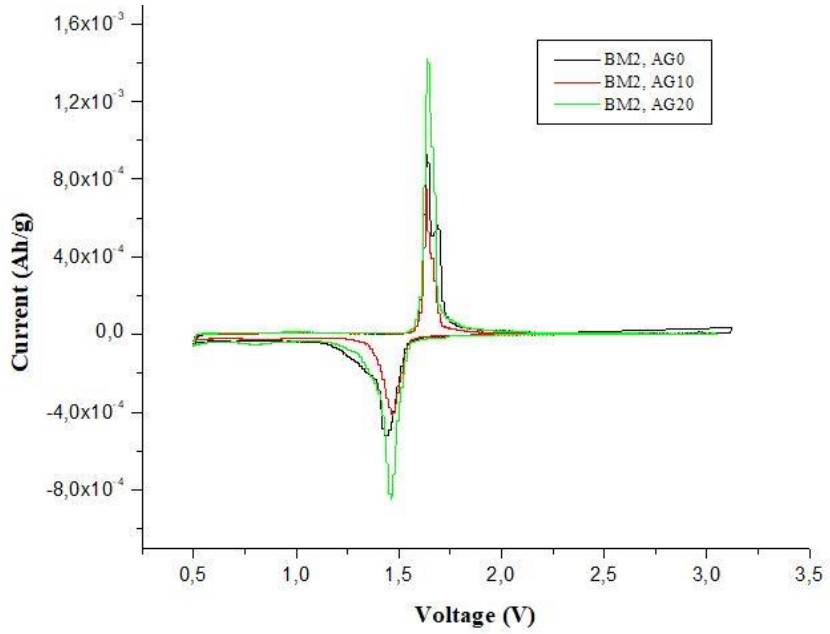
$$TiO_2 + 4Li + 4e^- \rightarrow Ti + 2\ Li_2O \qquad (4.3)$$

(menerima ion Li)

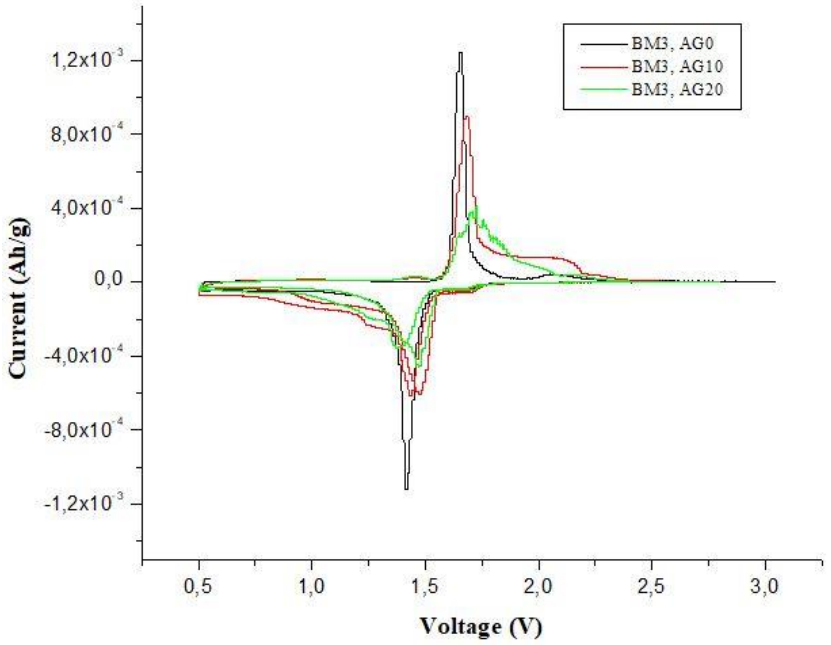
Karakterisasi elektrokimia menggunakan Cyclic Voltammetry (CV) berfungsi untuk melihat adanya reaksi reduksi dan oksidasi yang terbentuk pada sampel. Hasil grafik CV dapat dilihat pada gambar 4.11 hingga 4.14.

Gambar 4.11; 4.12; 4.13; dan 4.14 menunjukkan bahwa material dengan berbagai variasi memiliki puncak oksidasi dan puncak reduksi. Puncak oksidasi dan

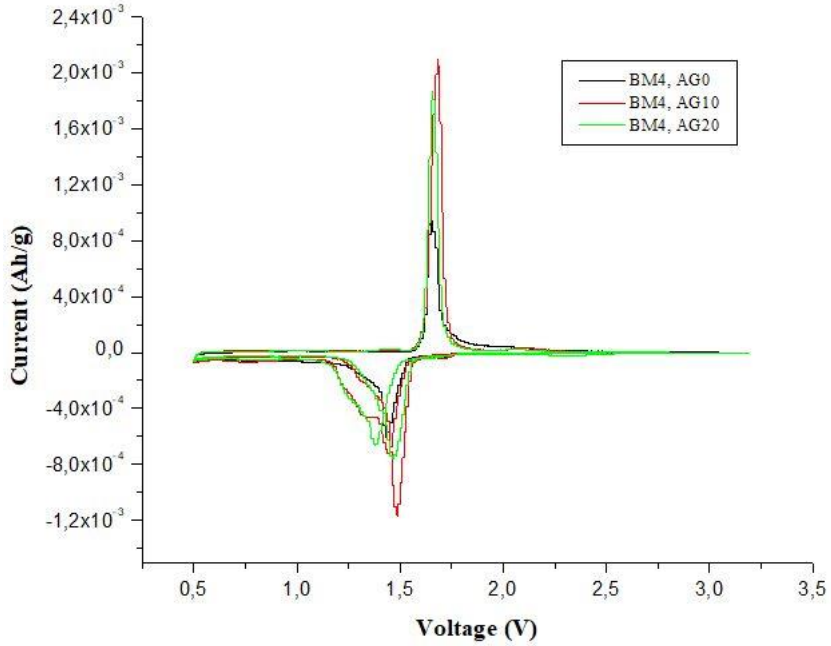
reduksi yang tinggi dan runcing menunjukkan bahwa material semakin kondukrif tetapi selain itu perlu dilihat dari energi polarisasi yang dihasilkan. ΔE polarisasi yang terendah adalah material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu milling 2 jam dan waktu pemberian gas asetilen 10 menit. Rendahnya ΔE polarisasi ini mengartikan bahwa waktu ion Li dan elektron yang berpindah juga akan semakin cepat karena ΔE polarisasi juga semakin singkat atau kecil. Sama halnya dengan variasi waktu milling 2, 3, dan 4 jam tanpa pemberian gas asetilen. Waktu 2 jam milling mempunyai nilai ΔE polarisasi yang terendah hal ini menandakan milling 2 jam lebih efisien dibandingkan waktu milling 3 dan 4 jam. Hal tersebut juga dilandasi dengan hasil XRD bahwa waktu milling 2 jam memiliki satu fasa yakni $Li_4Ti_5O_{12}$.



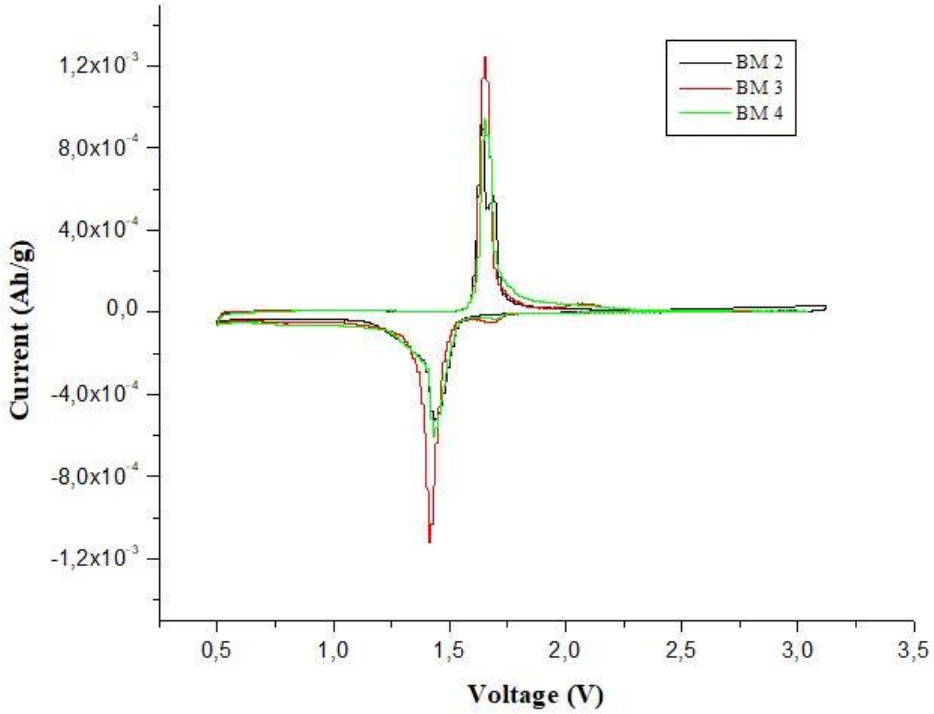
Gambar 4.11 Hasil Pengujian CV material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 2 jam.



Gambar 4.12 Hasil Pengujian CV material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 3 jam.



Gambar 4.13 Hasil Pengujian CV material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 4 jam.



Gambar 4.14 Hasil Pengujian CV material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa gas asetilen

Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada tabel 4.7 berikut:

Tabel 4.7 Hasil Uji *Cyclic Voltammetry* (CV)

Sampel	Epa (V)	Ipa (mA)	Epc (V)	Ipc (mA)	ΔE (V)
BM 2, AG 0	1,64	0,92	1,44	-0,53	0,20
BM 2, AG 10	1,64	0,75	1,57	-0,41	0,17
BM 2, AG 20	1,64	1,42	1,46	-0,85	0,18

Tabel 4.8 Hasil Uji *Cyclic Voltammetry* (CV)

Sampel	Epa (V)	Ipa (mA)	Epc (V)	Ipc (mA)	ΔE (V)
BM 3, AG 0	1,66	1,24	1,42	-1,12	0,24
BM 3, AG 10	1,68	0,90	1,44	-0,62	0,24
BM 3, AG 20	1,73	0,41	1,47	-0,46	0,26

Tabel 4.9 Hasil Uji *Cyclic Voltammetry* (CV)

Sampel	Epa (V)	Ipa (mA)	Epc (V)	Ipc (mA)	ΔE (V)
BM 4, AG 0	1,65	0,94	1,44	-0,61	0,21
BM 4, AG 10	1,68	2,10	1,49	-1,17	0,19
BM 4, AG 20	1,66	1,87	1,47	-0,75	0,19

Tabel 4.10 Hasil Uji *Cyclic Voltammetry* (CV)

Sampel	Epa (V)	Ipa (mA)	Epc (V)	Ipc (mA)	ΔE (V)
BM 2	1,64	0,92	1,44	-0,53	0,20
BM 3	1,66	1,24	1,42	-1,12	0,24
BM 4	1,65	0,94	1,44	-0,61	0,21

Tabel 4.7 menunjukkan nilai hasil pengujian CV material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan ball milling 2 jam pada variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10 dan 20 menit. Tabel tersebut menunjukkan bahwa material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada variasi waktu pemberian gas asetilen 20 menit dengan waktu milling 2 jam memiliki intensitas puncak oksidasi tertinggi sebesar 1,42 mA dan reduksi sebesar 0,85 mA. Disusul dengan material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu milling 2 jam tanpa gas asetilen memiliki intensitas puncak oksidasi sebesar 0,92 mA dan reduksi sebesar 0,53 mA. Sedangkan intensitas puncak oksidasi terendah adalah material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada variasi waktu pemberian gas asetilen 10 menit sebesar 0,75 mA dan reduksi sebesar 0,41 mA. Material LTO dengan waktu milling 2 jam yang memiliki energi polarisasi terendah adalah material LTO dengan waktu pemberian gas asetilen 10 menit sebesar 0,17 V, disusul dengan waktu pemberian gas asetilen 20 menit sebesar 0,18 V dan yang paling tinggi adalah material LTO tanpa gas asetilen.

Tabel 4.8 menunjukkan nilai hasil pengujian CV material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu milling 3 jam pada variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10 dan 20 menit. Tabel tersebut menunjukkan bahwa material $Li_4Ti_5O_{12}$ tanpa gas asetilen dengan waktu milling 3 jam memiliki intensitas puncak oksidasi tertinggi sebesar 1,24 mA dan reduksi sebesar 1,12 mA. Disusul dengan material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada variasi waktu pemberian gas asetilen 10 menit dengan waktu milling 2 jam memiliki intensitas puncak oksidasi sebesar 0,90 mA dan reduksi sebesar 0,62 mA. Sedangkan intensitas puncak oksidasi terendah adalah material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada variasi waktu pemberian gas asetilen 20 menit sebesar 0,41 mA dan reduksi sebesar 0,46 mA. Material LTO dengan waktu milling 3 jam yang memiliki energi polarisasi terendah adalah material LTO dengan tanpa waktu pemberian gas asetilen dan 10 menit waktu pemberian gas asetilen sebesar 0,24 V, disusul dengan waktu pemberian gas asetilen 20 menit sebesar 0,26 V.

Tabel 4.9 menunjukkan bahwa variasi waktu pemberian gas asetilen 10 menit memiliki intensitas puncak reduksi yang aling tinggi dibandingkan dengan variasi pemberian gas asetilen yang lainnya. Intensitas tertinggi pada waktu pemberian gas asetilen 10 menit sebesar 1,17 mA, disusul material dengan waktu pemberian gas asetilen 20 menit sebesar 0,75 mA sedangkan puncak terendah adalah material $Li_4Ti_5O_{12}$ tanpa pemberian gas asetilen. Material LTO dengan waktu milling 4 jam yang memiliki energi polarisasi terendah adalah material LTO dengan waktu pemberian gas asetilen 10 menit dan 20 menit sebesar 0,19 V, disusul dengan tanpa waktu pemberian gas asetilen sebesar 0,21 V.

Tabel 4.10 menunjukkan hasil pengujian CV pada material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa gas asetilen. Material dengan waktu milling 3 jam memiliki puncak reduksi 1,12 mA dan puncak oksidasi 1,24 mA, sedangkan materal dengan waktu milling 4 jam memiliki puncak reduksi 0,61 mA dan puncak oksidasi 0,94 mA. Sementara material dengan waktu milling 2 jam memiliki puncak reduksi 0,53 mA dan puncak oksidasi 0,92 mA. Material LTO dengan variasi waktu milling 2, 3 dan 4 jam yang memiliki energi polarisasi terendah adalah 2 jam waktu milling sebesar 0,20 V, disusul dengan 4 jam waktu milling sebesar 0,21 V dan waktu milling 3 jam sebesar 0,24 V.

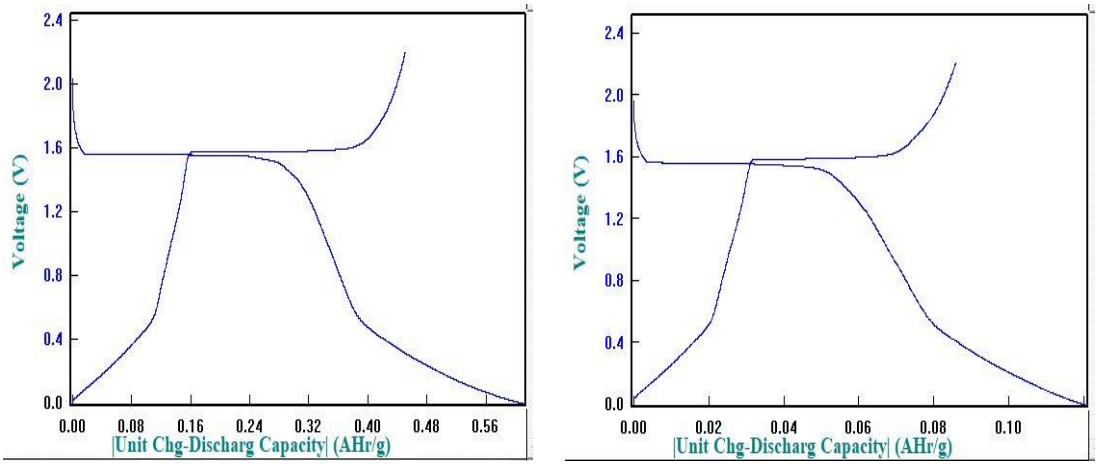
4.5 Hasil Pengujian dan Analisis Charge/Discharge

Nilai dari kapasitas charge-discharge didapatkan untuk mengetahui kemampuan kapasitas energi yang tersimpan dalam baterai lithium tergantung pada berapa banyak ion lithium yang dapat disimpan dalam struktur bahan elektrodanya dan berapa banyak yang dapat digerakkan dalam proses charge-discharge, karena jumlah arus elektron yang tersimpan dan tersalurkan sebanding dengan jumlah ion lithium yang bergerak (Linden, 1994).

