

TUGAS AKHIR - SF 141501

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA LiFeSixP1-xO4/C DENGAN VARIASI DOPING ION Si $(0 \le X \le 0, 15)$

Nindita Kirana NRP 01111440000105

Dosen Pembimbing I Dr. M. Zainuri, M.Si

Dosen Pembimbing II Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T

DEPARTEMEN FISIKA Fakultas Ilmu Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2018



TUGAS AKHIR - SF 141501

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA LiFeSixP_{1-x}O₄ DENGAN VARIASI DOPING ION Si ($0 \le X \le 0, 15$)

Nindita Kirana NRP 01111440000105

Dosen Pembimbing I Dr. M. Zainuri, M.Si

Dosen Pembimbing II Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T

DEPARTEMEN FISIKA Fakultas Ilmu Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2018



FINAL PROJECT - SF 141501

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ACTIVE CATHODE MATERIAL ON LiFeSi_xP_{1-x}O₄ WITH DOPING VARIATION Si IONS ($0 \le X \le 0, 15$)

Nindita Kirana NRP 01111440000105

Advisor I Dr. M. Zainuri, M.Si

Advisor II Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T

Department of Physics Faculty of Science Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2018

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA LiFeSixP1-xO4 DENGAN VARIASI DOPING ION Si (0≤X≤0,15)

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Sains pada Bidang Studi Material Program Studi S-1 Departemen Fisika Fakultas Ilmu Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh NINDITA KIRANA 01111440000105

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir:

Dr. Mochamad Zainuri, M.Si NIP. 19640130199002. 1001 Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T NIP. 19651225198701. 1001

mhr



SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA LiFeSixP_{1-x}O₄ DENGAN VARIASI DOPING ION Si ($0 \le X \le 0, 15$)

Penulis	: Nindita Kirana
NRP	: 01111440000105
Departemen	: Fisika FIA ITS
Dosen Pembimbing I	: Dr. M. Zainuri, M.Si
Dosen Pembimbing II	: Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T

Abstrak

Material aktif katoda LiFeSi_xP_{1-x}O₄/C dengan doping ion Si x= 0, 0.05, 0.1, dan 0.15 telah berhasil disintesis dengan metode solid-state reaction dengan bahan dasar komersial LiOH.H₂O, H₃PO₄, Fe₂O₃, dan SiO₂.H₂O. Dilakukan proses kalsinasi dengan temperature 700 °C selama 2 jam dan disinterring dengan temperature 900 °C selama 6 jam dalam lingkungan gas inert N₂. Hasil dari proses sintering kemudian dicoating carbon dengan perbandingan 2% wt tepung tapioka dan 8% wt asam asetat dari berat LiFePO₄ dengan pembakaran dalam temperatur 700 °C selama 20 menit. Material aktif katoda dikarakterisasi melalui X-ray Diffraction (XRD), Scanning *Electron Microscope – Electron Dispersion Xray* (SEM-EDX) pada lembaran katoda, Cyclic Voltammetry (CV), dan Charge/Discharge (CD). Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa terbentuk 100% fasa olivine LiFePO₄. Penambahan konsentrasi doping ion Si tidak berpengaruh secara signifikan terhadap kapasitas baterai. Nilai kapasitas terbesar dan performa yang baik pada sampel dengan variasi x=0,15. Berdasarkan uji setengah sel, kapasitas pada saat discharging sebesar 35, 51 mAh/g pada 0,1C dengan cycle life terbaik pada rentang tegangan pengujian 2,5 – 4,2 Volt.

*Kata kunci : Baterai Ion Lithium, LiFePO*₄, Doping, Kapasitas Baterai

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ACTIVE CATHODE MATERIAL ON LiFeSi_xP_{1-x}O₄/C WITH DOPING VARIATION Si IONS (0≤X≤0,15)

Name	: Nindita Kirana
NRP	: 01111440000105
Departement	: Physics FIA ITS
Advisor 1	: Dr. M. Zainuri, M.Si
Advisor 2	: Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T

Abstract

Active cathode material of LiFeSi_xP_{1-x}O₄/C with Si ion doped with x = 0, 0.05, 0.1, and 0.15 has successfully synthesized by a solid-state reaction method with LiOH.H₂O, H_3PO_4 , Fe_2O_3 , and $SiO_2.H_2O$ as the commercial materials. The materials were put in calcination temperature in Nitrogen environment at 700 °C with holding time in 2 hours, then sintered at temperature 900 °C in 6 hours in Nitrogen environment. The material coated by carbon from tapioca and acetic acid mixed with weight ratio 2% wt and 8% wt then burned at temperature 700 °C in 20 minutes in Nitrogen environment. Characterization was performed using X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope – Electron Dispersion Xray (SEM-EDX)) on the cathode sheet, Cyclic Voltammetry (CV), and Charge/Discharge (CD). The results show that the samples has olivine phase. Si ions doped in LiFePO4 are not significantly enhancing the specific capacity. The largest capacity and the excellent performance is in the sample with x=0,15. Based on half-cell testing, the sample achieve a specific discharge capacity of 35,51 mAh/g at 0,1C rate with an excellent cycle life in the usual cycling voltage range 2.5 - 4.2 Volt.

Keywords : Battery Capacity, Doping, LiFePO4, Li-ion Batteries

KATA PENGANTAR

Puji syukur Penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir di departemen Fisika FIA ITS dengan judul:

"Sintesis dan Karakterisasi Material Aktif Katoda LiFeSi_xP₁. _xO₄ dengan Variasi Doping Ion Si (0≤x≤0,15)"

Penulis menyadari bahwa terselesainya penyususnan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

- 1. Keluarga tercinta, kedua orang tua serta adik yang selalu memberikan kasih sayang, do'a serta dukungan baik moral maupun spiritual tiada henti kepada penulis selama masa perkuliahan hingga menyelesaikan Tugas Akhir ini.
- 2. Bapak Dr. M. Zainuri, M.Si selaku dosen pembimbing I dan Bapak Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T selaku dosen pembimbing II tugas akhir dalam memberi bimbingan, wawasan, motivasi dan nasehat sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir dengan baik
- 3. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng dan Dr. rer. nat. Eko Minarto, selaku Kepala Departemen dan Seketaris Departemen Fisika FIA ITS yang telah memberikan kemudahan sarana selama kuliah sampai terselesainnya Tugas Akhir ini.
- 4. Bapak Prof. Dr. Ir. Eddy Yahya, M.Sc dan Bapak Drs. M. Zainul Asrori, M.Si selaku dosen wali yang telah memberikan saran yang berhubungan dengan mata kuliah selama masa perkuliahan penulis.
- 5. Bapak Slamet Priyono, M.T, Bapak Achmad Subhan, M.T, dan Bapak Andi Suhandi, M.Si selaku pembimbing lapangan yang telah memberikan bimbingan, arahan, waktu, dan tenaga kepada penulis untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.

- 6. Mbak Suci Purnama Sari yang telah membantu membimbing penulis dalam hal analisis data kristalografi dan membimbing proses sintesis material Tugas Akhir ini.
- 7. Sahabat seperjuangan sintesis dan dalam menyelesaikan Tugas Akhir dan seluruh anggota Laboratotium Baterai Lithium P2F-LIPI Serpong.
- 8. Teman-teman seperjuangan, Fasya, Fachrina, Silvi, Niken, Dina, dan Unyil selalu ada saat susah maupun senang selama belajar di Fisika ITS.
- 9. Keluarga Antares Fisika 2014 yang selalu memberi dukungan dan motivasi serta menemani penulis selama 4 tahun belajar di Fisika ITS.
- 10. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam proses penyusunan laporan ini masih belum sempurna. Sehingga penulis meminta kritik dan saran pembaca yang dapat membantu untuk menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak. Aamiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, Juni 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAM	IAN JUDULi
COVER	ii
LEMBA	R PENGESAHANiii
ABSTRA	AKiv
ABSTRA	ACTv
KATA P	PENGANTARvi
DAFTA	R ISIviii
DAFTA	R GAMBARxi
DAFTA	R TABELxiii
DAFTA	R LAMPIRANxiv
BAB I P	ENDAHULUAN1
1.1 La	tar Belakang1
1.2 Pe	rumusan Masalah2
1.3 Tu	juan Penelitian
1.4 Ba	tasan masalah3
1.5 Ma	anfaat penelitian4
1.6 Sis	stematika Penulisan4
BAB II	ΓΙΝJAUAN PUSTAKA5
2.1	Baterai5
2.2	Baterai Sekunder6
2.3	Baterai Ion Lithium6
2.4	Material Katoda7