Hasil Charge-discharge tersebut diindikasikan bahwa kapasitas sangat bergantung pada pengaruh karbon, besar ukuran partikel, dan terjadinya aglomerasi. Aglomerasi adalah pengumpulan atau penumpukan partikel atau zat menjadi satu. Pada pengujian charge-discharge juga terjadi proses mekanisme reaksi baterai ion lithium dimana pada saat charging di anoda, ion Li berinterkalasi

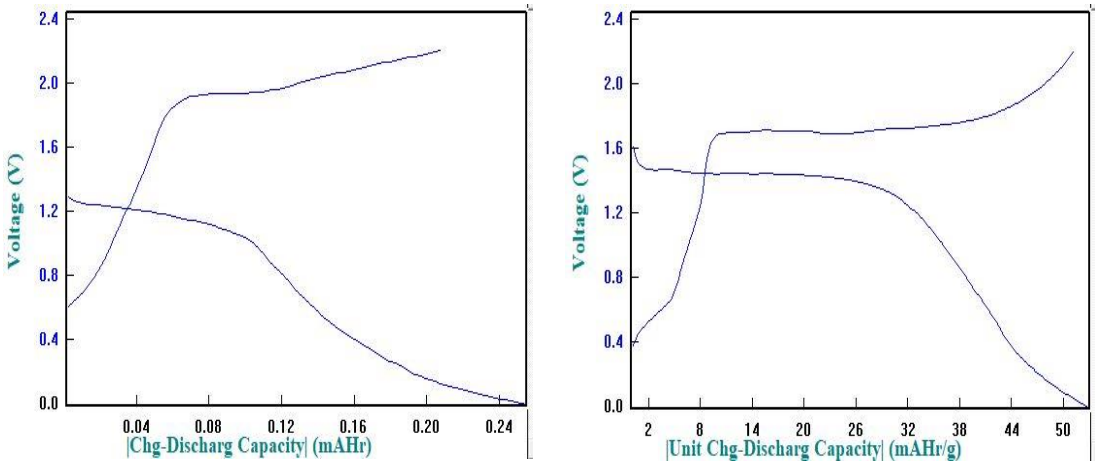
masuk ke host anoda sedangkan saat proses discharge terjadi deinterkalasi ion lithium yang artinya ion Li keluar dari host anoda (Zeddy, 2014).

Proses identifikasi kapasitas baterai bahan aktif dilakukan dengan menggunakan alat uji charge/discharge dengan merek Automatic battery cycler tipe WBCS3000.



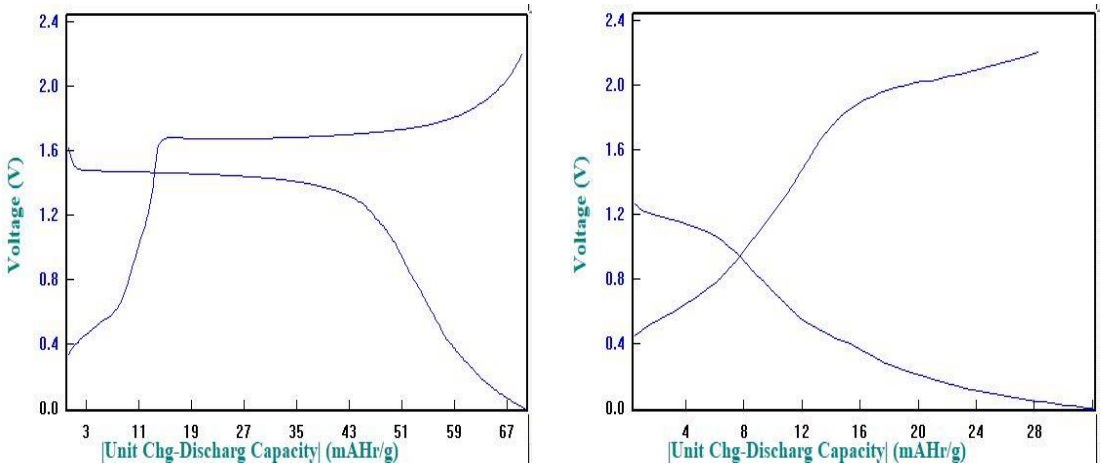
(A) (B)

Gambar 4.15 Diagram hasil uji charge/discharge serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu penambahan gas asetilen (A) 10 menit (B) 20 menit pada waktu ball milling 2 jam



(A) (B)

Gambar 4.16 Diagram hasil uji charge/discharge serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu penambahan gas asetilen (A) 10 menit (B) 20 menit pada waktu ball milling 3 jam



(A) (B)

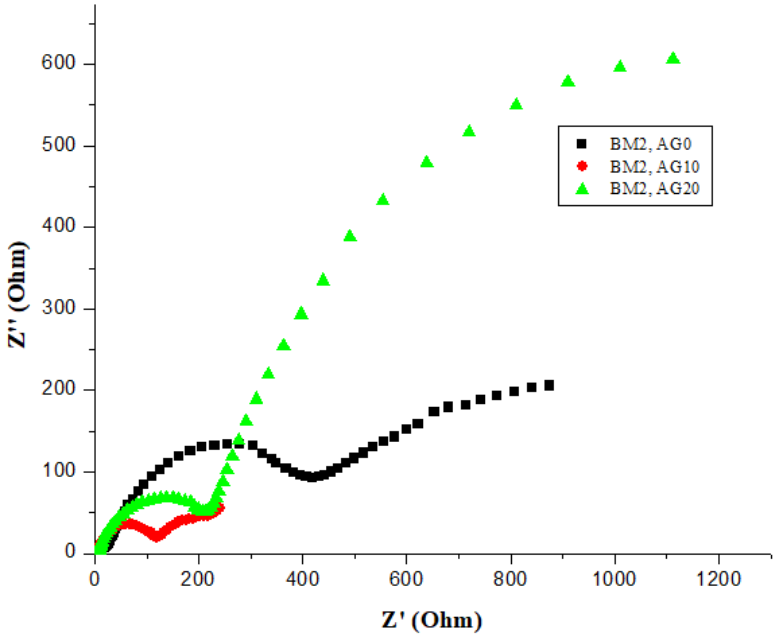
Gambar 4.17 Diagram hasil uji charge/discharge serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu penambahan gas asetilen (A) 10 menit (B) 20 menit pada waktu ball milling 4 jam

Gambar 4.15; 4.16 dan 4.17 menunjukkan hasil pengujian *charge-discharge* serbuk $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu penambahan gas asetilen 10 dan 20 menit pada waktu ball milling 2, 3 dan 4 jam. Grafik *charge-discharge* tersebut menunjukkan hubungan antara kapasitas *charge-discharge* dengan potensial. Dimana kapasitas *charge-discharge* berada pada sumbu x dan potensial berada pada sumbu y. Material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada waktu milling 2 jam dengan waktu pemberian gas asetilen 10 menit menunjukkan adanya kapasitas *charge* sebesar 460 mAhr/gr dan kapasitas *discharge* sebesar 600 mAhr/gr. Sedangkan material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada waktu milling 2 jam dengan pemberian gas asetilen 20 menit menunjukkan nilai kapasitas *charge* sebesar 85 mAhr/gr dan kapasitas *dischrge* sebesar 120 mAhr/gr. Material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada waktu milling 3 jam dengan waktu pemberian gas asetilen 10 menit menunjukkan adanya kapasitas *charge* sebesar 0,21 mAhr/gr dan kapasitas *discharge* sebesar 0,26 mAhr/gr. Sedangkan material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada waktu milling 3 jam dengan pemberian gas asetilen 20 menit menunjukkan nilai kapasitas *charge* sebesar 50 mAhr/gr dan kapasitas *dischrge* sebesar 53 mAhr/gr. Material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada waktu milling 4 jam dengan waktu pemberian gas asetilen 10 menit menunjukkan adanya kapasitas *charge* sebesar 68 mAhr/gr dan kapasitas *discharge* sebesar 69 mAhr/gr. Sedangkan material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada waktu milling 4 jam dengan pemberian gas asetilen 20 menit

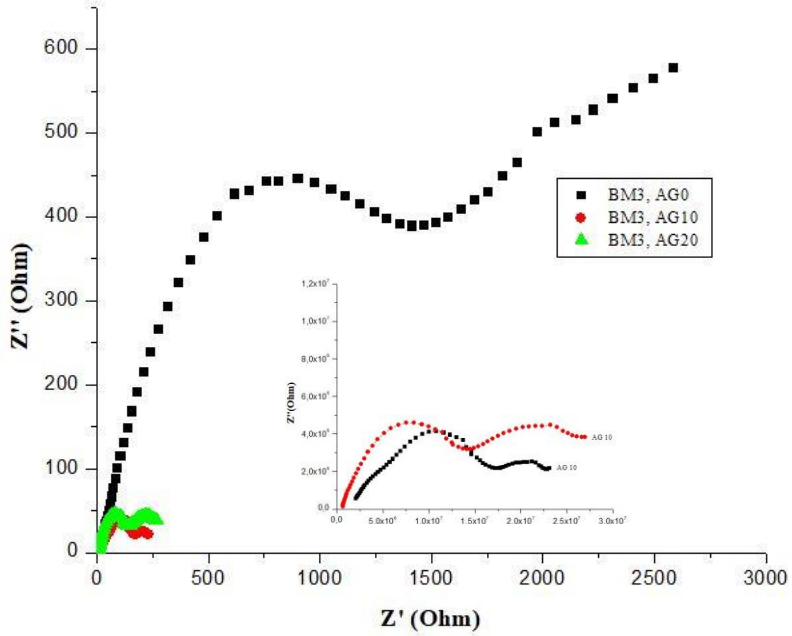
menunjukkan nilai kapasitas *charge* sebesar 28 mAhr/gr dan kapasitas *dischrge* sebesar 32 mAhr/gr. Nilai kapasitas charge-discharge tertinggi adalah material $Li_4Ti_5O_{12}$ pada waktu milling 2 jam dan waktu pemberian gas asetilen 10 menit. Hal ini menunjukkan bahwa material ini mempunyai kemampuan menyimpan kapasitas energi dalam baterai yang tinggi. Begitu pula dengan banyaknya ion lithium yang dapat disimpan dalam struktur bahan elektroda. Tinggi nya nilai kapasitas charge-discharge pada material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu milling 2 jam dan waktu pemberian gas asetilen 10 menit juga didukung dengan hasil pengujian XRD yang menghasilkan fasa tunggal dan hasil pengujian Cyclic Voltammetry yang menghasilkan nilai ΔE polarisasi terendah.

4.6 Hasil Pengujian dan Analisis Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

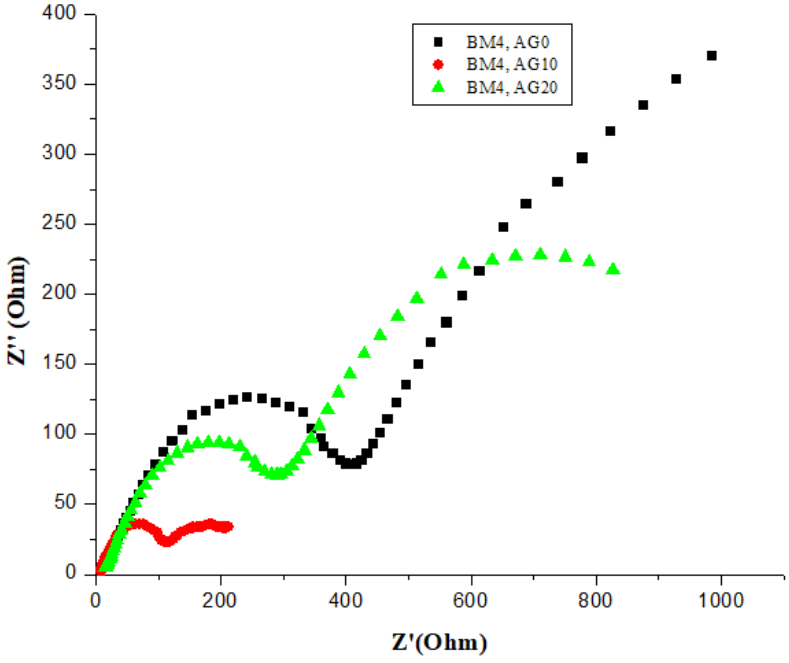
Pengukuran konduktifitas dilakukan dengan menggunakan metode EIS (electrochemical Impedance Spectroscopy). Dengan melihat profil EISnya akan dapat dilihat apakah telah membentuk kurva dengan baik. Anoda yang baik akan membentuk pola busur setengah lingkaran (semicircle).



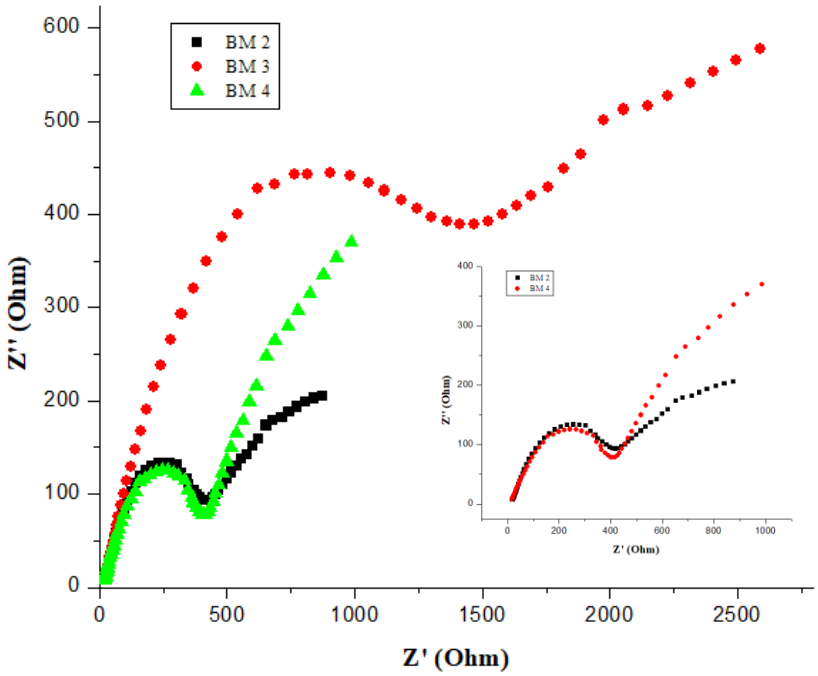
Gambar 4.18 Hasil *Nyquist Plot* Berdasarkan Pengujian EIS material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 2 jam.



Gambar 4.19 Hasil *Nyquist Plot* Berdasarkan Pengujian EIS material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 3 jam.



Gambar 4.20 Hasil *Nyquist Plot* Berdasarkan Pengujian EIS material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit pada waktu ball milling 4 jam.



Gambar 4.21 Hasil *Nyquist Plot* Berdasarkan Pengujian EIS material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa gas asetilen.