2.5	Lithium Iron Phosphate (LiFePO ₄)	8
2.6	Lithium Iron Silicate (Li ₂ FeSiO ₄)	10
2.7	Metode Solid-State Reaction	11
2.8	Bahan Pembentukan LiFeSixP1-xO4	12
2.8.	1Lithium Hidroxide (LiOH.H ₂ O)	
2.8.	2Iron (III) Oxide (Fe ₂ O ₃)	
2.8.	3Ortho-Phosporic Acid (H ₃ PO ₄)	13
2.8.	4Silicon Dioxide (SiO ₂ .H ₂ O)	13
2.8.	5Acetic Acid (CH ₃ COOH)	13
BAB III	METODOLOGI	15
3.1 Pe	ralatan dan Bahan	15
3.1.	1 Peralatan	15
3.1.	2 Bahan	15
3.2 Pr	osedur Kerja	15
3.2.	1 Preparasi Komposisi Bahan Baku	15
3.2.	2Sintesis LiFeSi _x P _{1-x} O ₄	16
3.2.	3Sintesis Sel Elektroda Positif	16
3.3	Karakterisasi Bahan	17
3.3.	1X-Ray Diffraction (XRD)	17
3.3.	2Scanning Electron Microscope (SEM)	17
3.3.	3Cyclic Voltammetry (CV)	17
3.3.	4Charge/Discharge (CD)	18
3.4	Diagram Alir Penelitian	19
3.4.	1 Sintesis Material Aktif Katoda LiFeSi _x P _{1-x} O ₄	19

3.4.2 Pembuatan Sel Elektroda Positif 20
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN21
4.1 Analisis Struktur Komposit LiFeSi _x P _{1-x} O ₄ /C dengan XRD
4.2 Analisis Morfologi dan Persebaran Partikel dengan SEM- EDX24
4.3 Analisis Performa Siklik dengan Cyclic Voltammetry (CV)
4.4 Analisis Kapasitas Muatan Spesifik dengan
Charge/Discharge (CD)
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN
5.1 Kesimpulan
5.2 Saran
DAFTAR PUSTAKA
LAMPIRAN A
LAMPIRAN B
LAMPIRAN C
LAMPIRAN D
LAMPIRAN E
LAMPIRAN F
BIODATA PENULIS

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Mekanisme (a) proses charging (b) proses discharging pada sel baterai ion lithium (Wieboldt, 2015)7
Gambar 2. 2 Fenomena konduksi pada material katoda LiFePO ₄ selama proses pengisian (Park, 2010)
Gambar 2. 3 Struktur Kristal Olivine LiFePO ₄ (Tarascon, 2001)10
Gambar 2. 4 Struktur kristal Li_2FeSiO_4 (a) $Pmn2_1$, (b) $P2_1/n$, dan (c) $Pnmb$ (Zhang, 2012)11
Gambar 3. 1 Flowchart Sintesis LiFeSi _x P _{1-x} O ₄ 19
Gambar 3. 2 Flowchart Sintesis Sel Elektroda Positif20
Gambar 4. 1 Pola XRD LiFeSi _x P _{1-x} O ₄ /C dengan $x = 0, 0,05, 0,1, dan 0,15$
Gambar 4. 2 Hasil Karakterisasi SEM pada Lembaran Katoda LiFeSi _x P _{1-x} O ₄ /C a) x=0 b) x=0,05 c) x=0,1 d) x=0,15
Gambar 4. 3 Hasil EDX Mapping Sampel LiFePO ₄ /C26
Gambar 4. 4 Hasil EDX Mapping Sampel LiFeSi _{0,05} P _{0,95} O ₄ /C27
Gambar 4. 5 Grafik Hubungan antara Arus dan Tegangan pada Pengujian CV LiFePO ₄ /C30
Gambar 4. 6 Grafik Hubungan antara Arus dan Tegangan pada Pengujian CV LiFeSi _{0,05} P _{0,95} O ₄ /C31
Gambar 4. 7 Grafik Hubungan antara Arus dan Tegangan pada Pengujian CV LiFeSi _{0,1} P _{0,9} O ₄ /C
Gambar 4. 8 Grafik Hubungan antara Arus dan Tegangan pada Pengujian CV LiFeSi _{0,15} P _{0,85} O ₄ /C32

Gambar 4.	9 Hubunga	n antara	Kapasitas	Muatan	Spesifik	dengan
	Tegangan p	ada Pen	gujian CD	LiFePO	4/C	34

Gambar	4.	10	Hubungan	antara	Kapasitas	Muatan	Spesifik
	d	enga	an Tega	ngan	pada	Pengujian	CD
	L	iFes	Si _{0,05} P _{0,95} O ₄ /	C	-		35

Gambar	4.	11	Hubungan	antara	Kapasitas	Muatan	Spesifik
	d	enga	an Tega	ngan	pada	Pengujian	CD
	LiFeSi _{0.1} P		$Si_{0,1}P_{0,9}O_4/C$		-		35

DAFTAR TABEL

Tabel 3. 1 Komposisi Sampel LiFeSi _x P _{1-x} O ₄ dengan x=0,00; 0,05;
0,10; 0,15
Tabel 4. 1 Data Persentase dan Parameter Kisi LiFeSi _x P _{1-x} O ₄ /C 22
Tabel 4. 2 Hasil Pencocokan Data Eksperimen Sampel
LiFeSi _{0,05} P _{0,95} O ₄ /C dengan Database LiFePO ₄ [PDF
96-210-0917] dan Li ₂ FeSiO ₄ [PDF 96-702-1868]23
Tabel 4. 3 Hasil Uji Cyclic Voltammetry (CV) LiFeSi _x P _(1-x) O ₄ /C
Tabel 4. 4 Hasil Uji Charge/Discharge (CD) LiFeSi _x P _(1-x) O ₄ /C37

DAFTAR LAMPIRAN

Perhitungan Komposisi Sampel
Penghalusan dengan Metode Rietveld
Menggunakan Software Rietica
Data Tabel XRD
Hasil Pengamatan SEM-EDX
Hasil Uji Charge/Discharge (CD)
Data ICSD

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Meningkatnya permasalahan dalam krisis energi menjadi peluang besar untuk mengembangkan suatu piranti untuk memperbaiki kekurangan energi, baik itu pengembangan dengan menggunakan bahan alam yang ramah lingkungan, dapat digunakan terus-menerus, dan kesediaan energi terbarukan menjadi yang terpenting dalam meningkatkan kebutuhan energi manusia dan memperhatikan keselamatan lingkungan (Gong *et al.*, 2016). Perkembangan baterai memiliki dampak pada pertumbuhan dari penerapan energi. Misalnya, pada dunia otomotif untuk pengembangan kendaraan listrik, sumber energi terbarukan, dan perangkat elektronik. Pengaplikasikan baterai sebagai penyimpan energi memegang peranan penting dan berbagai penelitian telah dilakukan agar dapat diimplementasikan dan digunakan dalam skala besar (Sergi *et al.*, 2016).

Baterai ion lithium telah banyak digunakan pada pengangkat elektronik, misalnya handphone. Performa dan nilai dari baterai ion lithium bergantung pada material elektroda yang digunakan. Baterai ion lithium memiliki potensial yang tinggi, kapasitas spesifik yang tinggi, densitas energi dan daya spesifik yang tinggi, stabilitas siklus, dan performa yang baik (Sergi *et al.*, 2016). Secara umum, material katoda yang digunakan adalah seperti LiMnO₄, Li₂CoO₂, LiMPO₄ (Gong *et al.*, 2016).

Lithium Ferro Phosphate (LiFePO₄) merupakan partikel penting yang harus diperhatikan karena biayanya yang relatif murah, potensial *discharge* tinggi (kurva tegangan rerata 3,4 Volt dibanding Li/Li+), kapasitas spesifik besar (170 mAh/gr), kestabilan termal yang baik, performa siklus yang sangat baik, keberadaan melimpah yang ramah lingkungan, dan menciptakan keamanan alam. Namun kelemahan dari material ini adalah konduktivitas listrik rendah yaitu berorde 10⁻⁹ S/cm dan difusi ion lithium yang lamban. Dua kelemahan tersebut membatasi aplikasi *lithium iron phospate* (LFP) sebagai material katoda, khususnya pada temperatur rendah dan densitas arus yang tinggi. (Innovation, 2012)

Pada penelitian ini digunakan doping ion Si pada struktur LiFePO₄. Seperti pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh (Amin *et al.*, 2009) telah terbentuk kristal tunggal LiFePO₄ dengan doping Si tanpa merusak struktur LiFePO₄. Doping ion Si menggunakan donor efek dan dapat meningkatkan konduktivitas ionik dan menurunkan konduktivitas listrik (amin, 2009). Pada penelitian yang telah dilakukan oleh (Zhao *et al.*, 2017) bahwa doping ion Si terhadap situs PO_4^{3-} dapat memperbaiki performa baterai dan elektrokimia dengan meningkatkan kapasitas spesifik baterai dan memperbaiki konduktivitas listrik dari baterai LiFePO₄. Ion Si juga dapat meningkatkan difusi ion Li antarmuka antara butir LiFePO₄ dengan elektrolit dan memperbesar parameter kisi (Zhao, 2017).

Oleh karena itu, dilakukan penelitian lanjutan untuk mengembangkan penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh (Zhao, 2017) pada pembuatan LiFeSi_xP_{1-x}O₄ dengan doping ion Si dengan variasi komposisi Si yang lebih besar, yaitu x=0,00; 0,05; 0,10; dan 0,15 untuk mengetahui apakah pendopingan ion Si dapat meningkatkan performa baterai dan memperbaiki sifat elektrokimia dengan karakterisasi yang digunakan adalah *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Electron Dispersion Xray* (SEM-EDX), *Cyclic Voltammetry* (CV), dan *Charge/Discharge* (CD).

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan pada penelitian tugas akhir ini dapat dirumuskan sebagai berikut:

- 1. Bagaimana pengaruh variasi doping Si pada struktur kirstal material katoda LiFeSi_xP_{1-x}O₄?
- 2. Bagaimana pengaruh variasi doping Si terhadap performa baterai LiFeSi_xP_{1-x}O₄ sebagai material katoda?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian tugas akhir ini adalah:

- 1. Mengetahui pengaruh variasi doping Si pada struktur kristal material katoda $LiFeSi_{x}P_{1-x}O_{4}$.
- 2. Mengetahui pengaruh variasi doping Si terhadap performa baterai LiFeSi_xP_{1-x}O₄ sebagai material katoda.

1.4 Batasan masalah

Pada penelitiantugas akhir ini, memiliki batasan masalahan sebagai berikut:

- Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini adalah LiOH.H₂O, Fe₂O₃, H₃PO₄, SiO₂.H₂O, tepung tapioka, dan CH₃COOH untuk pembuatan prekursor LiFeSi_xP_{1-x}O₄.
- Pembuatan sampel dilakukan dengan metode solid-state reaction pada temperatur kalsinasi 700 °C selama 2 jam dan sintering 900 °C selama 6 jam dalam lingkungan gas inert N₂.
- 3. LiFePO₄ dengan doping ion Si dengan variasi komposisi doping Si x=0,00; 0,05; 0,10; dan 0,15.
- 4. Serbuk hasil sintesis dicampur dengan tepung tapioka dan asam asetat dengan konsentrasi masing-masing adalah 2% dan 8% pada pembakaran dengan temperatur 700 °C selama 30 menit untuk melakukan coating carbon secara pirolisa.
- 5. Sampel diuji XRD dan dianalisa fasa yang terbentuk secara kualitatif dan kuantitatif.
- 6. Prekursor yang digunakan untuk pembuatan sel elektroda positif adalah larutan DMAC, serbuk PVDF, serbuk Super P, dan serbuk LiFeSi_xP_{1-x}O₄. Sedangkan substrat yang digunakan adalah lembaran Al *foil*.
- 7. Karakterisasi SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan persebaran partikel pada lembaran katoda serta karakterisasi CV dan CD untuk mengetahui performa baterai.

1.5 Manfaat penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai pengaruh variasi doping Si terhadap pembentukan material LiFeSi_xP_{1-x}O₄ dalam mengetahui mikrostruktur material serta mengetahui kapasitas spesifik dan konduktivitas baterai ion lithium berbasis material katoda dalam pengembangan baterai ion lithium hemat energi ke depannya.

1.6 Sistematika Penulisan

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

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Baterai

Baterai adalah suatu piranti yang mengkonversikan kimia menjadi energi listrik melalui proses energi elektrokimia reaksi reduksi-oksidasi (redoks). Proses pengisian baterai terjadi melalui proses bolak-balik dimana terjadi transfer elektron dari satu material ke material lain dalam sirkuit listrik. Suatu baterai terdiri dari satu atau lebih sel yang bergantung pada tegangan output dan kapasitasnya. Satu sel baterai terdiri dari :

- 1. Anoda atau elektroda negatif, yaitu melepaskan elektron ke rangkaian terluar dan mengalami proses oksidasi pada proses elektrokimia.
- 2. Katoda atau elektroda positif, yaitu menerima elektron dari rangkaian luar dan mengalami proses reduksi pada proses elektrokimia.
- 3. Elektrolit, yaitu medium tempat terjadinya transfer ion dalam proses charging antara anoda dan katoda. (Koontz and Lucero, 2002)

Baterai dikelompokan menjadi dua yaitu baterai primer dan baterai sekunder, pengelompokan tersebut berdasarkan kemampuan baterai untuk melakukan pengisian ulang (*recharge*). Baterai primer tidak memiliki kemampuan untuk mengisi ulang energi, sehingga baterai ini hanya dapat digunakan sekali pakai. Baterai sekunder adalah baterai yang memiliki kemampuan *recharge*. Prinsip kerja baterai ini sama seperti baterai primer, namun ketika diberi beban dari luar akan terjadi reaksi yang berkebalikan dengan reaksi pada saat *discharge* dimana elektron-elektron akan mengalir dari kutub positif ke kutub negatif (Koontz and Lucero, 2002)

2.2 Baterai Sekunder

Baterai Sekunder adalah baterai yang dapat diisi ulang (*rechargeable*) yang mengkonversikan energi listrik menjadi energi kimia. Baterai sekunder terdiri dari sel galvanic selama pengosongan muatan (*discharge*) dan sel elektrolit selama pengisian muatan (*charge*) (Klink, 2013). Baterai ini, memiliki power density yang tinggi, *discharge rate* yang tinggi, dan memiliki performa yang baik dalam temperatur rendah (Prabhus, 2014).

Baterai sekunder diaplikasikan dalam dua kategori, yaitu :

- a. Sebagai alat penyimpan energi/ *Energy-storage Device*. Umumnya baterai jenis ini tersambung dengan jaringan listrik primer saat digunakan. Contoh penggunaanya adalah dalam otomotif, pesawat terbang.
- b. Sebagai sumber energi listrik pada portabel divais, pengganti baterai primer dan pada semua divais yang menggunakan baterai primer, seperti telephone genggam, kamera, notebook dan lain-lain.(Abbas,1997)

2.3 Baterai Ion Lithium

Baterai ion lithium mengkonversi energi kimia menjadi energi listrik. Ion lithium berdifusi dan bereaksi dengan material-material yang berada didekatnya. Baterai berbasis lithium cukup menjanjikan karena memiliki densitas tinggi, beda tegangan tinggi, *life time* lama, *no memory effect*, ramah lingkungan, *specific energi*, kepadatan energi tinggi, dan *power density* yang tinggi dibandingkan dengan jenis *rechargeable battery* yang lain (Zhu, 2013). Baterai ion lithium terdiri dari komponen katoda, anoda, separator, dan elektrolit. Atom-atom lithium akan berdifusi dari elektroda dengan potensial yang tinggi (katoda) ke elektroda dengan potensial rendah (anoda). Elektrolit adalah material yang menjadi penguhubung reaksi yang memungkinkan terjadinya transfer ion antara anoda dan katoda. Ketika proses

discharging, ion-ion lithium berdifusi keluar dari anoda melewati elektrolit menuju katoda. Sedangkan, electron mengalir sepanjang sirkuit eksternal dari anoda menuju katoda (Zhao, 2012). Proses pengisian atau charging merupakan peristiwa aliran elektron dari sumber tegangan mengalir dari katoda ke anoda. Elektron yang diberikan akan bergerak melalui rangkaian luar menuju anoda. Pada kondisi charging katoda akan menjadi lebih negatif dan anoda menjadi lebih positif sehingga kation akan bergerak menuju ke kutub negatif, sebaliknya anion akan bergerak ke kutub positif. Untuk kesetimbangan muatan, material katoda akan terionisasi menghasilkan ion lithium bermuatan positif (Li⁺) dan bermigrasi ke dalam elektrolit menuju komponen anoda. Ion lithium akan masuk ke dalam anoda melalui mekanisme interkalasi. Pada saat proses ini, baterai akan menyimpan energi kimia (Topracki, 2010). Proses charging-discharging diilustrasikan pada Gambar 2.1.