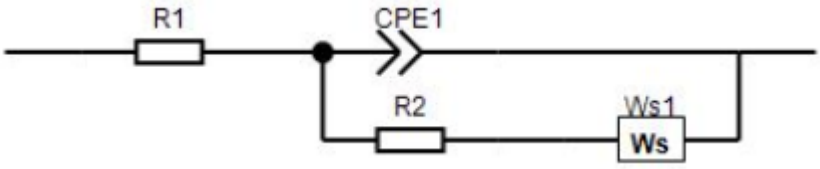
Gambar 4.18; 4.19; 4.20; dan 4.21 adalah gambar Nyquist plot yang menunjukkan hubungan antara impedansi real (Z') dan impedansi imajiner (Z'') pada frekuensi tertentu dimana impedansi real berada pada sumbu x dan impedansi imajiner pada sumbu y. Hasil yang didapatkan dari pengujian ini adalah nilai Rct (resistive charge transfer) dan Rs (Lukman, 2012). 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).

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 deinterkalasi yang paling baik. Rs adalah tahanan dari elektrolit yang digunakan. Sampel dengan elektrolit yang sama yaitu $LiPF_6$ seharusnya memiliki nilai Rs yang sama pula. Tetapi pada kenyataannya nilai Rs dari masing-masing variasi berbeda nilainya. Hal ini disebabkan oleh jumlah tetesan elektrolit saat proses assembling tidak sama

sehingga mampu berpengaruh pada jumlah atau konsentrasi elektrolit di dalam baterai.

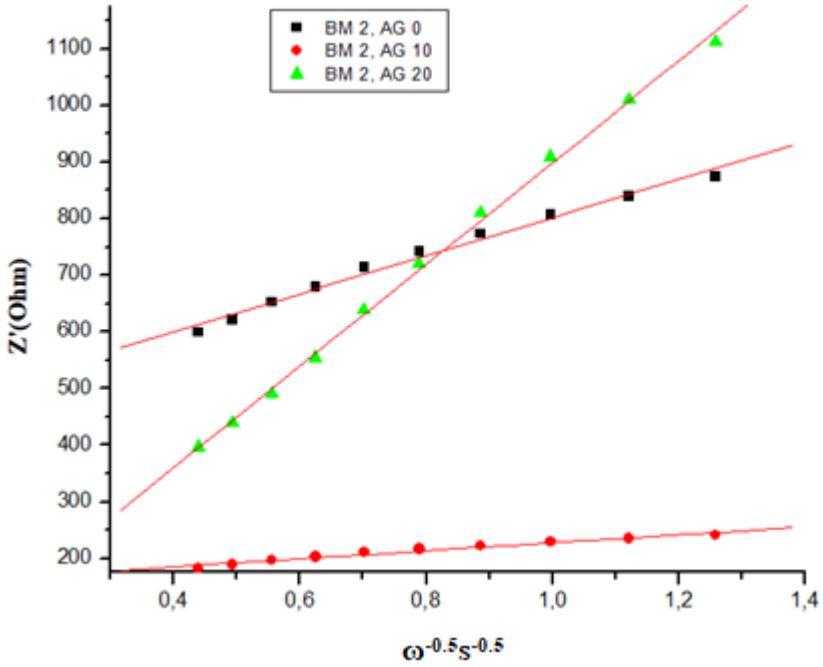
Pada gambar 4.18; 4.19 dan 4.20 yang menunjukkan pengaruh waktu pemberian gas asetilen terhadap hasil pengujian EIS. Pada saat material $Li_4Ti_5O_{12}$ tanpa pemberian gas asetilen memiliki nilai Rct yang tinggi dibuktikan dengan besarnya semisirkel tetapi ketika diberi gas asetilen baik 10 menit maupun 20 menit nilai Rct akan berangsur turun hal ini membuktikan bahwa adanya waktu pemberian gas asetilen akan mengurangi nilai dari Rct material itu sendiri. Untuk waktu pemberian gas asetilen 20 menit plot semisirkel yang didapatkan semakin besar sehingga nilai Rct pun semakin besar. Hal ini kemungkinan disebabkan karena adanya temperatur yang diberikan terlalu lama sehingga menghasilkan pertumbuhan partikel material $Li_4Ti_5O_{12}$ oleh karena menyebabkan ion Li maupun elektron yang berpindah ataupun ber interkalasi dan deinterkalasi akan terhalang .

Pada gambar 4.21 menunjukkan pengaruh waktu milling terhadap hasil pengujian EIS. Pada material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu milling 2 dan 4 jam memiliki plot semisirkel yang hampir sama sehingga nilai Rct dari keduanya juga tidak berbeda jauh. Hal ini disebabkan karena pada waktu milling 2 jam memiliki fasa tunggal dan pada waktu milling 4 jam meskipun tidak memiliki fasa tunggal tetapi memiliki nilai kristalinitas yang tinggi berbeda dengan waktu milling 3 jam yang nilai kristalinitasnya cenderung lebih rendah dari pada waktu milling 4 jam.

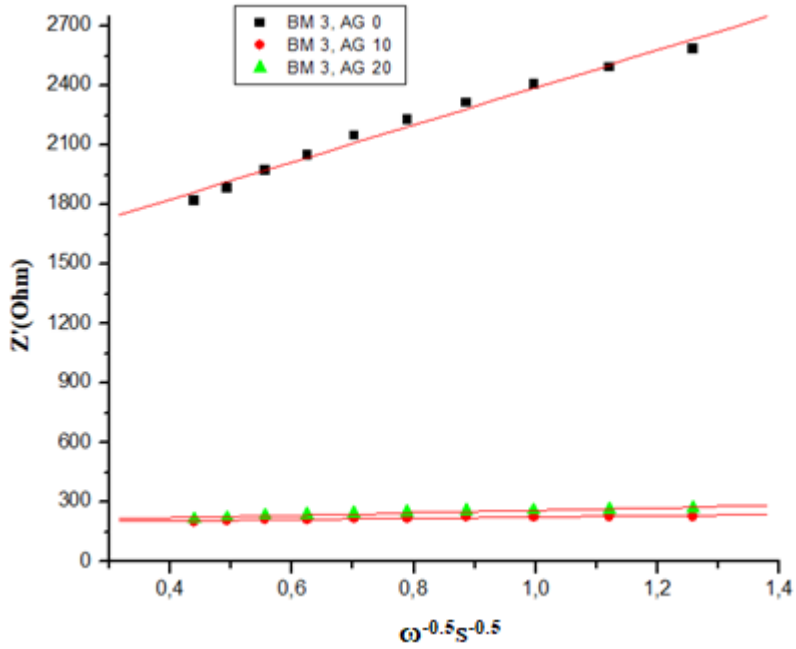


Gambar 4.22 Rangkaian equivalent pengujian EIS

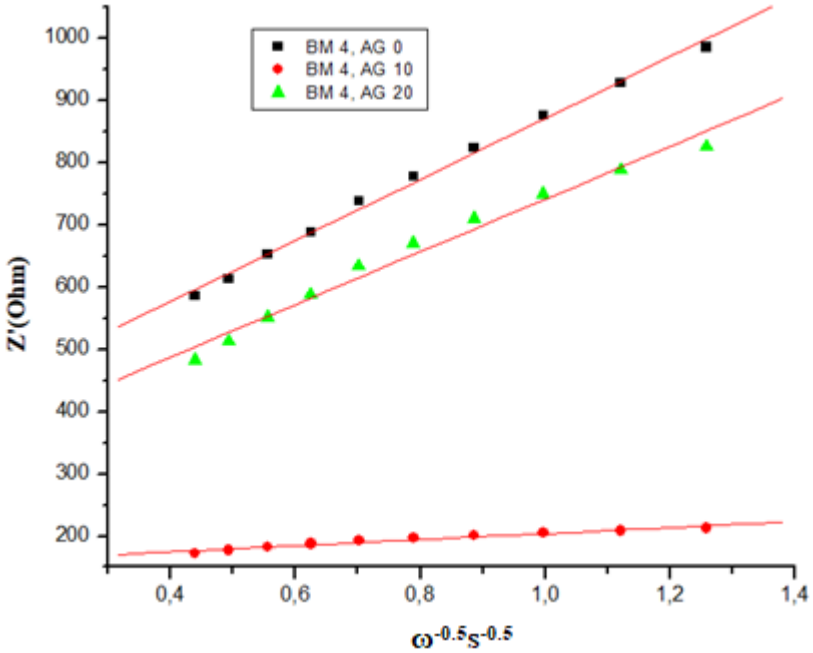
Gambar 4.22 adalah rangkaian equivalent EIS yang digunakan ketika pengujian EIS. Pada rangkaian tersebut terlihat adanya R1, CPE1, R2 dan Ws1. R1 diumpamakan sebagai Rs atau *solution resistance*. CPE adalah *Constant Phase Element*, R2 sebagai Rs + Rct yaitu *Charge Transfer Resistance*. Dan Ws1 sebagai Zw adalah *Warburg Impedance*.



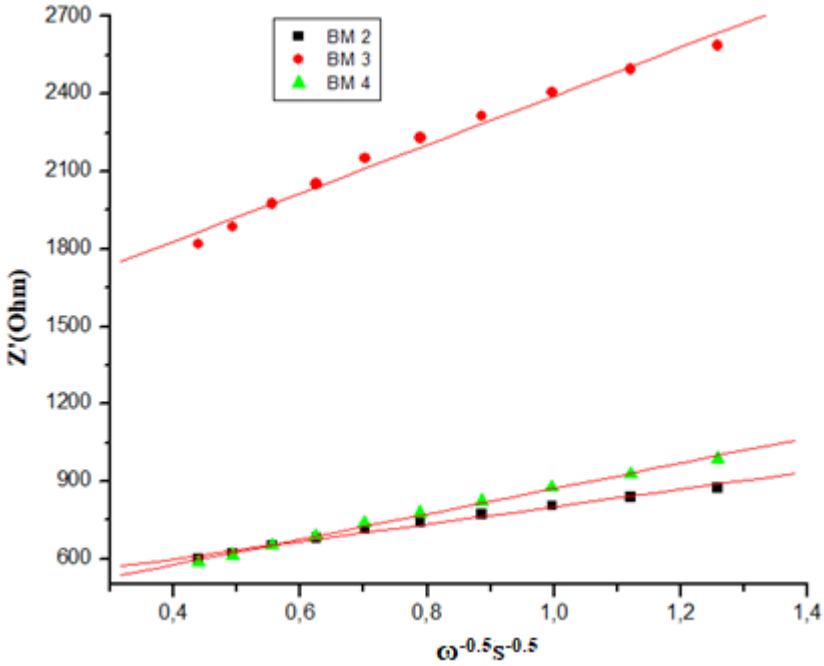
Gambar 4.23 Kurva Bode Berdasarkan Pengujian EIS antara Z real dan $\omega^{-0.5}$ pada frekuensi rendah pada variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit dengan waktu ball milling 2 jam.



Gambar 4.24 Kurva Bode Berdasarkan Pengujian EIS antara Z real dan $\omega^{-0.5}$ pada frekuensi rendah pada variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit dengan waktu ball milling 3 jam.



Gambar 4. 25 Kurva Bode Berdasarkan Pengujian EIS antara Z real dan $\omega^{-0.5}$ pada frekuensi rendah pada variasi waktu pemberian gas asetilen 0, 10, dan 20 menit dengan waktu ball milling 4 jam.



Gambar 4. 26 Kurva Bode Berdasarkan Pengujian EIS antara Z real dan $\omega^{-0.5}$ pada frekuensi rendah pada variasi waktu ball milling 2, 3, dan 4 jam tanpa pemberian gas asetilen.

Gambar 4.23; 4.24; 4.25 dan 4.26 menunjukkan hubungan plot antara impedance real (Z') dan akar kuadrat resiprokal dari frekuensi sudut ($\omega^{-0,5}$) di daerah frekuensi rendah. Koefisien difusi ion Li (D_{Li}) dari sampel dihitung dengan persamaan 2.1 dan 2.2. Kemudian hasil perhitungan dicantumkan pada tabel 4.12; 4.13; 4.14 dan 4.15.

Tabel 4.11 Hasil nilai D_{Li} dengan waktu ball milling 2 jam

Sample	Rs (Ω)	Rct (Ω)	σ_w ($\Omega s^{-0.5}$)	D ($cm^{-2}s^{-1}$)
BM 2, AG 0	19,11	340,89	485,66	$1,06.\ 10^{-12}$
BM 2, AG 10	6,53	93,471	151,05	$1,22.\ 10^{-11}$
BM 2, AG 20	7,72	192,279	615,41	$1,50.\ 10^{-12}$

Tabel 4.12 Nilai D_{Li} pada waktu ball milling 3 jam

Sample	Rs (Ω)	Rct (Ω)	σ_w ($\Omega s^{-0.5}$)	D ($cm^{-2}s^{-1}$)
BM 3, AG 0	18,39	1181,61	1294,70	$1,17\ .\ 10^{-13}$
BM 3, AG 10	17,889	137,111	86,70	$1,13\ .\ 10^{-11}$
BM 3, AG 20	5,9	114,1	171,18	$9,04\ .\ 10^{-12}$

Tabel 4.13 Nilai D_{Li} pada waktu ball milling 4 jam

Sample	Rs (Ω)	Rct (Ω)	σ_w ($\Omega s^{-0.5}$)	D ($cm^{-2}s^{-1}$)
BM 4, AG 0	12,9	317,1	567,38	$1,04\ .\ 10^{-12}$
BM 4, AG 10	7,886	82,114	140,93	$1,46\ .\ 10^{-11}$
BM 4, AG 20	15,9	194,1	576,01	$1,39\ .\ 10^{-12}$

Tabel 4.14 Nilai D_{Li} pada variasi waktu milling 2, 3, dan 4 jam

Sample	Rs (Ω)	Rct (Ω)	σ_w ($\Omega s^{-0.5}$)	D ($cm^{-2}s^{-1}$)
BM 2	19,11	340,89	486,66	$1,06\ .\ 10^{-12}$
BM 3	18,39	1181,61	1294,70	$1,17\ .\ 10^{-13}$
BM 4	12,9	317,1	567,38	$1,04\ .\ 10^{-12}$

Pada tabel 4.11; 4.12; dan 4.13 yang menunjukkan pengaruh waktu pemberian gas asetilen terhadap hasil pengujian EIS. Dari sembilan sampel yang telah dilakukan pengujian EIS terlihat bahwa hasil perhitungan difusi ion Li menunjukkan bahwa setiap waktu pemberian gas asetilen 10 menit memiliki nilai difusi ion Li yang lebih rendah diantara kedua sampel yakni tanpa pemberian gas asetilen dan 20 menit waktu pemberian gas asetilen. Kecilnya nilai difusi ion Li ini

menandakan bahwa ion Li akan lebih mudah untuk berinterkalasidan de interkalasi sehingga akan mampu meningkatkan performa dari baterai ion lithium itu sendiri.

Pada gambar 4.14 menunjukkan pengaruh waktu milling terhadap hasil perhitungan nilai difusi ion Li. Pada material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu milling 2 dan 4 jam memiliki nilai difusi ion Li yang hampir begitu juga dengan nilai Rct dari keduanya juga tidak berbeda jauh. Hal ini disebabkan karena pada waktu milling 2 jam memiliki fasa tunggal dan pada waktu milling 4 jam meskipun tidak memiliki fasa tunggal tetapi memiliki nilai kristalinitas yang tinggi berbeda dengan waktu milling 3 jam yang nilai kristalinitasnya cenderung lebih rendah dari pada waktu milling 4 jam.

BAB 5
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu milling 2,3 dan 4 jam dan waktu pemberian gas asetilen 0, 10 dan 20 menit telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode *solid state reaction*. Hasil yang terbaik untuk diaplikasikan sebagai anoda baterai ion Li adalah Material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu milling 2 jam dan waktu pemberian gas asetilen 10 menit. Analisis struktur kristal dengan alat uji XRD menunjukkan komposisi fasa tunggal yaitu fasa $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan JCPDS 04-0477 pada waktu milling 2 jam dengan temperatur kalsinasi 750 ^{0}C selama 6 jam. Hasil SEM menunjukkan homogenitas ukuran partikel antara 0,309 – 0,326 µm dalam sampel dengan waktu milling 2 jam sudah cukup baik dengan bentuk partikel bulat namun masih adanya aglomerasi yang disebabkan temperatur yang tinggi ketika proses pemberian gas asetilen. Hasil Carbon Analyzer menunjukkan bahwa *coating carbon* yang diinginkan masih sangat sedikit yakni berkisar 0,06 untuk waktu pemberian gas asetilen 10 menit dan 0,09 % untuk waktu pemberian gas asetilen 20 menit.