Gambar 2. 1 Mekanisme (a) proses charging (b) proses discharging pada sel baterai ion lithium (Wieboldt, 2015)

2.4 Material Katoda

Material katoda merupakan komponen yang penting dalam pembuatan sel baterai khususnya pada baterai ion litium. Dimana material katoda menjadi acuan dalam menghitung kapasitas sel baterai secara teoritik. Untuk setiap berat material katoda, jumlah ion litium yang dilepaskan material katoda saat *charging* dan jumlah ion litium yang kembali waktu tertentu ke material katoda saat *discharging* menggambarkan densitas energi dan densitas power sel baterai. Semakin banyak ion litium yang dipindahkan dari katoda ke anoda maka semakin besar pula densitas sel baterai. Semakin banyak ion litium yang kembali ke katoda dari anoda tiap detiknya, maka semakin besar densitas powernya. Fenomena perpindahan ion ini disebut juga dengan *charge transfer* atau transfer muatan. Sehinnga performa pada sel baterai sangat bergantung pada kondisi transfer muatan atau *charge transfer*. Mekanisme ini berkaitan erat dengan proses difusi dan konduktivitas elektronik serta ionik dari komponen pembentuk sel baterai (Park, 2010).



Gambar 2. 2 Fenomena konduksi pada material katoda LiFePO₄ selama proses pengisian (Park, 2010).

2.5 Lithium Iron Phosphate (LiFePO₄)

LiFePO₄ merupakan salah satu material katoda berbasis material phospat dalam bentuk LiMPO₄ (M = Fe, Co, Mn, dan Ni). LiFePO₄ memiliki tegangan rata-rata 3,4 Volt (vs. li/Li⁺). Material katoda LiFePO₄ memiliki kestabilan termal dan siklus hidup yang baik, ramah lingkungan, biaya produksi yang murah, dan memiliki kapasitas teoritik yang tinggi sebesar 170 mAh/g. Namun, dibalik kelebihannya, LiFePO₄ memiliki konduktivitas listrik dan ionik yang rendah (10⁻⁹ S cm⁻¹) dan difusivitas Li⁺ (10⁻¹⁴ cm² s⁻¹) yang rendah pada temperatur ruang yang mempengaruhi performa elektrokimia baterai (Zhao, 2017).

Untuk memperbaiki performa elektrokimia LiFePO₄, antara lain:

- 1. *Carbon coating* untuk meningkatkan konduktivitas listrik dengan menambahkan bahan aditif pada saat proses sintesis LiFePO₄/C. Selain itu, *carbon coating* juga dapat menghindari penggumpalan dari nano partikel dan mempercepat jalannya ion lithium (Satyavani, 2015).
- 2. Mengontrol ukuran partikel dan pertumbuhan polikristalin homogen dengan mereduksi ukuran partikel dan meningkatkan luas permukaan sebagai solusi dari hilangnya kapasitas baterai ion lithium pada saat charging dan discharging (Padhi, 1997). Mereduksi ukuran partikel dapat memperpendek jarak difusi ion Li⁺.
- 3. Doping dengan kation ke dalam ion Li+ dapat menurunkan waktu difusi, meningkatkan sifat transportasi ion (Amin, 2009), dan meningkatkan konduktivitas listrik (Satyavani, 2015).

LiFePO₄ tipe olivine memiliki struktur kristal orthorhombik dengan space group Pnma yang terdiri dari kerangka oksigen dalam bidang hexagonal-closed-packed (HCP) dimana Li dan Fe pada situs oktahedral dan P pad situs tetrahedral. Atom besi yang berada ditengah-tengah enam atom oksigen yang membentuk struktur oktahedron FeO₆ berada pada bidang b c <1 1 0> dan rantai linear LiO₆ oktahedral yang pararel terhadap sumbu-b <0 1 0> yang terhubung bersama dengan PO₄ tetrahedral yang membentuk struktur tiga dimensi yang stabil (Zaghib, 2015). LiFePO₄ memiliki parameter kisi a = 10,33 Å, b = 6,01 Å, c = 4,69 Å, dan V = 291.17 Å³. Saat pelepasan ion Li, LiFePO₄ menjadi FePO₄ tanpa adanya perubahan struktur kristal (Satyavani, 2015). Saat proses pelepasan ion Li atau saat proses *charge*, reaksi kimianya dapat dituliskan

$$LiFePO_4 - xLi^+ - xe^- \rightarrow xFePO_4 + (1-x)LiFePO_4$$

dan saat proses discharge terjadi reaksi

$$FePO_4 + xLi^+ + xe^- \rightarrow xLiFePO_4 + (1-x)FePO_4$$

(Satyavani, 2015)



Gambar 2. 3 Struktur Kristal Olivine LiFePO₄ (Tarascon, 2001)

2.6 *Lithium Iron Silicate* (Li₂FeSiO₄)

Sedangkan material katoda Li₂FeSiO₄ memiliki kapasitas teoritik yang lebih tinggi dari LiFePO₄, yaitu 330 mAh/g. Struktur kristal Li₂FeSiO₄ dengan struktur kristal olivine dapat digolongkan menjadi dua golongan fasa kristal berdasarkan struktur simetri dan keberadaan atomnya, yaitu orthorhombik dengan space group Pmn2₁ dan monoklinik dengan space group P2₁ (Lu, 2016). Li₂FeSiO₄ memiliki kerangka ion lithium dalam tetrahedral dengan Li, Fe dan Si terletak pada pusat tetrahedral yang terbentuk dari 4 atom oksigen (Araujo, 2013). bentuk tetrahedral FeO₄-SiO₄ berada sepanjang sumbu b pada fasa P2₁ dan sumbu c pada fasa Pmn2₁. Untuk fasa orthorhombik memiliki parameter kisi a = 6,287 Å, b = 5,395 Å, c = 4,958 Å, dan V== 168,162 Å³. Sedangkan untuk fasa monoklinik memiliki parameter kisi a = 8,327 Å, b = 5,093 Å, c = 8,297 Å, dan V== 347,530 Å³ (Lu, 2016).



Gambar 2. 4 Struktur kristal Li₂FeSiO₄ (a) Pmn2₁, (b) P2₁/n, dan (c) Pnmb (Zhang, 2012)

2.7 Metode Solid-State Reaction

Metode reaksi solid-state terdiri dari sintesis solid state, aktivasi mechano-chemical, dan reduksi carbo-thermal. Sintesis solid state dilakukan untuk membentuk struktur kimia yang reaksinya dilakukan pada kondisi ektstrim seperti pada tekanan dan temperature yang tinggi. Metode ini adalah metode yang sederhana dan dapat digunakan pada bidang industri. Prosedur yang panjang memerlukan penggilingan (grinding) untuk mereduksi ukuran kristal berulang-ulang dan proses kalsinasi membentuk partikel berukuran besar dengan performa elektrokimia yang rendah. Sintesis menggunakan metode solid state dilakukan dengan mencampur semua prekursor pembentuk partikel LiFePO₄ dengan teknik ball milling. Teknik ball milling ada 2, yaitu dry milling dan wet milling menggunakan pelarut. Setelah proses ball milling, prekursor LiFePO₄ dikalsinasi. Proses kalsinasi dapat melalui satu tahap atau dua tahap kalsinasi. Pada tahap pertama, proses kalsinasi dilakukan pada temperatur rendah (250-350

°C) dan dilanjutkan pada tahap kedua pada temperatur tinggi 400-800 °C pada lingkungan inert (Satyavani, 2015). Proses kalsinasi dapat mempengaruhi struktur kristal, ukuran partikel, dan kapasitas discharge LiFePO₄ (Chen, 2008).

2.8 Bahan Pembentukan LiFeSi_xP_{1-x}O₄

2.8.1 Lithium Hidroxide (LiOH.H₂O)

Lithium merupakan logam padatan paling ringan, lunak, dan memiliki titik leleh yang rendah serta bersifat reaktif. Karakterisitik dari logam lithium adalah konduktivitas yang termal yang tinggi, kapasitas kalor yang tinggi, dan viskositas yang rendah. Lithium dapat bereaksi dengan oksigen membentuk monoksida dan peroksida. Oleh karena itu, lithium mudah bereaksi dengan air dan tidak dapat terbebas di alam karena sifat reaktifnya.

Lithium hidroksida merupakan senyawa anorganik, bersifat higroskopis, dan tersedia secara komersial dalam bentuk anhidrat dan monohidrat yang merupakan basa kuat. Reaksi dari senyawa ini berlangsung lambat diantara hidroksida logam alkali yang lain (Wikipedia). Lithium Hidroksida dihasilkan dengan mereaksikan lithium karbonat (Li₂CO₃) dengan kalsium hidroksida (Ca(OH)₂). Senyawa ini biasa digunakan sebagai media perpindahan panas (Wikipedia), penyimpanan elektrolit pada baterai, katalisator, dan industri keramik.

2.8.2 Iron (III) Oxide (Fe₂O₃)

Besi (III) oksida memiliki fase hematite dan bersifat ferromagnetik. Hematite mengkristalisasi dalam bentuk rhombohedral dengan titik lebur 1566 °C. Hematite merupakan mineral berwarna merah kecoklatan. Hematite dihasilkan dari pemanasan besi (II) oksida pada temperatur diatas 500 °C (Wikipedia).

2.8.3 Ortho-Phosporic Acid (H₃PO₄)

Asam fosfat merupakan salah satu dari mineral inorganik dan termasuk ke dalam golongan asam lemah. Asam fosfat memiliki konjugat dari fosfat, yaitu PO₄³⁻ dan berbentuk padatan pada temperatur dan tekanan ruangan. Biasa digunakan sebagai bahan aditif makanan, elektrolit, bahan baku pupuk, dan sebagainya. Larutan asam fosfat bersifat korosif, tidak berwarna, tidak berbau, dan non volatile (Wikipedia).

2.8.4 Silicon Dioxide (SiO₂.H₂O)

Silika dioksida banyak ditemukan di alam sebagai pasir alam atau kuarsa. Pada sebagian besar silikat memiliki struktur tetrahedral dengan empat atom O yang mengelilingi atom Si. Titik leleh dari senyawa ini adalah 1.713 oC dengan fasa amorf. Silika dioksida banyak digunakan sebagai bahan baku keramik, kaca, dan bahan aditif makanan (Wikipedia).

2.8.5 Acetic Acid (CH₃COOH)

Asam asetat merupakan senyawa kimia organik yang tidak berwarna, berbau menyengat, dan tergolong dalam asam lemah. Senyawa ini banyak digunakan sebagai bahan baku industri, bahan baku makanan, dan sebagainya. Asam asetat memiliki titik leleh pada temperatur 392 K dan dapat larut dalam air.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB III METODOLOGI

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Dalam penelitian tugas akhir ini peralatan yang digunakan adalah *beaker glass*, mortar, *chamber*, *crucible*, spatula, timbangan *digital*, ayakan 400 mesh, f*urnance* gas inert, *planetary ball mill*, *hotplate*, *stirrer*, *doctor blade*, pisau *doctor blade*, gunting, *casing coin cell*, *glove box*, pipet tetes.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini adalah serbuk LiOH.H₂O (teknis), serbuk Fe₂O₃ (teknis), larutan H₃PO₄ (merck), serbuk SiO₂.H₂O (merck), larutan CH₃COOH (asam asetat) (teknis), larutan DMAc (merck), serbuk PVDF (teknis), serbuk Super P (merck), larutan elektrolit LiPF₆, lembaran Li *Metallic*, lembaran separator, lembaran Al foil, dan aceton.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Preparasi Komposisi Bahan Baku

Bahan baku yang digunakan ditentukan sesuai dengan perhitungan stoikiometri (lihat pada lampiran). Berikut ini adalah komposisi bahan baku yang dapat dilihat dalam bentuk tabel.

LiOH.H₂O (s) + H₃PO₄ (l) + SiO₂.H₂O (s) + Fe₂O₃ (s) \rightarrow LiFeSi_xP_{1-x}O₄ (s) + H₂O (g) + O₂ (g)

Tabel 3. 1 Komposisi Sampel LiFeSi_xP_{1-x}O₄ dengan x=0,00; 0,05;

0,10; 0,15

	LiOH.H ₂ O		H ₃ PO ₄		SiO ₂ .H ₂ O		Fe ₂ O ₃	
х	Hitung	Ukur	Hitung	Ukur	Hitung	Ukur	Hitung	Ukur
	(gram)	(gram)	(mL)	(mL)	(gram)	(gram)	(gram)	(gram)
0	3,9885	3,9885	6,41	6,4	0	0	7,5952	7,5976
0,05	3,9922	3,9923	6,09	6,1	0,3715	0,3715	7,5995	7,5995
0,1	3,9957	3,9968	5,77	5,8	0,7438	0,7441	7,6062	7,6062

0.15	2 0005	2 0005	5 16	55	1 1 1 6 7	1 1 1 6 0	7 61 40	7 6144
0,15	5,9995	5,9995	5,40	3,5	1,1107	1,1109	7,0149	7,0144

3.2.2 Sintesis LiFeSi_xP_{1-x}O₄

Metode yang digunakan dalam sintesis ini adalah metode solid-state reaction. Bahan-bahan seperti LiOH.H₂O, Fe₂O₃, H₃PO₄, SiO₂.H₂O dengan stoikiometri masing-masing dengan variasi komposisi Si x=0,00; 0,05; 0,10; dan 0,15 dicampur dan digerus menggunakan mortar hingga halus dan menggunakan H₃PO₄. Kemudian, dilarutkan sampel dikalsinasi dalam lingkungan gas inert N2 pada temperatur 700 °C selama 2 jam. Selanjutnya, hasil yang sudah dikalsinasi dimilling selama 2 jam dengan kecepatan 1200 rpm dengan metode dry milling. Pada proses ini, rasio perbandingan prekursor dengan bola zirkon adalah 1:10. Setelah itu, sampel disintering pada temperatur 900 °C selama 6 jam dalam lingkungan gas inert menggunakan furnance. Kemudian, dilakukan pengcoatingan karbon menggunakan sumber karbon dari larutan CH₃COOH (asam asetat) dan tepung tapioka dengan pemanasan dalam temperatur 700 °C selama 20 menit. Setelah itu dilakukan karakterisasi XRD.

3.2.3 Pembuatan Sel Elektroda Positif

Pada proses ini dilakukan proses pembuatan sel. Untuk langkah awal, dilakukan proses pencampuran prekursor LiFeSi_xP_{1-x}O₄ dengan DMAC, PVDF, dan Super P dengan perbandingan untuk LiFeSi_xP_{1-x}O₄: PVDF : Super P adalah 85 : 10 : 5. Disini fungsi dari Super P adalah sebagai bahan elektroda nya atau bahan konduktifnya. Sedangkan PVDF adalah sebagai pengikat dan DMAC sebagai pelarut. Massa LiFeSi_xP_{1-x}O₄ yang digunakan adalah sebanyak 2 gram dan jumlah DMAC adalah sebanyak 3,4 ml untuk 4 sampel dengan variasi komposisi Si x=0,00; 0,05; 0,10; dan 0,15. Pertama, DMAC dipanaskan menggunakan *hotplate* selama 15 menit. kemudian, PVDF dilarutkan ke dalam DMAC secara perlahan menggunakan *magnetic stirrer* selama 20 menit hingga larut sempurna dan didiamkan selama 10 menit. Lalu, ditambahkan super P sedikit demi sedikit hingga larut untuk menghomogenkan larutan dengan terus diaduk selama 10 menit. Setelah itu, ditambahkan serbuk prekursor LiFeSi_xP_{1-x}O₄ ke dalam *slurry* selama 30 menit. Setelah terbentuk *slurry*, lalu dilakukan pembuatan lapisan katoda dengan melapiskan *slurry* ke lembaran Al *foil* di dalam dies dengan ukuran Al *foil* seukuran dengan ukuran dies. Ketebalan yang digunakan sebesar 200 mikron kemudian dikeringkan selama 1 jam dengan temperature 81 °C. Setelah itu, dilakukan pembuatan *coin cell* untuk di uji performa baterai untuk mengetahui nilai konduktivitas dan kapasitasnya. Pembuatan *coin cell* ini dilakukan untuk coin ½ cell dilakukan di dalam glove box dalam keadaan vakum. Setelah itu dilakukan pengujian SEM-EDX, CV, dan CD.