Material $Li_4Ti_5O_{12}$ dengan waktu pemberian gas asetilen 10 menit pada waktu milling 2 jam memiliki kapasitas discharging yang tinggi yakni 600 mAh/g. Tingginya nilai kapasitas discharge juga didukung dengan hasil XRD yang hanya memiliki satu fasa, nilai ΔE pada pengujian CV juga rendah yakni 0,17 V. Sedangkan nilai Rct hasil pengujian EIS adalah 93,471 Ω. Untuk nilai difusi ion Li material $Li_4Ti_5O_{12}$ sebesar 1,22 x 10^{-11} $cm^{-2}s^{-1}$.

5.2 Saran

Saran yang dapat diberikan berdasarkan dari penelitian ini adalah:

1. Temperatur yang digunakan kalsinasi dinaikkan menjadi sekitar 850 ^{0}C agar mendapatkan fasa tunggal dari hasil pengujian XRD.

2. Pelapisan carbon dengan gas asetilen dapat memiliki nilai CV dan EIS yang bagus pada waktu pemberian 10 menit tetapi perlu adanya metode yang pas agar temperatur saat pemberian gas asetilen juga terjaga konstan.
3. Pada saat pengujian Cycle Voltammetry dan Charge-discharge dilakukan pada cycle yang lebih banyak tidak hanya 1 cycle.
4. Material sesudah dilakukan assembing harus segera diuji CV, CD dan EIS agar performa yang didapatkan masih bagus.
5. Perlu dicari sumber carbon yang tepat untuk coating material anoda $Li_4Ti_5O_{12}$ agar didapatkan hasil yang paling baik.

DAFTAR PUSTAKA

A. D. Litte. (1998). *Kline and Company Estimates Carson 1998*. California, USA: PR Newswire.

Balbuena, P. B. and Wang, Y., (2004): "Lithium Ion Batteries: Solid Electrolyte Interphase", Imperial College Press, London, U.K.

Brodd, R.J., (2013): "Batteries for Sustainability", VI, 513 p. 83 illus., 23 illus.

Feng, L. C. Q. Li,Z.P.Guo, D.Q. Shi, R,Zeng, X. J Zhu, (2009) "*Synthesis And Properties Of Li-Ti-O Spinel"*, Journal of Alloys and Compounds 478 767-770.

Chan. Candace K., et.al, (2008), "High-performance lithiumbattery anodes using silicon nanowires", Journal Nature Publishing.

Cheruvally, G., (2008): "Lithium Iron Phosphate: A Promising Cathode Active Material for LithiumSecondary Batteries", Trans Tech Publications Ltd, StafaZuerich, Switzerland.

Ding.Y, G.R.Li, C.W.Xiao, X.P.Gao, 2013, "Insight into effects of graphene in Li4Ti5O12/carbon composite with high rate capability as anode materials for lithium ion batteries", Electrochimica Acta, 282-289.

Eriksson, T. (2001). *$LiMn_2O_4$ as Li-Ion Battery Cathode From Bulk to Electrolyte interfase.* [Disertasi]. Swedan : Uppsala University.

Fadhel, A. (2009). *Lithium Bis (Oxalato) Borate Based Electrolyte For Lithium Ion Cells.* Nort Carolina.

Fang. W., Cheng. X., Zuo. P., Ma. Y., Yin. G., (2013), " A facile strategy to prepare nano-crystalline Li4Ti5O12/C anode material via polyvinyl alcohol as carbon source for high-rate rechargeable Li-ion batteries". Journal Electrochemica Acta, 173-178.

Fikry. R., (2016), "Pengaruh variasi waktu hidrotermal pada sintesis anoda $Li_4Ti_5O_{12}$ terhadap performa elektrokimia baterai liyhium ion", [Tugas Akhir], Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Npember.

Gholam, Abbas., Gianfranco, Pistoia, (2009), *Lithium Ion Batteries Science and Technology,* Springer USA – Rome.

Gritzner, G. (1993). *Symbol and Definition In Electrochemical Engineering*. Austria: Pure & Application Chemical.

Guo rong, H., Xin-long, Z., & Zhong-dong, P. (2011). *Preparation And Electrochemical Performance Of Tantalum-Doped Liyhium Titanate As Material For Lithium-Ion Battery*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 21, 2248-2253

Kawamoto. Hiroshi, (2010), "Trends of R and D on Material for High-Power and Large-capacity :ithium ion Batteries for Vehicles Applications, Science and Tecnology Trends", No. 36.

Kingo Ariyoshi, Ryoji Yamato, Tsutomu Ohzuku, (2005)."Zero-strain insertion mechanism of Li[Li1/3Ti5/3]O4 for advanced lithium-ion (shuttlecock) batteries, Electrochimica Acta 51, 1125-1129.

Linden, David. (1994). Handbook of Batteries second edition. New York: McGraw Hill.

Lu C-Z, Fei GT-K dan Kao H-M, (2009), "study of $LiFePO_4$ cathode materials coated with high surface area carbon", Journal Power Source, 155-162.

Manthiram, A, (2009), *Lithium Batteries Science and Technology*, Springer : Texas.

Munshi. M. Z. A., dkk. 1995. Handbook of Solid State Batteries & Capacitors hal 427-444 & 469-478. Singapore: Word Scientific.

Nordh, T. 2013. *$Li_4Ti_5O_{12}$ As An Aoda Material For Li Ion Batteries In Situ XRD And XPS Studies.* Thesis. UPPSALA UNIVERSITET.

Noerochim Lukman, et al, 2012, "Advanced materials for flexible lithium rechargeable batteries, dissertation, University Of Wollongong.

Ohzuku, Tsutomu. Naoki Matoba, Keijiro Sawai, (2001), "Direct evidence oh anomalous expansion of graphite-negative electrodes on first charge by dilatometry", Journal Power Source 97-98 73-77.

Ozan Toprakci, Hatice A.K. Toprakci, Liwen Ji, and Xiangwu Zhang, Hosokawa, (2010),"Powder Technology Foundation KONA Powder and Particle", Journal No.28, North Carolina State University.

Pratapa, S. (2004). "Prinsip-prinsip dan Implementasi Metode Rietveld untuk Analisa Data Difraksi". Surabaya: ITS.

Prihandoko. Bambang (2007) "*Pemanfaatan Soda Lime Silica Dalam Pembuatan Komposit Elektrolit Baterai Lithium",* Disertasi Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Qin G, Ma Q dan Wang C, (2014), "A Porous C/$LiFePO_4$/multiwalled carbon nanotube cathode material for lithium ion batteries," Electrochim Acta, 407-415.

Rakesh. Saroha, Panwar Amrish. K., (2017), "Effect of in situ pyrolysis of acetylene (C_2H_2) gas as a carbon source on the electrochemical performance of $LiFePO_4$ for rechargeable lithium-ion batteries". Journal of Physics D: Applied Physics.

Rakesh. Saroha, Panwar Amrish K., (2017), "Physicochemical and electrochemical performance of $LiFe_{1-x}Ni_xPO_4$ ($0<x<1,0$) solid Solutuon as Potensial cathode material for rechargeable lithium-ion battery," Ceramic, 5734-5742.

Rosadi M SW, (2016), "Pengaruh temperatur hidrotermal pada proses sintesis $Li_4Ti_5O_{12}$ nanowire terhadap performa elektrokimia baterai ion lithium", [Tugas Akhir] Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Sawai. Keijiro, (1994), "Carbon materials for lithium-ion (shuttlecock) cells, Solid State Ionics", volume 69, Issues 3-4, Pages 273-283.

Shu H, Wang X, Wu Q, Hu B, Yang X, Wei Q, Liang Q, Bai Y, Zhou M dan Wu C, (2013), "Improved electrochemical performance of $LiFePO_4$/C cathode via Ni and Mn co-doping for lithium-ion batteries, Journal Power Source, 149-155.

Subhan, Achmad. (2011). Fabrikasi dan Karakterisasi $Li_4Ti_5O_{12}$ Untuk Bahan Anoda Baterai Lithium Keramik. Tesis. Depok: Universitas Indonesia.

Tao Yuan, Ke Wang, Rui Cai, Ran Ran, Zongping Shao, (2009),"*Cellulose-assisted combustion synthesis of $Li_4Ti_5O_{12}$ adopting anatase TiO2 solid as raw material with high electrochemical performance*", J. Alloys and Compounds 477, 665-672.

Tao Yuan, Rui Cai, Peng Gu, Zongping Shao, (2010),"*Synthesis of lithium insertion material Li4Ti5O12 from rutile TiO_2 via surface activation*", Powes Sources 195,2883-2887.

Tao Yuan, Rui Cai, Ran Ran, Yingke Zhou, Zongping Shao, (2010),"*A mechanism study of synthesis of $Li_4Ti_5O_{12}$ from TiO2 anatase*", J. Alloys and Compounds 505,267-373.

Tao Yuan, Rui Cai, Ran Ran, Yingke Zhou, Zongping Shao, (2010),"*A mechanism study of synthesis of $Li_4Ti_5O_{12}$ from TiO2 anatase*", J. Alloys and Compounds 505,367-373.

Tao Yuan, Xing Yu, Rui Cai, Yingke Zhou, Zhongping Shao, (2010),"*Synyhesis of pristine and carbon-coated $Li_4Ti_5O_{12}$ and their low temperature electrochemical performance*", Power Sources 195,4997-5004.

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

Topracki, O., Topracki, H,A,K., Ji,L., Zhang, X., (2010). "Fabrication and Elektrochemical Characteristict of $LiFePO_4$ Powders for Lithium-Ion Batteries", Journal Powder and Particle, Vol 28 : 311-18.

Wakihara, M., (2001)."Recent Devolopment in Lithium Ion Batteries", Materials Science and Engineering R33, Hal. 109-134.

Wen, R. (2012). *Nanostructured $Li_4Ti_5O_{12}$ As Anode Material For Lithium Ion Batteries.* Thesis. University of New South Wales

Yang X, Hu Z dan Liang J, 2015, "Effects of Sodium and Vanadium co-doping on structure and electrochemical performance of $LiFePO_4$/C cathode material for Lithium-ion batteries, Ceramic, 2863-2868.

Yueping.Yao, D, (2003)."C*arbon Based Anode Materials Lithium Ion Batteries*. University of Wollongong: Institute For Superconducting and Electronic Materials.

Zeddy. Shao, Jia. P., Liu. K., (2014), "Synthesis and electrochemical performance of Li4Ti5O12 by High Temperature Ball Milling Method", Journal Materials Letter, 218-220.

Zempachi. (2009). *Worldwidesscience.org/topicpages/l/lithium+rechargerable*. Html. Diakses 15 Mei 2017.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Massa Bahan $Li_4Ti_5O_{12}$

Persamaan Stoikiometri:

$2Li_2CO_{3(S)} + 5TiO_{2(S)} = Li_4Ti_5O_{12(S)} + 2CO_{2(g)}$

Diketahui massa atom relatif masing-masing unsur adalah:

Ar.Li = 6,941; Ar.C = 12; Ar.O = 16; Ar.Ti = 47,87

Maka berat molekul dari masing-masing unsur adalah:

Koefisien	Molar Mass (Mr)	Senyawa
2	73,8909	Li_2CO_3
5	79,8658	TiO_2
1	459,0918	$Li_4Ti_5O_{12}$
2	44	CO_2

Menghitung massa setiap senyawa:

$$mol = \frac{massa}{Mr}$$

Massa Li_2CO_3 = mol x Mr

= 0,2 x 73,8909

= 14,77 gr

Massa TiO_2 = mol x Mr

= 0,5 x 79,8658

= 39,93 gr

Lampiran 2. Reaksi Pembentukan $Li_4Ti_5O_{12}$

Berikut ini adalah reaksi pembentukan material $Li_4Ti_5O_{12}$:

$2Li_2CO_{3(S)} + 5TiO_{2(S)} = Li_4Ti_5O_{12(S)} + 2CO_{2(g)}$

Diketahui:

$\Delta H_{298}\ Li_2CO_3 = -1215{,}6$ kJ/mol

$\Delta H_{298}\ TiO_2 = -928{,}72$ kJ/mol

$\Delta H_{298}\ CO_2 = -393{,}5$ kJ/mol

$\Delta H_{298} = \Sigma\ \Delta H_{product} - \Sigma\ \Delta H_{reaktan}$

$= (\Delta H_{298}\ Li_4Ti_5O_{12} + 2.\ \Delta H_{298}\ CO_2) - (2.\ \Delta H_{298}\ Li_2CO_3 + 5.\ \Delta H_{298}\ TiO_2)$

$= (-6061{,}45 + 2.-393{,}5) - (2.-1215{,}6 + 5.-938{,}72)$

$= 275{,}85$ kJ/mol

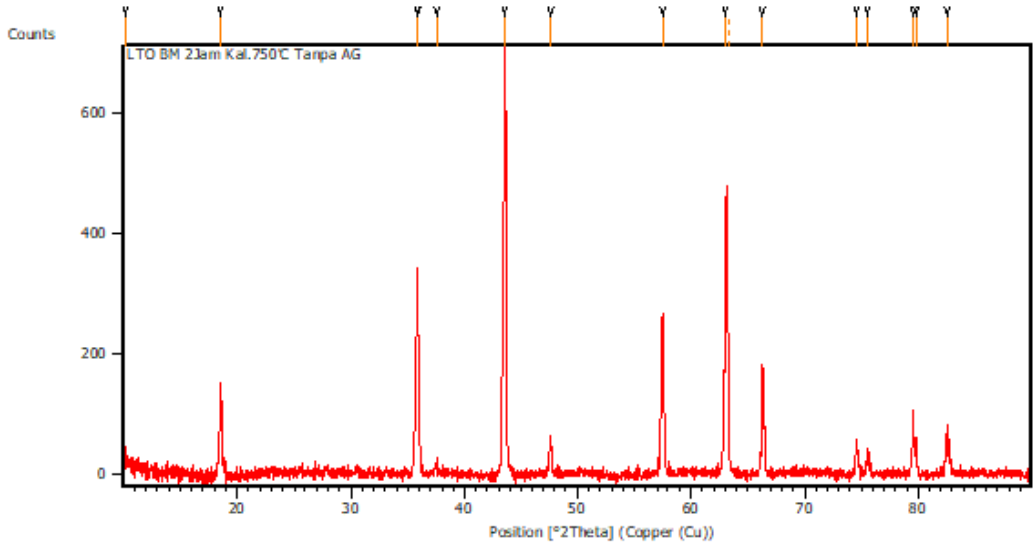
Lampiran 3. Data XRD

Data seting alat yang digunakan dalam melakukan penelitian adalah sebagai berikut:

Start Position [°2Th.]	10.0084
End Position [°2Th.]	89.9764
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000

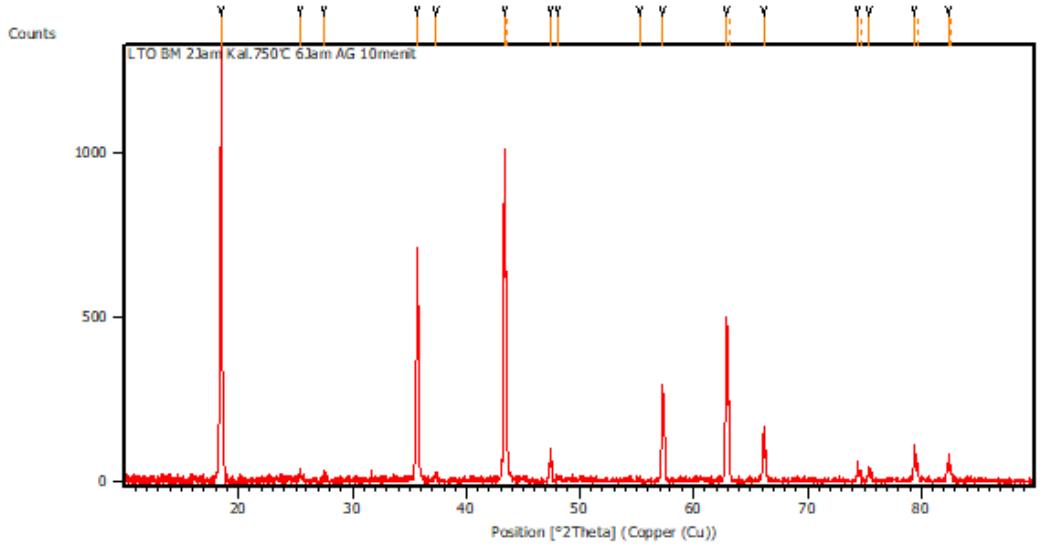
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

1. Waktu milling 2 jam, tanpa gas asetilen



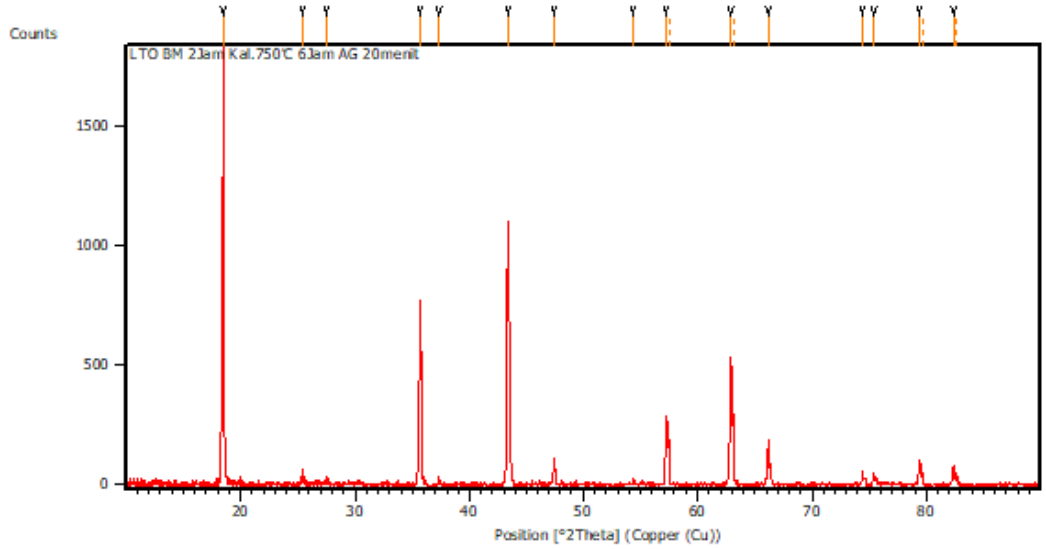
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.1688	26.57	0.2007	8.69901	3.92
18.5385	147.51	0.2342	4.78623	21.73
35.8287	335.46	0.1020	2.50426	49.42
35.9159	334.31	0.0836	2.50045	49.26
37.5297	16.33	0.2007	2.39656	2.41
43.5685	678.73	0.1171	2.07737	100.00
47.6739	61.44	0.2676	1.90762	9.05
57.4989	265.49	0.1004	1.60285	39.12
63.0702	450.24	0.1428	1.47279	66.34
63.2992	175.15	0.0816	1.47166	25.81
66.3183	185.20	0.1020	1.40831	27.29
74.5808	57.72	0.1224	1.27142	8.50
75.5557	43.47	0.1632	1.25742	6.40
79.6123	105.11	0.0816	1.20323	15.49
79.8258	60.19	0.1224	1.20055	8.87
82.5468	81.07	0.1224	1.16773	11.94

2. Waktu milling 2 jam, waktu pemberian gas asetilen 10 menit



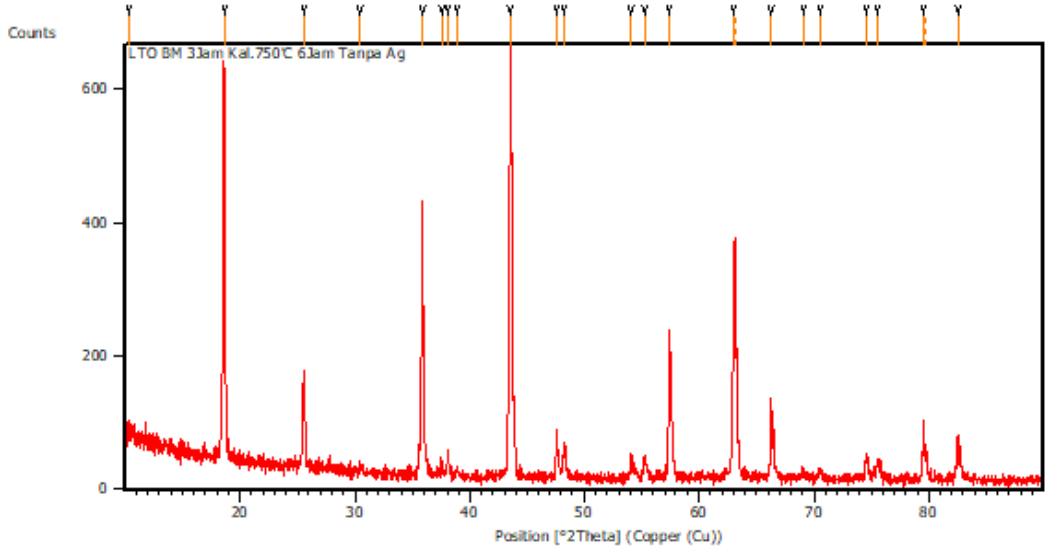
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.4836	1348.81	0.1338	4.80030	100.00
25.4359	34.07	0.2007	3.50184	2.53
27.5458	24.88	0.1004	3.23822	1.84
35.6841	671.46	0.1171	2.51616	49.78
37.3055	17.10	0.2007	2.41045	1.27
43.3477	994.15	0.1428	2.08571	73.71
43.4789	582.00	0.0612	2.08489	43.15
47.4615	91.84	0.0816	1.91408	6.81
48.0952	15.29	0.2448	1.89032	1.13
55.2622	5.83	0.4896	1.66093	0.43
57.3035	287.61	0.1020	1.60651	21.32
62.9119	500.05	0.1428	1.47611	37.07
63.1225	214.00	0.1020	1.47535	15.87
66.1536	146.46	0.1224	1.41142	10.86
74.4257	53.66	0.1224	1.27369	3.98
74.6496	31.39	0.1224	1.27358	2.33
75.4461	39.97	0.1224	1.25898	2.96
79.4160	109.09	0.1020	1.20571	8.09
79.6588	52.93	0.1224	1.20563	3.92
82.4121	83.92	0.0816	1.16930	6.22
82.6666	31.69	0.1428	1.16924	2.35

3. Waktu milling 2 jam, waktu pemberian gas asetilen 20 menit



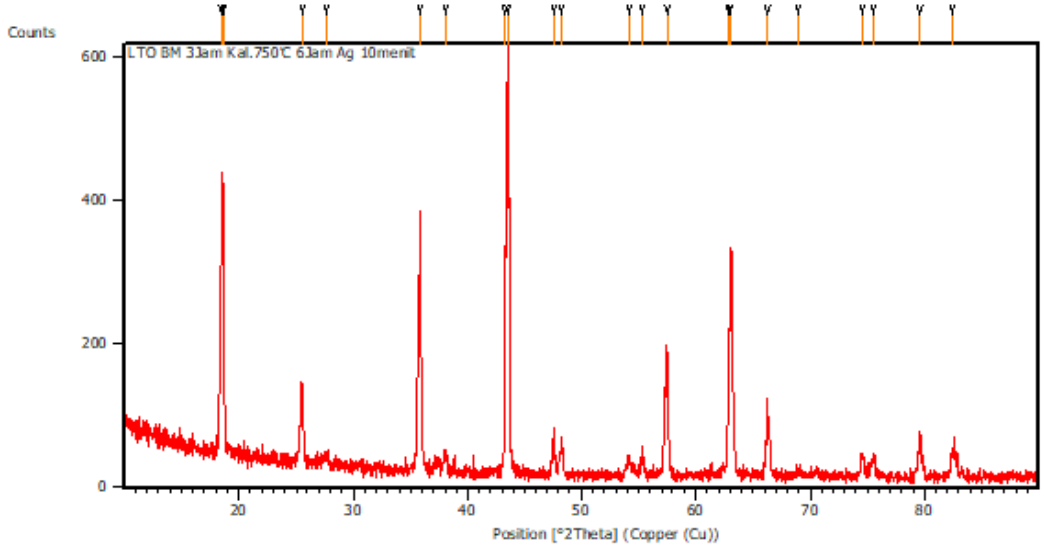
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.4887	1854.67	0.1004	4.79900	100.00
25.4175	58.60	0.1338	3.50433	3.16
27.5592	27.52	0.2007	3.23668	1.48
35.6812	784.89	0.1338	2.51636	42.32
37.3431	39.73	0.1338	2.40810	2.14
43.3580	1105.85	0.1171	2.08696	59.63
47.4612	109.27	0.1004	1.91567	5.89
54.3573	8.16	0.8029	1.68782	0.44
57.2521	262.71	0.1428	1.60783	14.16
57.4786	174.30	0.0816	1.60602	9.40
62.9187	535.88	0.1632	1.47597	28.89
63.1088	267.93	0.0816	1.47564	14.45
66.1481	167.70	0.1428	1.41152	9.04
74.4117	53.36	0.1632	1.27390	2.88
75.4341	44.31	0.1632	1.25915	2.39
79.4327	105.23	0.1836	1.20550	5.67
79.6790	55.97	0.1224	1.20538	3.02
82.3955	88.94	0.1428	1.16949	4.80
82.6446	42.57	0.1224	1.16950	2.30

4. Waktu milling 3 jam, tanpa gas asetilen



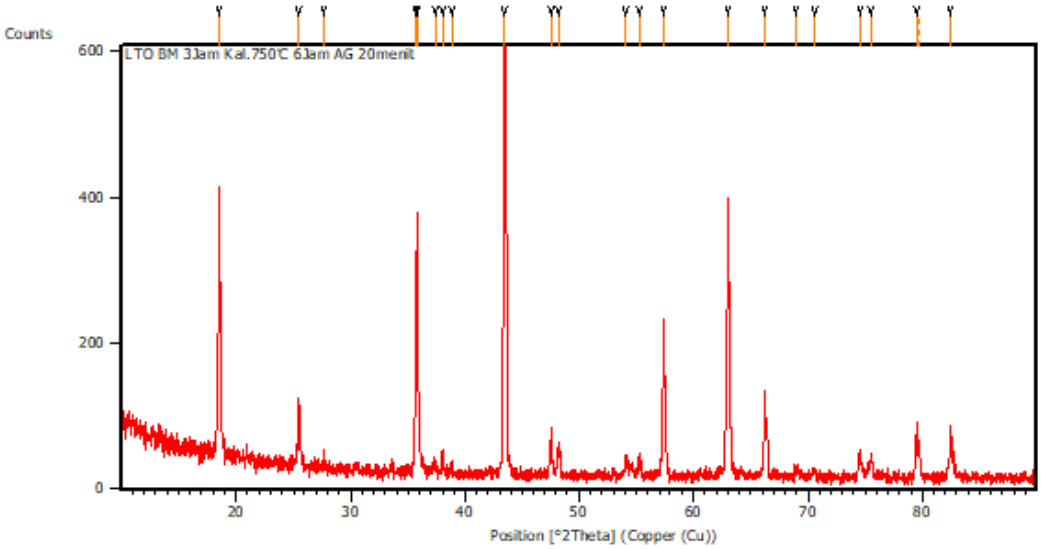
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.3636	13.64	0.8029	8.53594	2.24
18.6928	526.72	0.1338	4.74705	86.39
25.5674	143.57	0.1338	3.48412	23.55
30.4222	8.41	0.2342	2.93829	1.38
35.8934	386.24	0.1506	2.50197	63.35
37.5263	17.50	0.2007	2.39677	2.87
38.0700	33.43	0.1673	2.36378	5.48
38.8841	12.58	0.2007	2.31615	2.06
43.4878	609.69	0.1171	2.08104	100.00
47.6161	64.62	0.1673	1.90980	10.60
48.2736	43.26	0.2007	1.88531	7.10
54.1047	31.72	0.1004	1.69510	5.20
55.2891	26.60	0.2676	1.66156	4.36
57.4306	221.16	0.0816	1.60326	36.27
63.0592	337.71	0.1428	1.47302	55.39
63.2744	197.99	0.1224	1.47218	32.47
66.2682	115.18	0.1020	1.40925	18.89
69.1016	9.95	0.4896	1.35823	1.63
70.5326	14.90	0.2448	1.33413	2.44
74.5716	33.23	0.2040	1.27156	5.45
75.5285	24.44	0.2448	1.25781	4.01
79.5316	80.03	0.1224	1.20425	13.13
79.7761	43.48	0.1224	1.20416	7.13
82.4996	61.89	0.1632	1.16828	10.15

5. Waktu milling 3 jam, waktu pemberian gas asetilen 10 menit



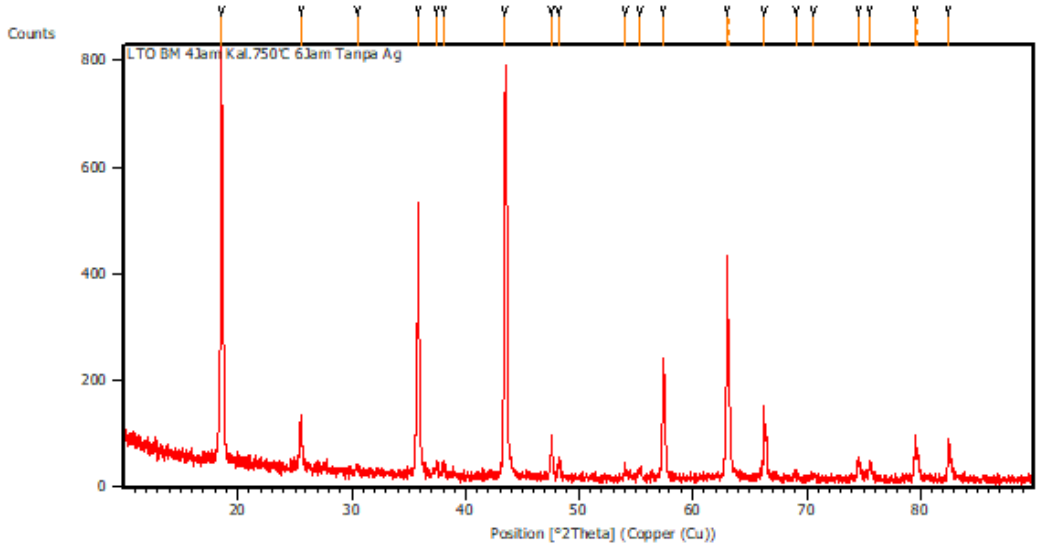
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.4686	324.55	0.1004	4.80417	58.20
18.6431	365.73	0.1004	4.75960	65.58
25.5698	96.32	0.1673	3.48381	17.27
27.6658	11.36	0.4015	3.22445	2.04
35.8501	354.27	0.1673	2.50489	63.53
38.0804	20.51	0.3346	2.36316	3.68
43.3057	273.41	0.1224	2.08763	49.03
43.4801	557.67	0.0836	2.08139	100.00
47.6015	65.51	0.0836	1.91035	11.75
48.2741	41.12	0.1338	1.88530	7.37
54.1459	25.98	0.2007	1.69390	4.66
55.3147	26.89	0.2676	1.66085	4.82
57.4703	164.63	0.0836	1.60357	29.52
62.9027	184.57	0.1632	1.47631	33.10
63.0559	311.23	0.0816	1.47309	55.81
66.2880	95.32	0.2342	1.41005	17.09
69.0031	5.15	0.6691	1.36105	0.92
74.5365	32.12	0.1673	1.27312	5.76
75.5829	26.00	0.4684	1.25808	4.66
79.6055	54.67	0.2342	1.20431	9.80
82.4577	37.33	0.2676	1.16974	6.69