3.3 Karakterisasi Bahan

3.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk menganalisis komposisi fasa bahan. Panjang gelombang yang digunakan adalah Cu K- α_1 . Pada penelitian ini, untuk menganalisis fasa LiFe_{1-x}Si_xPO₄ menggunakan sudut dari 10° – 80°. Pengujian dilakukan di Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI Serpong dan Departemen Teknik Material FTI ITS.

3.3.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengidentifikasi morfologi material aktif LiFeSi_xP_{1-x}O₄ dalam bentuk lembaran. Pengujian dilakukan di Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI Serpong.

3.3.3 Cyclic Voltammetry (CV)

Pengujian Cyclic Voltammetry dilakukan untuk mempelajari reaksi reduksi dan oksidasi (redoks) yang dilakukan di Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI Serpong. Pengujian dilakukan menggunakan alat WBCS 3000 dengan pemberian scan rate sebesar 50 μ Vs⁻¹ dengan rentang tegangan cut off 2,5 – 4,2 Volt.

3.3.4 Charge/Discharge (CD)

Pengujian Charge/Discharge dilakukan dengan proses charging dan discharging untuk mengetahui besar kapasitas pada sel baterai menggunakan alat WBCS 3000 dengan scan rate yang diberikan 0,1C dilakukan di Pusat Penelitian Fisika (P2F) LIPI Serpong.

3.4 Diagram Alir Penelitian 3.4.1 Sintesis Material Aktif Katoda LiFeSi_xP_{1-x}O₄



Gambar 3. 1 Flowchart Sintesis LiFeSi_xP_{1-x}O₄


3.4.2 Pembuatan Sel Elektroda Positif

Gambar 3. 2 Flowchart Sintesis Sel Elektroda Positif

BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Struktur Komposit LiFeSi_xP_{1-x}O₄/C dengan XRD

Hasil dari karakterisasi XRD material aktif katoda LiFeSi_xP_{1-x}O₄/C dengan variasi doping ion Si terhadap struktur LFP/C dilakukan pada x = 0, 0,05, 0,1, dan 0,15 dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk. Pada pengujian, rentang sudut yang diberikan dari sudut $10^{\circ} - 80^{\circ}$. Proses identifikasi fasa yang diduga sebagai struktur LFP secara kualitatif dilakukan menggunakan *software Match!3* dengan pencocokan posisi-posisi puncak yang terukur dengan database dalam bentuk PDF.



Gambar 4. 1 Pola XRD LiFeSi_xP_{1-x}O₄/C dengan x = 0, 0,05, 0,1, dan 0,15

Pada gambar 4.1 dapat diamati bahwa hasil sintesis material aktif katoda LFP/C dengan doping ion Si pada x = 0,

0,05, 0,1, dan 0,15 telah berhasil. Keempat pola difraksi tersebut menunjukkan terbentuknya fasa olivine berdasarkan database [PDF 96-210-0917]. Selanjutnya, dilakukan analisis secara kuantitatif dengan metode *Rietveld* menggunakan *software Rietica*. Dari hasil pengolahan menggunakan *software Rietica*, dapat diketahui persentase komposisi fasa dan nilai parameter kisi masing-masing sampel. Analisa dilakukan menggunakan kode CIF 2100916 untuk fasa olivine LiFePO4. Hasil analisa menggunakan *software Rietica* ditunjukkan pada table 4.1.

v	ŀ	$\mathbf{V}(\mathbf{\hat{X}}^3)$		
А	a (Å)	b (Å)	c (Å)	v (A)
0	10,330	6,005	4,691	291,042
0,05	10,349	6,016	4,700	292,655
0,1	10,369	6,020	4,719	294,683
0,15	10,338	6,003	4,690	291,135

Tabel 4. 1 Data Parameter Kisi dan Volume Kristal LiFeSi_xP_{1-x}O₄/C

LiFePO₄/C telah berhasil disintesis menggunakan metode *solid-state reaction* dengan didoping ion Si⁴⁺. Doping ion Si⁴⁺ dilakukan pada ion P dimana keduanya memiliki ukuran dimensi dan konfigurasi elektron yang hampir sama. Jari-jari atom ion Si⁴⁺ sebesar 0,040 nm dan ion P sebesar 0,031 nm. Berdasarkan pola difraksi pada gambar 4.1 dapat diamati bahwa fasa yang terbentuk antara sampel LFP/C di doping ion Si memiliki fasa yang sama dengan fasa LFP/C. Hal ini menunjukkan bahwa proses pendopingan ion tidak memengaruhi struktur olivine LiFePO₄/C namun, hanya terjadi pergeseran posisi puncak difraksi ke arah kiri antara yang didoping ion Si dengan LFP/C karena ukuran dimensi kristal ion Si lebih besar daripada ion P yang dapat diamati dari perubahan parameter kisi yang disajikan dalam table 4.1.

Berdasarkan pada penelitian sebelumnya (Zhao, 2017), pada sampel LFP/C tanpa doping memiliki space group Pnma dengan parameter kisi a = 10,324 Å b = 6,0054 Å dan c = 4,6914 Å dengan Volume unit sel sebesar 290,8910 Å³. Pada tabel 4.1, secara keseluruhan sintesis LFP/C dengan doping ion Si x= 0, 0,05, 0,1, dan 0,15 mengalami perubahan parameter kisi yang menunjukkan bahwa proses pendopingan telah berhasil. Semakin besar konsentrasi ion Si⁴⁺ maka semakin besar parameter kisinya. Perubahan parameter kisi berpengaruh terhadap volume sel masing-masing sampel. Tetapi, terjadi peyusutan ukuran dimensi kristal pada variasi x=0,15. Perubahan dimensi kristal ini diakibatkan oleh beberapa factor, antara lain temperatur, *holding time*, dan proses pendopingan yang belum sempurna.

Bila diamati pada gambar 4.1 fasa olivine LiFePO₄ terbentuk 100% pada puncak-puncak difraksi yang diamati. Selain itu, terdapat fasa Li₂FeSiO₄ yang memiliki posisi puncak yang sama dengan beberapa puncak difraksi yang dimiliki fasa olivine LiFePO₄ walaupun intensitasnya berbeda. Pada hal ini, fasa Li₂FeSiO₄ tidak berperan sebagai impuritas namun, dapat diindikasikan bahwa pada posisi puncak difraksi tertentu material ini dapat berperan sebagai LiFePO₄ atau Li₂FeSiO₄ akibat pendopingan ion Si.

Tabel 4. 2 Hasil Pencocokan Data Eksperimen Sampel LiFeSi_{0,05}P_{0,95}O₄/C dengan Database LiFePO₄ [PDF 96-210-0917] dan LiFeSiO₄ [PDF 96-702-1868]

eksperimen			LiFePO ₄		Li ₂ Fe	SiO ₄		
20	d	I/Io	d	I/Io	d	I/Io		
17.1519	5.1699	15.07	5.166	28.62				
20.7521	4.28041	62.83	4.2721	52.45				
22.7206	3.91382	15.23	3.9176	14.54	3.8976	1.41		
24.1099	3.69134	7.62	3.6984	5.87				
25.5326	3.4888	85.97	3.482	78.55				
29.6883	3.00923	96.76	3.0072	66.09				
32.178	2.78186	38.9	2.7764	26.37				
35.5719	2.52384	100	2.5204	100				

36.4909	2.46236	43.48	2.4579	16.17	2.4614	4
37.8128	2.37926	20.47	2.3731	18.86	2.3778	6.49
39.7717	2.26648	24.58	2.2628	23.78	2.2546	0.78
42.1832	2.14233	14.97	2.1381	17.07		
49.1228	1.85469	11.94	1.8492	8.11		
50.2504	1.81569	17.6	1.8138	15.96	1.8144	1.5
52.5412	1.74179	33.72	1.741	39.31	1.7491	1.07
54.8963	1.67251	10.7	1.6684	15.83		
55.5181	1.65524	15.24	1.6554	11.79		
56.5525	1.6274	25.25	1.6246	20.6	1.622	0.47
58.1968	1.58528	12.75	1.583	11.43	1.5832	1.18
61.6212	1.50514	19.29		13.38	1.506	8
72.3782	1.30567	4.64		3.14		

4.2 Analisis Morfologi dan Persebaran Partikel dengan SEM-EDX

Pengamatan morfologi dan distribusi partikel pada permukaan lembaran sampel dilakukan karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Pengambilan gambar dilakukan dengan perbesaran 100 - 10.000 kali perbesaran. Hasil karakterisasi lembaran LiFePO₄ doping ion Si dengan x=0, 0,05, 0,1, 0,15 dapat diamati pada gambar berikut.