6. Waktu milling 3 jam, waktu pemberian gas asetilen 20 menit



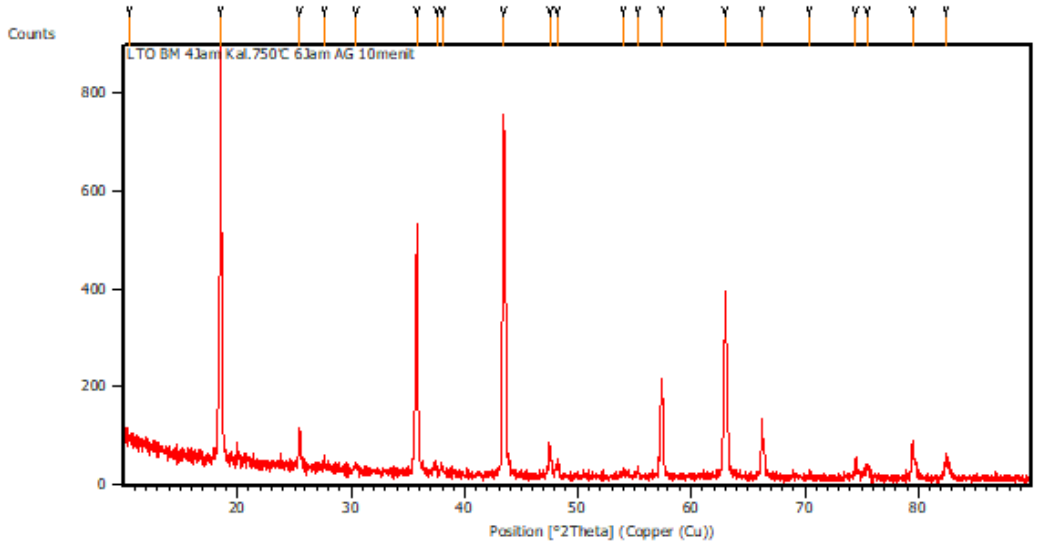
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.5575	367.23	0.1506	4.78138	64.83
25.4865	84.85	0.2007	3.49500	14.98
27.6686	15.67	0.2007	3.22413	2.77
35.7271	268.31	0.1020	2.51116	47.36
35.8233	355.76	0.0669	2.50670	62.80
37.4005	16.30	0.2007	2.40454	2.88
38.0164	24.81	0.2007	2.36699	4.38
38.8204	16.71	0.1004	2.31980	2.95
43.4319	566.48	0.1506	2.08358	100.00
47.5692	50.36	0.2007	1.91157	8.89
48.2015	37.56	0.1338	1.88797	6.63
54.1120	24.05	0.2007	1.69489	4.25
55.2894	21.15	0.2676	1.66155	3.73
57.4031	193.96	0.0612	1.60396	34.24
63.0093	374.13	0.0836	1.47529	66.04
66.2336	116.79	0.0612	1.40991	20.62
69.0059	10.59	0.3346	1.36100	1.87
70.6012	8.70	0.3346	1.33411	1.54
74.5062	34.84	0.1004	1.27357	6.15
75.5058	28.45	0.1338	1.25917	5.02
79.4707	66.75	0.1632	1.20502	11.78
79.7377	49.74	0.1224	1.20464	8.78
82.4601	67.18	0.0816	1.16874	11.86

7. Waktu milling 4 jam, tanpa gas asetilen



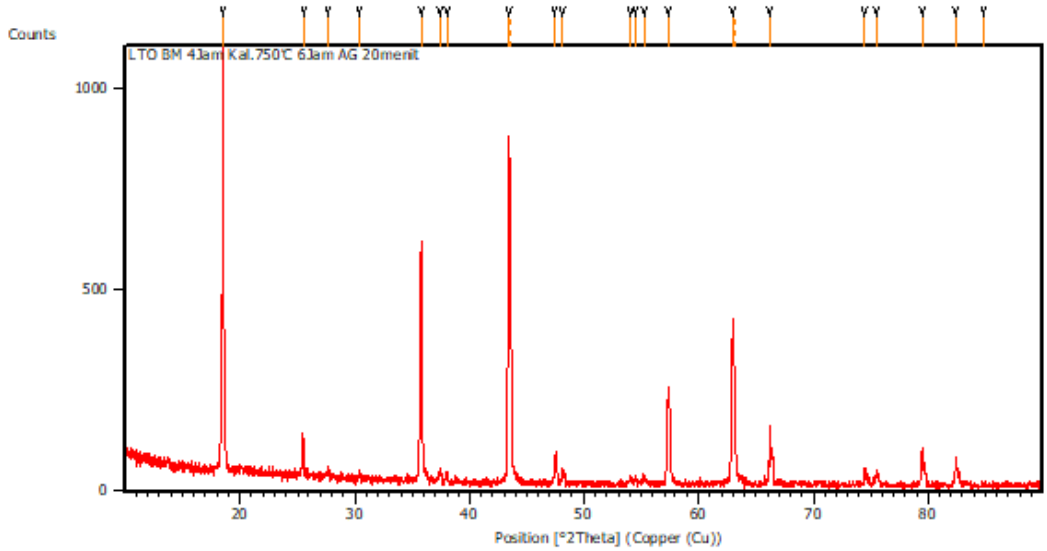
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.5815	749.62	0.1004	4.77524	100.00
25.5617	100.96	0.1004	3.48489	13.47
30.4898	8.24	0.3346	2.93193	1.10
35.8662	494.23	0.0836	2.50380	65.93
37.4689	19.88	0.2007	2.40031	2.65
38.0764	16.32	0.2676	2.36340	2.18
43.4515	720.84	0.1338	2.08269	96.16
47.5617	69.34	0.1673	1.91186	9.25
48.2361	35.18	0.1338	1.88669	4.69
54.1362	22.56	0.2342	1.69418	3.01
55.3790	15.19	0.3346	1.65907	2.03
57.4033	210.50	0.1338	1.60529	28.08
63.0238	406.91	0.0816	1.47376	54.28
63.2355	212.65	0.1020	1.47299	28.37
66.2565	136.23	0.1632	1.40947	18.17
69.0533	8.27	0.4896	1.35906	1.10
70.6030	6.35	0.4896	1.33298	0.85
74.5249	42.88	0.1632	1.27224	5.72
75.5530	30.63	0.1632	1.25746	4.09
79.5194	77.81	0.1632	1.20440	10.38
79.7545	51.61	0.1224	1.20443	6.89
82.4602	66.46	0.1020	1.16874	8.87

8. Waktu milling 4 jam, waktu pemberian gas asetilen 10 menit



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.4615	13.13	0.8029	8.45635	1.59
18.5576	828.20	0.1673	4.78135	100.00
25.5086	70.86	0.2007	3.49202	8.56
27.6395	21.75	0.1004	3.22745	2.63
30.4117	10.43	0.2007	2.93928	1.26
35.7780	475.46	0.1171	2.50977	57.41
37.5122	12.14	0.2342	2.39764	1.47
37.9878	18.83	0.2007	2.36871	2.27
43.4342	695.66	0.1004	2.08348	84.00
47.5645	60.57	0.2007	1.91175	7.31
48.2270	24.10	0.2007	1.88703	2.91
54.0639	10.95	0.5353	1.69628	1.32
55.3222	14.55	0.2007	1.66064	1.76
57.3738	188.66	0.2007	1.60604	22.78
62.9820	349.86	0.1004	1.47586	42.24
66.2491	118.79	0.1171	1.41078	14.34
70.4287	4.27	0.3346	1.33695	0.52
74.4693	30.72	0.1673	1.27411	3.71
75.4706	27.80	0.3346	1.25967	3.36
79.4476	65.17	0.2007	1.20631	7.87
82.4646	45.14	0.2342	1.16966	5.45

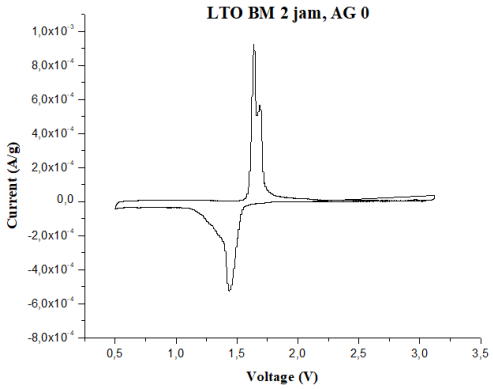
9. Waktu milling 4 jam, waktu pemberian gas asetilen 20 menit



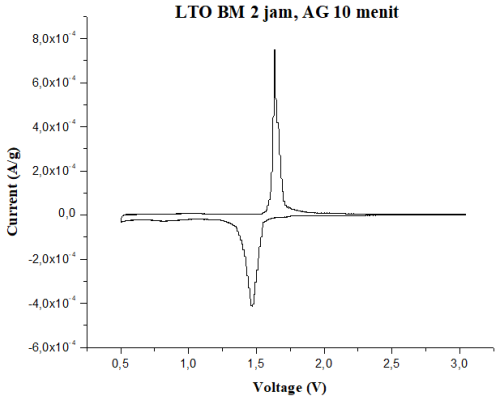
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.5231	1051.65	0.1338	4.79017	100.00
25.5351	96.40	0.0502	3.48846	9.17
27.6868	20.46	0.1673	3.22205	1.95
30.4041	12.97	0.2676	2.94000	1.23
35.7758	596.79	0.1673	2.50992	56.75
37.3916	26.07	0.1673	2.40509	2.48
38.0088	26.49	0.1338	2.36745	2.52
43.3917	780.37	0.1224	2.08370	74.20
43.5094	698.87	0.1020	2.08349	66.45
47.5150	70.44	0.2448	1.91205	6.70
48.1626	31.42	0.1632	1.88784	2.99
54.0924	16.76	0.2448	1.69405	1.59
54.4931	19.70	0.2040	1.68253	1.87
55.2415	12.63	0.4080	1.66150	1.20
57.3276	206.57	0.1020	1.60590	19.64
62.9464	383.12	0.1224	1.47539	36.43
63.1812	214.38	0.1224	1.47412	20.39
66.1744	132.06	0.0816	1.41103	12.56
74.4760	38.13	0.1428	1.27295	3.63
75.4898	32.41	0.1632	1.25836	3.08
79.4845	88.70	0.1632	1.20484	8.43
82.4052	58.22	0.1224	1.16938	5.54
84.8415	3.87	0.4896	1.14191	0.37

Lampiran 4. Data Hasil pengujian CV

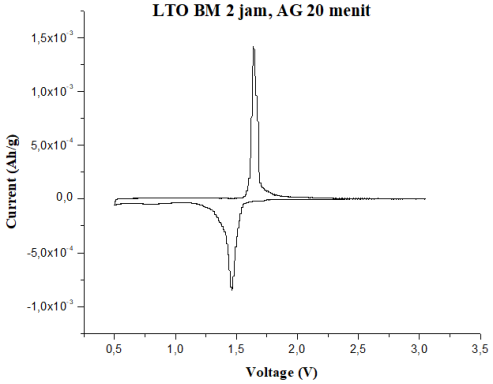
1. Waktu milling 2 jam, tanpa gas asetilen



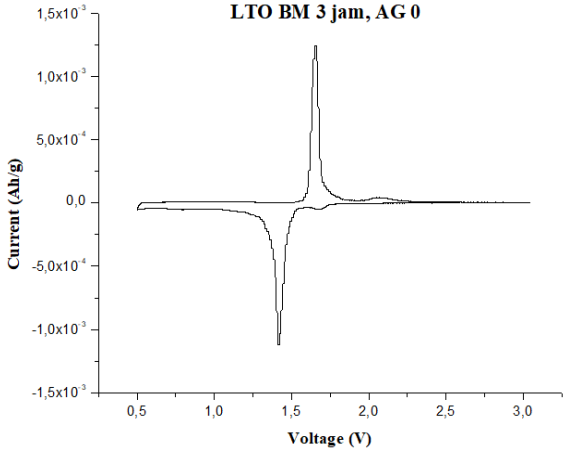
2. Waktu milling 2 jam, waktu pemberian gas asetilen 10 menit



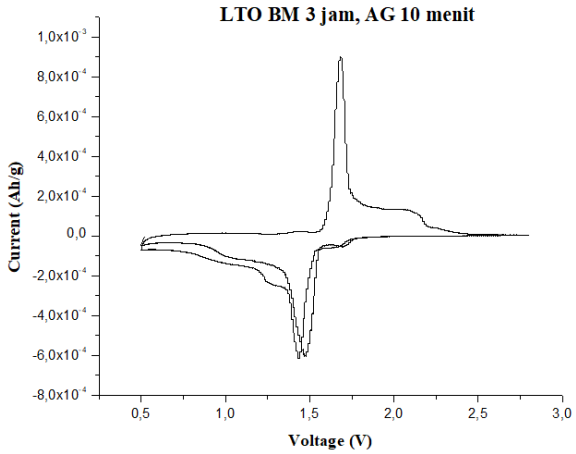
3. Waktu milling 2 jam, waktu pemberian gas asetilen 20 menit



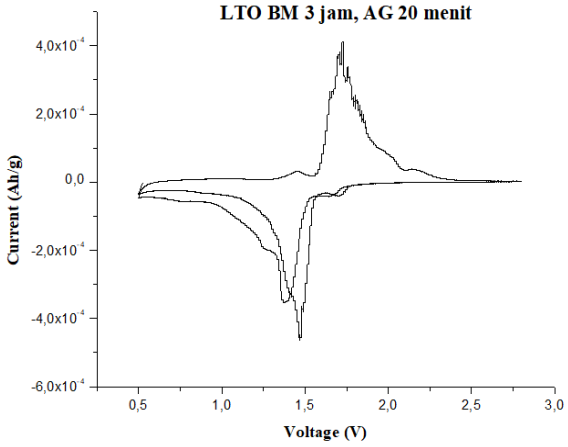
4. Waktu milling 3 jam, tanpa gas asetilen



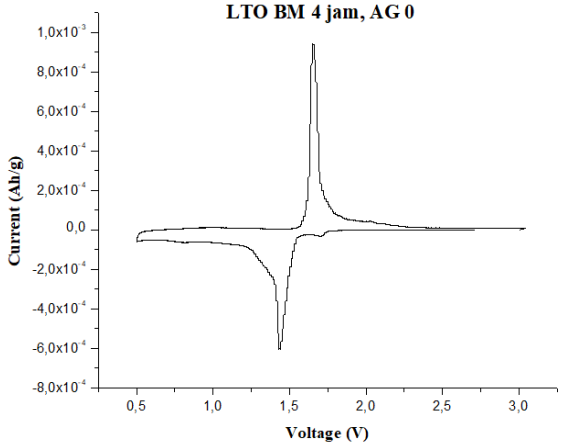
5. Waktu milling 3 jam, waktu pemberian gas asetilen 10 menit



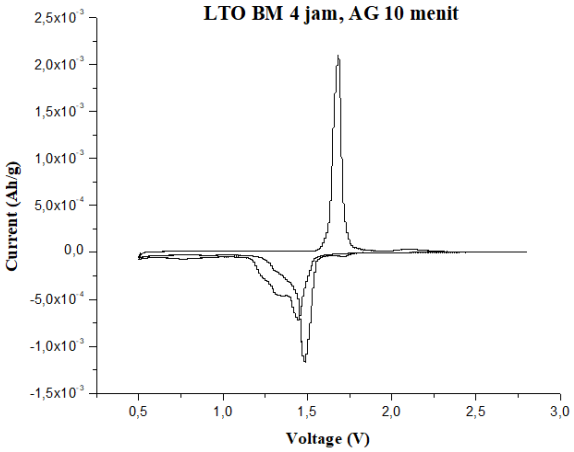
6. Waktu milling 3 jam, waktu pemberian gas asetilen 20 menit



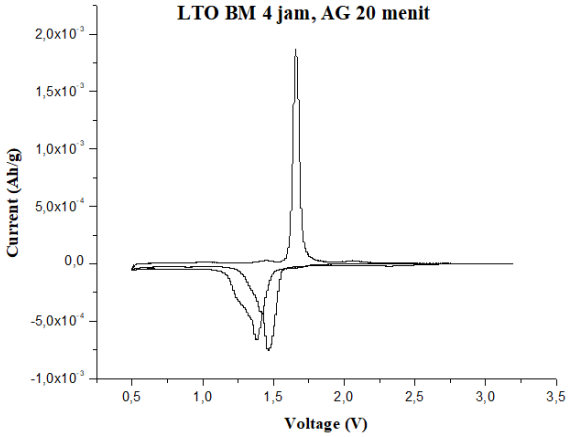
7. Waktu milling 4 jam, tanpa gas asetilen



8. Waktu milling 4 jam, waktu pemberian gas asetilen 10 menit

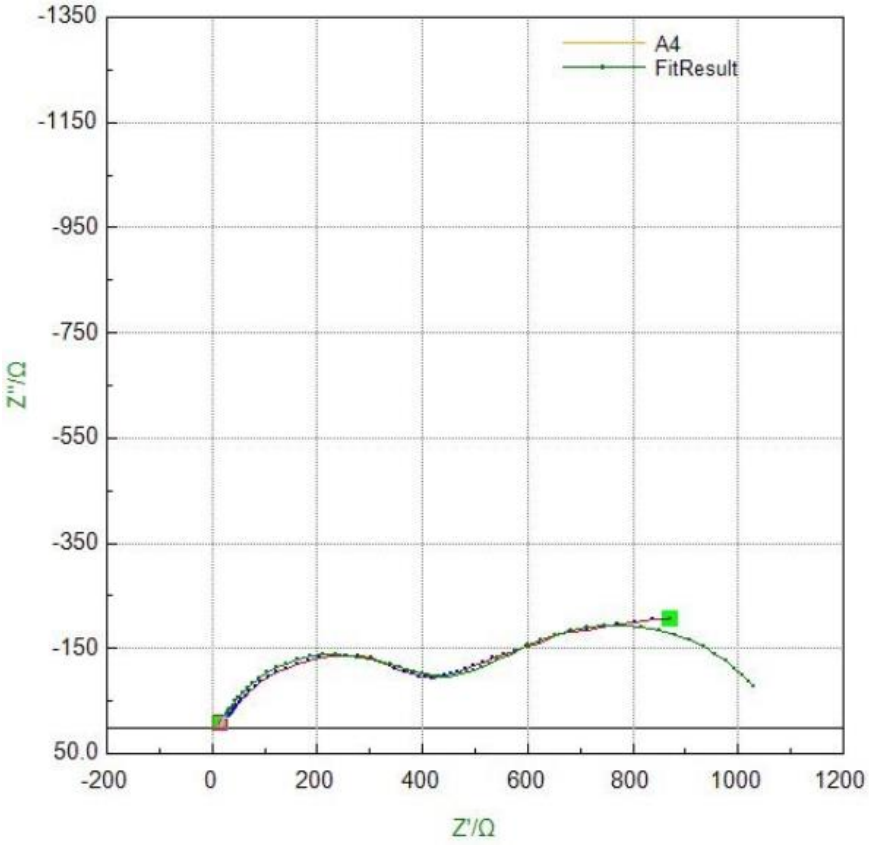


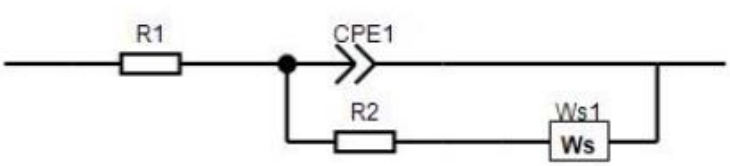
9. Waktu milling 4 jam, waktu pemberian gas asetilen 20 menit



Lampiran 5. Data Hasil pengujian EIS

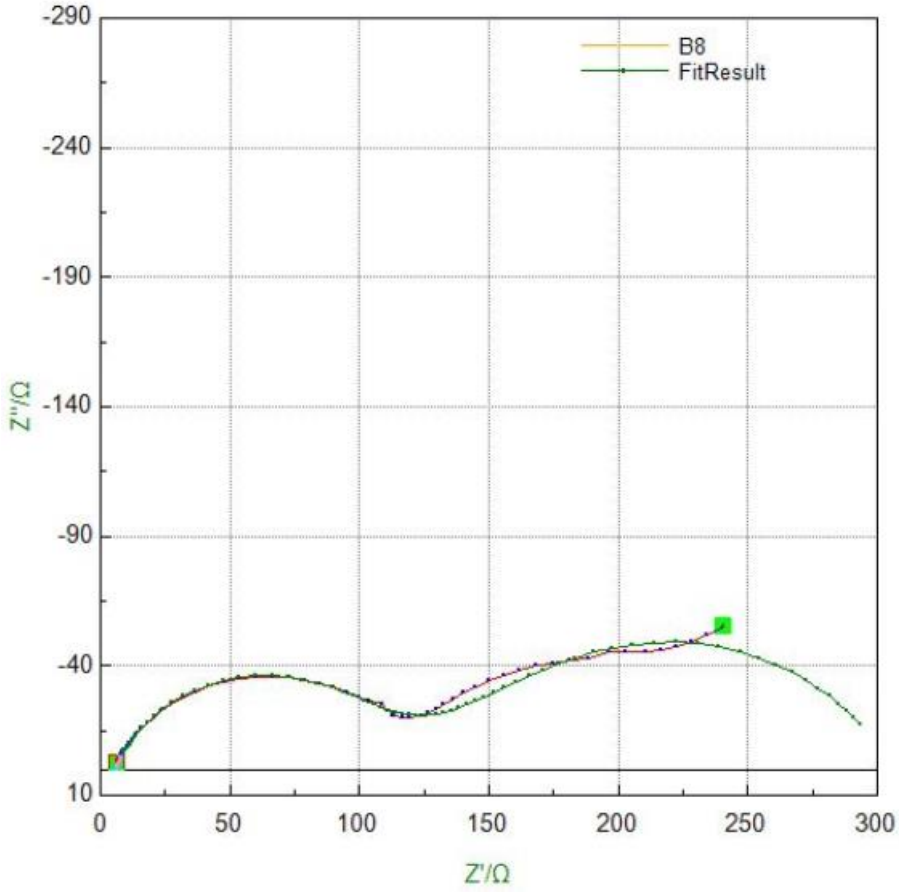
1. Waktu milling 2 jam, tanpa gas asetilen

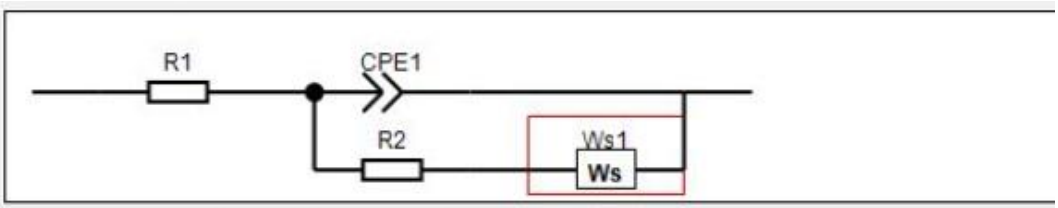




Name	Type	Value	Error
R1	Free+	19.11	/
CPE1-T	Free+	9E-05	/
CPE1-P	Free+	0.76	/
R2	Free+	360	/
Ws1-R	Free+	700	/
Ws1-T	Free+	45	/
Ws1-P	Free+	0.36	/

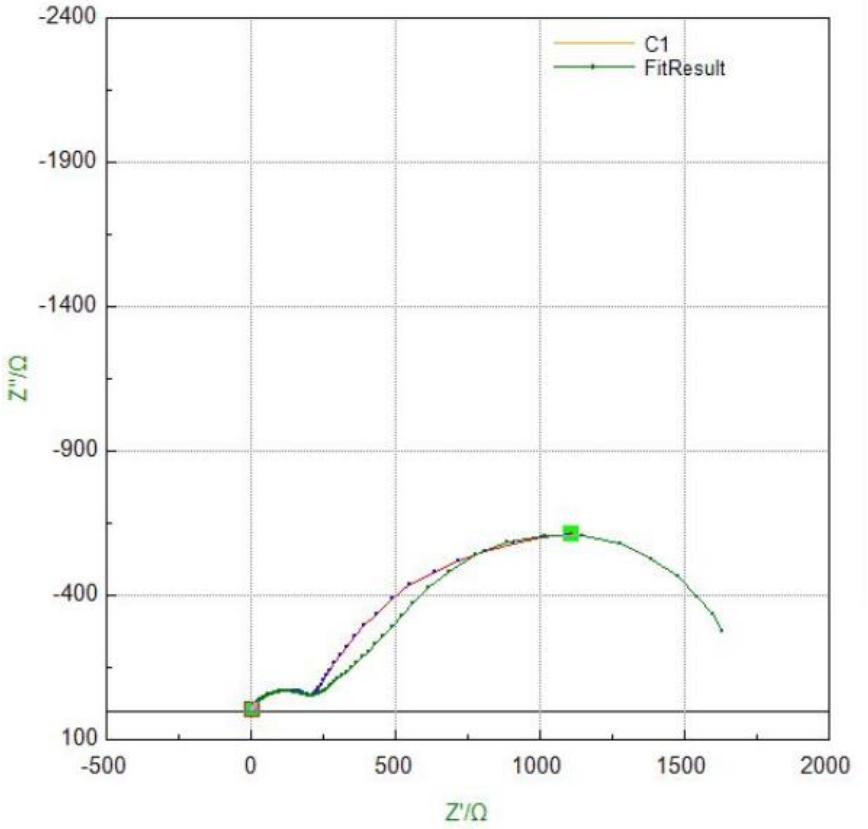
2. Waktu milling 2 jam, waktu pemberian gas asetilen 10 menit

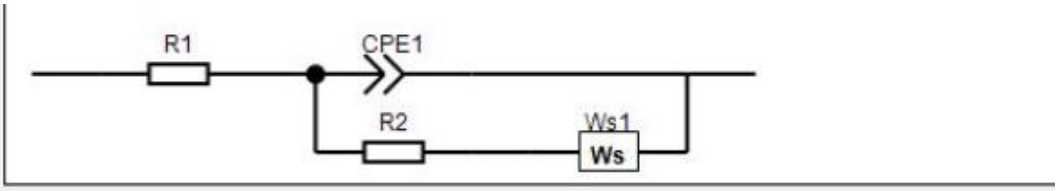




Name	Type	Value	Error
R1	Free+	6.529	/
CPE1-T	Free+	9E-05	/
CPE1-P	Free+	0.74	/
R2	Free+	100	/
Ws1-R	Free+	200	/
Ws1-T	Free+	32	/
Ws1-P	Free+	0.33	/

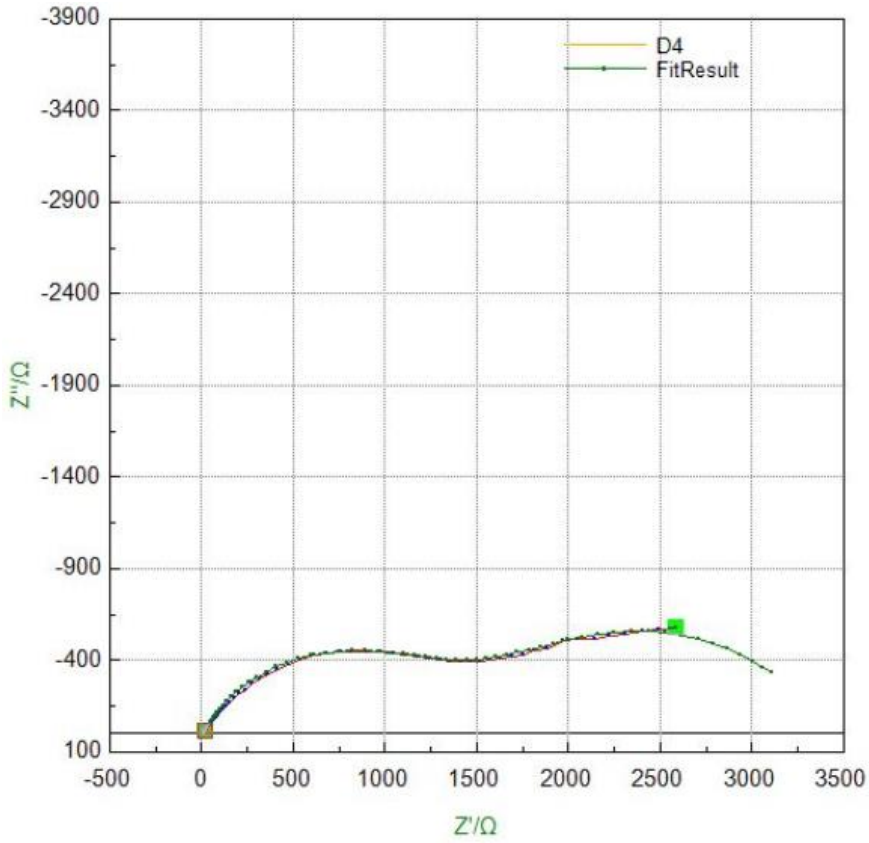
3. Waktu milling 2 jam, waktu pemberian gas asetilen 20 menit

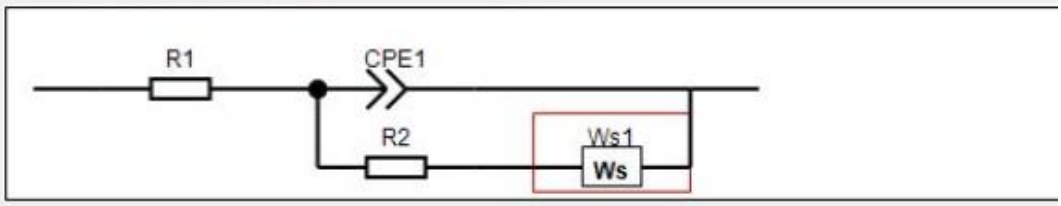




Name	Type	Value	Error
R1	Free+	7.721	/
CPE1-T	Free+	9E-05	/
CPE1-P	Free+	0.70	/
R2	Free+	200	/
Ws1-R	Free+	1500	/
Ws1-T	Free+	90	/
Ws1-P	Free+	0.49	/

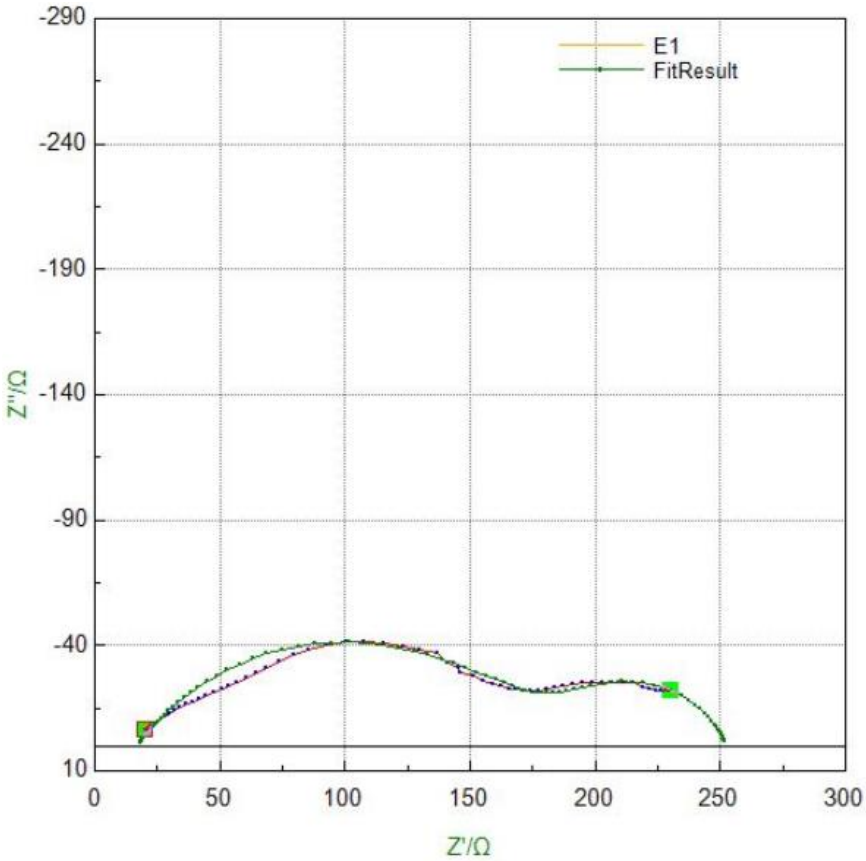
4. Waktu milling 3 jam, tanpa gas asetilen