24

(a)



(c)

(d)

Gambar 4. 2 Hasil Karakterisasi SEM pada Lembaran Katoda LiFeSi_xP_{1-x}O₄/C a) x=0 b) x=0.05 c) x=0.1 d) x=0.15

Pada gambar 4.2 dengan perbesaran 1000 kali dapat diamati ukuran butir yang tidak beraturan dan poros-poros yang dimiliki pada morfologi lembaran katoda. Pada gambar (a) lembaran katoda LiFePO₄ memiliki ukuran butir yang tidak homogen dan tidak tersebar merata. Adanya gumpalangumpalan mengindikasikan terjadinya aglomerasi, dimana beberapa partikel LiFePO₄ bergabung menjadi satu sehingga terlihat seperti partikel yang besar dan ukurannya tidak seragam pada tempat-tempat tertentu. Penambahan karbon sebagai pada butir-butir LiFePO₄ pelapis diharapkan dapat mempermudah difusi ion lithium. Namun, pada sampel ini tidak semua butir terlapisi. Terjadinya aglomerasi dikarenakan material LiFePO₄, PVDF, dan Super P tidak tercampur merata pada proses pembuatan *slurry*. Sedangkan, gumpalan-gumpalan berwarna hitam mengindikasikan poros-poros dari lembaran katoda. Pada sampel ini, dapat diamati bahwa terdapat sedikit poros karena ikatan antarmuka binder dengan filler tidak optimal. Hal ini menyebabkan menurunnya kemampuan proses interkalasi dan de-interkalasi ion lithium vang dapat mempengaruhi kapasitas baterai.

Sedangkan, pada gambar (b) untuk sampel LiFeSi_{0,05} $P_{0,95}O_4/C$ memiliki ukuran butir yang lebih kecil dibandingkan sampel (a) walaupun ada beberapa spot yang terjadi aglomerasi dan persebaran butirnya tidak merata. Pada sampel LiFeSi_{0,05} $P_{0,95}O_4/C$ pengcoatingan karbon lebih merata dibandingkan sampel (a) dengan poros-poros yang terbentuk lebih banyak dibandingkan sampel (a).

Pada sampel LiFeSi_{0,1}P_{0,9}O₄/C yang ditunjukkan pada gambar (c) terjadi banyak butir yang beraglomerasi, dimana partikel-partikel LiFeSi_{0,1}P_{0,9}O₄/C bergabung menjadi satu dan ukurannya yang tidak homogen pada berbagai tempat. Namun, poros yang terbentuk lebih banyak dibandingkan sampel (b). Tetapi, karena banyak butir yang beraglomerasi akan mengakibatnya menurunnya kapasitas baterai yang juga disebabkan akibat pelapisan karbon yang belum sempurna.

Jika diamati pada gambar (d) yang menunjukkan morfologi dari lembaran sampel LiFeSi_{0,15}P_{0,85}O₄/C ukuran butirnya lebih kecil dibandingkan sampel (c) dengan persebaran yang hampir merata. Partikel-partikelnya juga hampir semua terlapisi oleh karbon. Poros-poros yang terbentuk lebih banyak dibandingkan sampel-sampel sebelumnya yang dapat mempercepat laju difusi ion lithium.



(a)







Pada gambar 4.3 dapat diamati bahwa unsur-unsur pada sampel LiFePO₄/C dibedakan berdasarkan warnanya. Unsur Fe (besi) berwarna ungu, unsur P (phosphor) berwarna biru, unsur C (karbon) berwarna merah, dan unsur O (oksigen) berwarna hijau. Berdasarkan hasil mapping tersebut, unsur Fe dan P hampir tersebar merata. Sedangkan unsur karbon yang melapisi partikel LiFePO₄ tidak tersebar merata. Hal ini mengindikasikan bahwa pelapisan karbon tidak sempurna sehingga akan mempengaruhi difusi ion lithium.



(b)

(a)









Gambar 4. 4 Hasil EDX Mapping Sampel LiFeSi_{0,05}P_{0,95}O₄/C

Pada sampel LiFeSi_{0,05}P_{0,95}O₄/C yang ditunjukkan pada gambar 4.4, unsur P ditandai dengan warna biru, unsur Si ditandai dengan warna kuning, unsur Fe ditandai dengan warna ungu, unsur C ditandai dengan warna merah, dan unsur O ditandai dengan warna hijau. Berdasarkan hasil mapping sampel tersebut dapat diamati bahwa unsur Fe mendominasi. Unsur Si tersebar merata mengikuti pola persebaran unsur P dan Fe yang menunjukkan bahwa unsur Si mensubtitusi unsur P yang menandakan bahwa pendopingan pada LiFePO₄ telah berhasil. Sedangkan, unsur C tersebar tidak merata namun, jika diamati pada gambar jumlah unsur C cukup banyak. Hal ini mengindikasikan bahwa sampel tidak tercoating sempurna sehingga mempengaruhi kapasitas baterai.

Jika dibandingkan dengan hasil mapping sampel LiFeSi_{0.1}P_{0.9}O₄/C dan LiFeSi_{0.15}P_{0.85}O₄/C (lihat dilampiran), unsur Si hampir tersebar merata yang mengindikasikan bahwa unsur Si berhasil mensubtitusi unsur P. Hanya saja pada sampel LiFeSi_{0.15}P_{0.85}O₄/C unsur Si tidak tersebar secara merata dibandingkan sampel sebelumnya sehingga mempengaruhi dimensi Kristal yang diamati melalui karakterisasi XRD. Hal ini berarti, pendopingan pada variasi sampel LiFeSi_{0.15}P_{0.85}O₄/C belum sempurna dimana terjadi penyusutan ukuran dimensi kristal. Sedangkan, untuk persebaran unsur C pada sampel LiFeSi0.15P0.85O4/C dibandingkan lebih merata sampel LiFeSi_{0.1}P_{0.9}O₄/C. Hal ini menyebabkan difusi ion lithium pada sampel LiFeSi_{0.1}P_{0.9}O₄/C lebih lambat sehingga kapasitas baterai vang dihasilkan akan sangat kecil.

4.3 Analisis Performa Siklik dengan Cyclic Voltammetry (CV)

Hasil pengukuran data yang diperoleh pada pengujian ini berupa grafik hubungan antara tegangan (V) dengan arus uji (mA). Pengujian dilakukan dengan pemberian scan rate sebesar 50 μ Vs⁻¹ atau 0,1C dengan rentang tegangan *cut off* 2,5 - 4,2 Volt untuk setiap variasi. Pada grafik CV terdiri atas dua puncak, yaitu puncak oksidasi pada daerah arus positif dan puncak reduksi pada daerah arus negatif. Pada pengujian ini, LiFeSi_xP_{1-x}O₄/C berperan sebagai katoda dengan Lithium Metallic yang berperan sebagai anoda dengan tegangan yang lebih rendah. Diantara katoda dan anoda dipisahkan oleh separator dengan elektrolit yang digunakan adalah LiPF₆. Pada saat charging terjadi proses interkalasi (proses oksidasi) dimana ion-ion lithium bergerak dari katoda ke anoda. Sedangkan, pada saat discharging ion-ion lithium bergerak dari anoda ke katoda, yaitu terjadinya proses de-interkalasi (proses reduksi). Peningkatan arus puncak mengindikasikan terjadinya

reaksi oksidasi dan arus puncak yang menurun mengindikasikan terjadinya reaksi reduksi.

Pada proses discharging, terjadi reaksi reduksi pada katoda LiFeSi_xP_{1-x}O₄/C yang memenuhi persamaan reaksi berikut. FeSi_xP_{1-x}O₄/C + $xLi^+ + xe^- \rightarrow xLiFeSi_xP_{1-x}O_4/C + (1-x)FeSi_xP_{1-x}O_4/C$

dan pada proses charging, terjadi reaksi oksidasi dengan persamaan reaksi berikut.