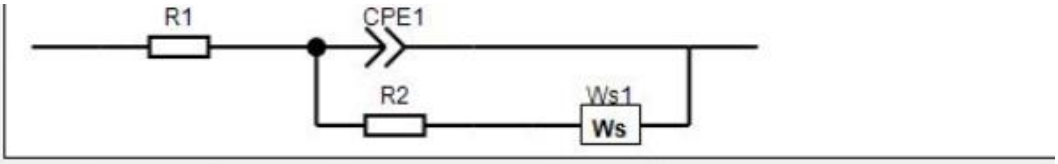




Name	Type	Value	Error
R1	Free+	18.39	/
CPE1-T	Free+	9E-05	/
CPE1-P	Free+	0.70	/
R2	Free+	1200	/
Ws1-R	Fixed	2200	/
Ws1-T	Fixed	86	/
Ws1-P	Free+	0.32	/

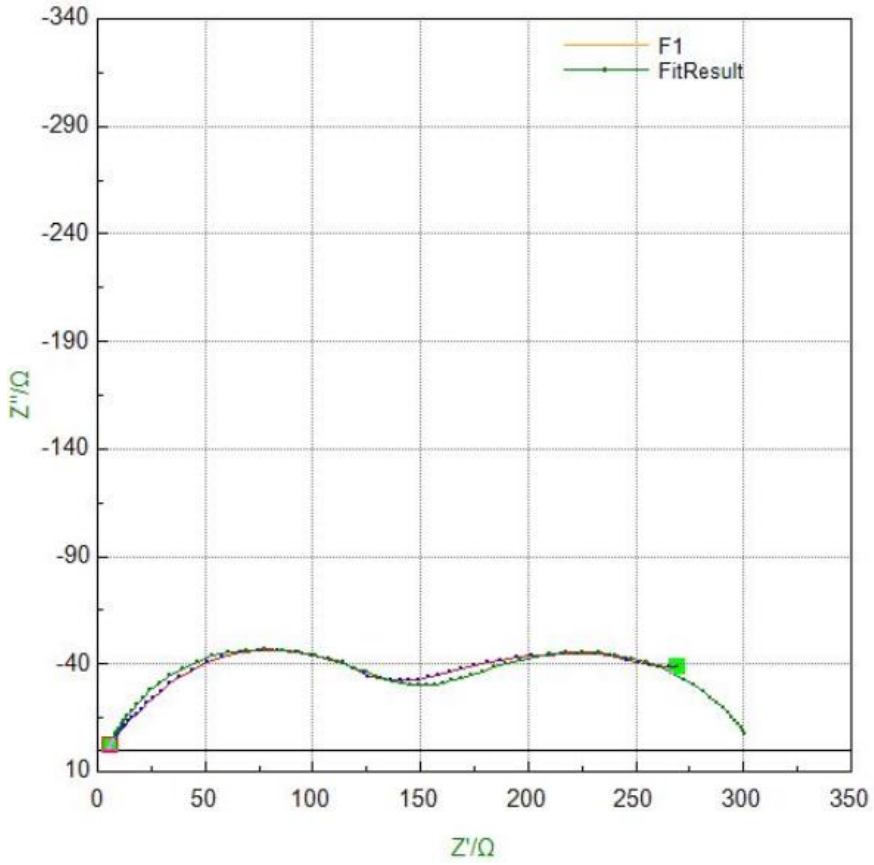
5. Waktu milling 3 jam, waktu pemberian gas asetilen 10 menit

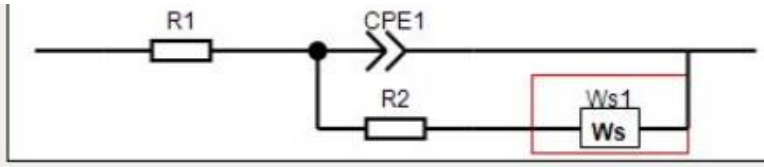




Name	Type	Value	Error
R1	Free+	17.889	/
CPE1-T	Free+	9E-05	/
CPE1-P	Free+	0.6	/
R2	Free+	155	/
Ws1-R	Free+	80	/
Ws1-T	Free+	2.3	/
Ws1-P	Free+	0.37	/

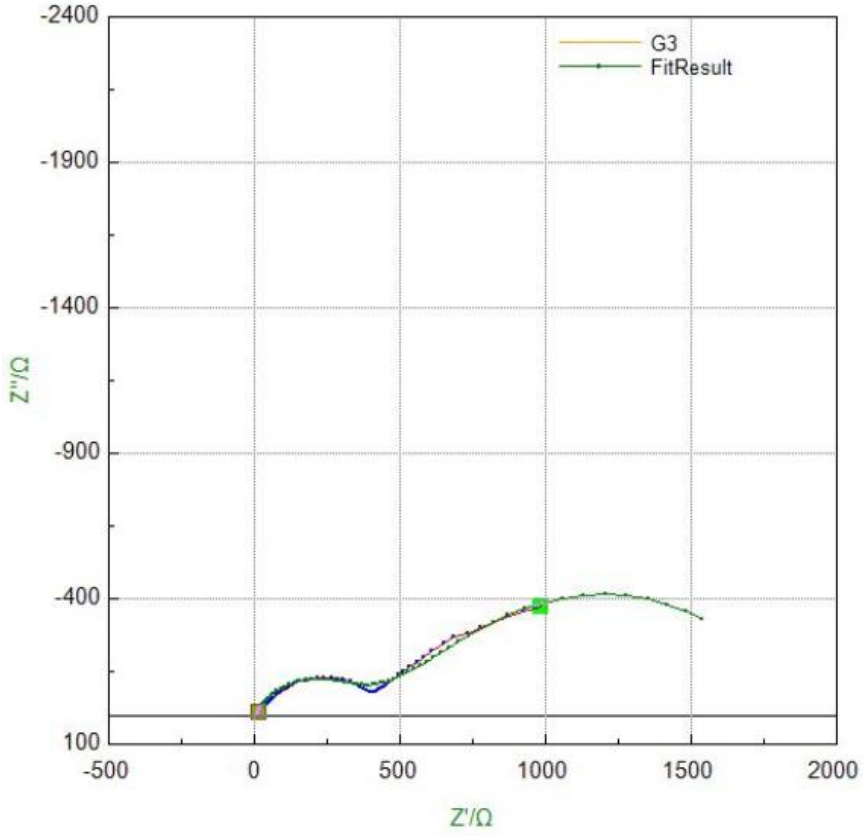
6. Waktu milling 3 jam, waktu pemberian gas asetilen 20 menit





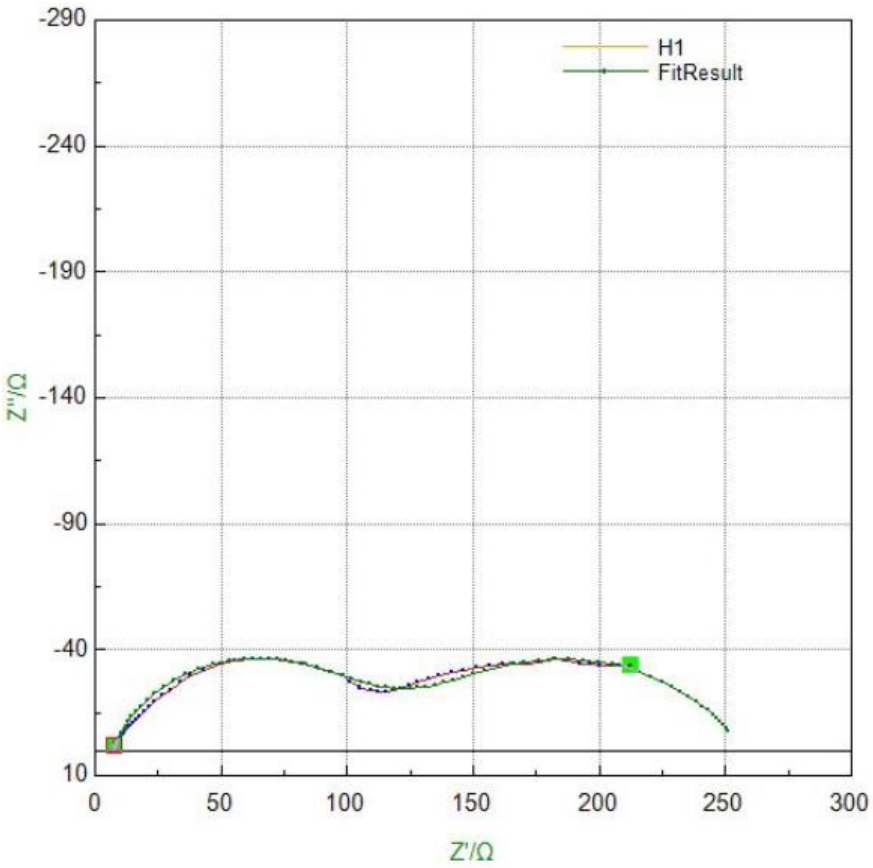
Name	Type	Value	Error
R1	Free+	5.9	/
CPE1-T	Free+	9E-05	/
CPE1-P	Free+	0.77	/
R2	Free+	120	/
Ws1-R	Fixed	180	/
Ws1-T	Fixed	9	/
Ws1-P	Free+	0.33	/

7. Waktu milling 4 jam, tanpa gas asetilen



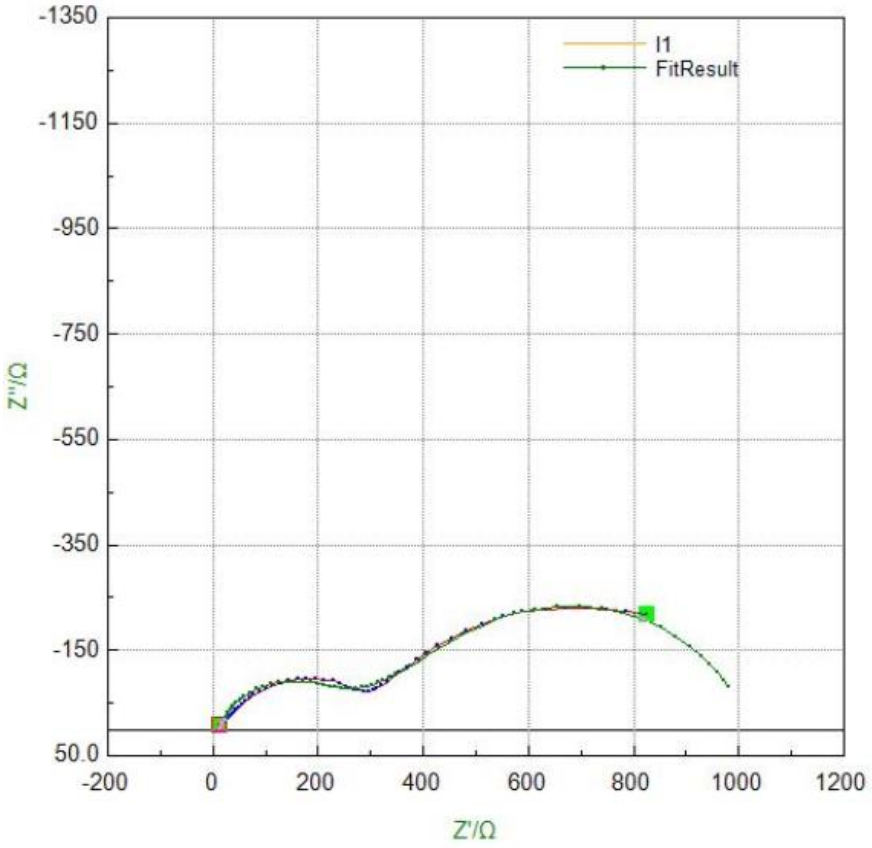
Name	Type	Value	Error
R1	Free+	12.9	/
CPE1-T	Free+	9E-05	/
CPE1-P	Free+	0.72	/
R2	Free+	330	/
Ws1-R	Fixed	1500	/
Ws1-T	Fixed	180	/
Ws1-P	Free+	0.365	/

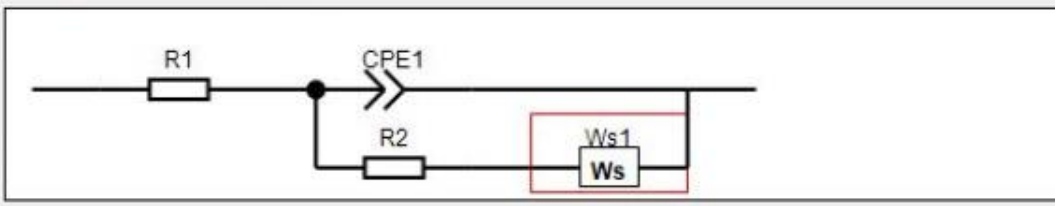
8. Waktu milling 4 jam, waktu pemberian gas asetilen 10 menit



Name	Type	Value	Error
R1	Free+	7.886	/
CPE1-T	Free+	9E-05	/
CPE1-P	Free+	0.77	/
R2	Free+	90	/
Ws1-R	Fixed	160	/
Ws1-T	Fixed	10	/
Ws1-P	Free+	0.3	/

9. Waktu milling 4 jam, waktu pemberian gas asetilen 20 menit





Name	Type	Value	Error
R1	Free+	15.9	/
CPE1-T	Free+	9E-05	/
CPE1-P	Free+	0.80	/
R2	Free+	210	/
Ws1-R	Fixed	800	/
Ws1-T	Fixed	40	/
Ws1-P	Free+	0.38	/

Halaman ini sengaja dikosongkan

BIODATA PENULIS

Penulis bernama lengkap Amalia Ma'rifatul Maghfiroh dilahirkan di Bojonegoro, 16 Nopember 1992, merupakan putri dari pasangan Bapak Mustari dan Ibu Ruqoyah. Penulis merupakan anak pertama dari tiga bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu TK Pertiwi Ngraho Bojonegoro, SDN Rajawali Ngraho Bojonegoro, SMP IT Misykat Al-Anwar Jombang dan SMA Darul 'Ulum 2 Jombang.

Setelah lulus dari SMA tahun 2011, penulis diterima menjadi mahasiswa di Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya melalui Jalur SBMPTN Undangan tahun 20011. Semasa perkuliahan di jurusan Fisika MIPA ITS Surabaya, penulis turut berkontribusi dalam hal pengembangan Laboratorium Fisika Madya yaitu sebagai Asisten Fisika Modern dan Gelombang (2013-2015), selain itu penulis juga ikut program hibah PKM DIKTI maupun dalam bidang Kewirausahaan yaitu PMW. Penulis juga aktif Organisasi Intra Kampus yaitu menjabat sebagai sekretaris Departemen Perekonomian HIMASIKA dan Bendahara BEM FMIPA.

Pada tahun 2015 setelah lulus dari Jurusan Fisika Fakultas MIPA ITS Surabaya, penulis melanjutkan di Magister Teknik Material dan Metalurgi dan mengambil thesis dengan judul Analisis Pengaruh Waktu Pembakaran Gas Asetilen dan Waktu Milling Terhadap Hasil Sintesis dan Performa Elektrokimia Anoda Baterai dari Material Li4Ti5O12 dengan pembimbing Dr. Lukman Noerochim, S.T., M.Sc. dan Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.

Handphone : 085708780136.
Email : amaliamarifatulmaghfiroh@gmail.com