 $\begin{array}{rcl} LiFeSi_{x}P_{1-x}O_{4}/C & - & xLi^{+} & - & xe^{-} & \rightarrow & xFeSi_{x}P_{1-x}O_{4}/C & + & (1-x)LiFeSi_{x}P_{1-x}O_{4}/C & + & (1-x)$

Hasil pengujian CV disajikan dalam bentuk grafik hubungan antara tegangan dengan arus pengujian. Variabel yang ditampilkan adalah arus, tegangan, dan tegangan *cut off*. Dari grafik yang ditampilkan berikut ini, selisih potensial dari peristiwa oksidasi dan reduksi menunjukkan reversibilitas material baterai. Pola arus yang dihasilkan pada pengujian CV ditunjukkan pada gambar berikut.



Gambar 4. 5 Grafik Hubungan antara Arus dan Tegangan pada Pengujian CV LiFePO₄/C

Proses oksidasi terjadi pada arus anodik. Berdasarkan gambar 4.5, dilakukan scan maju sehingga arus anodik meningkat dengan cepat ketika mencapai puncak tertinggi yaitu puncak oksidasi (E_{pa}) sebesar 3,53 Volt. Kemudian, arus menurun setelah terjadi oksidasi. Arah penyapuan berbalik negatif ketika scan balik untuk melakukan proses reduksi.

Proses reduksi terjadi pada arus katodik. Arus katodik meningkat dengan cepat ketika arus mencapai puncak reduksi (E_{pc}) sebesar 3,28 Volt. Setelah itu, arus katodik menurun setelah terjadi reduksi. Selisih potensial (ΔE) atau jarak interkalasi mengindikasikan cepat atau lambatnya transfer ion lithium dalam elektrolit dapat mempengaruhi besar kapasitas spesifiknya. Selisih potensial yang didapat pada variasi ini adalah 0,25 Volt.



Gambar 4. 6 Grafik Hubungan antara Arus dan Tegangan pada Pengujian CV LiFeSi_{0,05}P_{0,95}O_4/C

Berdasarkan gambar 4.6, proses oksidasi terjadi ketika dilakukan scan maju sehingga arus anodik meningkat dengan cepat ketika mencapai tegangan maksimum (E_{pa}) sebesar 3,62 Volt. Arus anodik menurun setelah mencapai arus dan tegangan maksimum. Kemudian, arah penyapuan berbalik negatif ketika scan balik dan terjadi proses reduksi pada arus katodik. Arus katodik meningkat ketika mencapai tegangan minimum (E_{pc}) sebesar 3,20 Volt. Setelah itu, arus katodik menurun setelah terjadi proses reduksi. Jarak interkalasi (ΔE) antara puncak oksidasi dengan puncak reduksi sebesar 0,42 Volt.



Gambar 4. 7 Grafik Hubungan antara Arus dan Tegangan pada Pengujian CV LiFeSi_{0,1}P_{0,9}O₄/C

Pada gambar 4.7, scan maju dilakukan untuk melakukan proses pengoksidasian. Arus anodik meningkat hingga puncak oksidasi (E_{pa}) sebesar 3,56 Volt. Arus menurun ketika telah terjadi oksidasi. Kemudian, arah penyapuan berbalik ke arah negatif untuk scan balik pada proses reduksi. Arus katodik meningkat hingga mencapai puncak reduksi (E_{pc}) sebesar 3,28 Volt. Arus katodik menurun setelah mencapai reduksi. Jarak interkalasi pada variasi ini sebesar 0,28 Volt.



Gambar 4. 8 Grafik Hubungan antara Arus dan Tegangan pada Pengujian CV LiFeSi_{0,15}P_{0,85}O₄/C

Pada gambar 4.8, scan maju dilakukan sehingga arus anodic meningkat ketika mencapai puncak oksidasi (Epa) sebesar 3,53 Volt. Kemudian, arus anodik menurun ketika telah terjadi oksidasi. Arus katodik meningkat ketika dilakukan scan balik hingga mencapai puncak reduksi (Epc) sebesar 3, 26 Volt. Jarak interkalasi antara puncak oksidasi dan reduksi adalah 0,27 Volt.

x)04/C								
	Pu	ncak		Working				
Х	E _{pa} (V)	Epc (V)	$\Delta E(V)$	Voltage (V)				
0	3,53	3,28	0,25	3,42				
0,05	3,62	3,20	0,42	3,40				
0,1	3,56	3,28	0,28	3,43				
0,15	3,53	3,26	0,27	3,40				

Tabel 4. 3 Hasil Uji Cyclic Voltammetry (CV) LiFeSi_x $P_{(1-)}$

4.4 Analisis Kapasitas Muatan Spesifik dengan *Charge/Discharge* (CD)

Pengujian *Charge/Discharge* (CD) dilakukan untuk kemampuan suatu mengetahui material aktif dalam menyimpan energi. Hasil pengukuran yang didapat disajikan dalam bentuk grafik hubungan antara tegangan dengan kapasitas muatan spesifik yang diberi arus konstan dan tegangan cut off sebesar 2,5 – 4,2 Volt pada saat pengujian. Pada pengujian charge/discharge terjadi proses reaksi mekanisme reaksi baterai ion lithium pada saat proses charging, dinana ion-ion lithium berinterkalasi masuk ke host anoda. Sedangkan ketika proses discharging ion-ion lithium masuk ke host katoda atau mengalami proses de-interkalasi.



Gambar 4. 9 Hubungan antara Kapasitas Muatan Spesifik dengan Tegangan pada Pengujian CD LiFePO₄/C

Pada pengujian *Charge/Discharge* terdapat tegangan *cut* off, yaitu tegangan awal saat sebelum diberi perlakuan (*charging* dan *discharging*). Pada proses *charging*, ion-ion lithium berpindah dari anoda ke katoda hingga mencapai tegangan maksimumnya sebesar 4,2 Volt. Kemudian, ion-ion berpindah dari katoda ke anoda hingga mencapai tegangan minimum sebesae 2,5 Volt pada proses *discharging*.

Pada siklus pertama, kapasitas muatan spesifik yang dihasilkan pada proses *charging* (Q_{sc}) sebesar 23,85 mAh/g dan pada proses *discharging* (Q_{sd}) sebesar 23,24 mAh/g. Nilai dari Qsd lebih kecil daripada Qsc mengindikasikan bahwa densitas power baterai lebih kecil dibandingkan densitas energinya. Sedangkan, terjadi penurunan kapasitas muatan spesifik pada siklus-siklus berikutnya.



Gambar 4. 10 Hubungan antara Kapasitas Muatan Spesifik dengan Tegangan pada Pengujian CD LiFeSi_{0.05}P_{0.95}O₄/C

Grafik hasil pengujian CD untuk sampel LiFeSi_{0,05}P_{0,95}O₄/C menunjukkan hasil yang tidak jauh berbeda dengan hasil dari sampel LiFePO₄/C. Siklus pertama, kapasitas muatan spesifik yang dihasilkan saat proses *charging* (Qsc) sebesar 20,62 mAh/g dan saat proses *discharging* (Qsd) sebesar 19,99 mAh/g. Selisih nilai yang relatif kecil antara Qsc dengan Qsd menunjukkan adanya kestabilan yang baik. Namun, terjadi penurunan kapasitas muatan spesifik pada siklus-siklus berikutnya.



Gambar 4. 11 Hubungan antara Kapasitas Muatan Spesifik dengan Tegangan pada Pengujian CD LiFeSi_{0,1}P_{0,9}O₄/C

Besar kapasitas muatan spesifik pada hasil pengujian CD sampel LiFeSi_{0,1}P_{0,9}O₄/C lebih kecil dibandingkan dua sampel sebelumnya. Pada siklus pertama, kapasitas muatan spesifik pada saat *charging* adalah sebesar 3,26 mAh/g dan pada saat *discharging* sebesar 3,14 mAh/g. Terjadi peningkatan kapasitas muatan spesifik pada siklus kedua dan ketiga. Namun, pada siklus keempat dan kelima terjadi penurunan kapasitas muatan spesifik dimana hal ini menunjukkan ketidakstabilan material aktif katoda dalam proses *ion exchange*.



Gambar 4. 12 Hubungan antara Kapasitas Muatan Spesifik dengan Tegangan pada Pengujian CD LiFeSi_{0,15}P_{0,85}O₄/C

Kapasitas muatan spesifik yang dihasilkan pada sampel LiFeSi_{0,05}P_{0,95}O₄/C memiliki nilai yang lebih besar dibandingkan variasi lainnya. Pada siklus pertama, kapasitas muatan spesifik yang dihasilkan pada saat proses *charging* (Qsc) sebesar 36,27 mAh/g dan pada saat proses *discharging* (Qsd) sebesar 35,51 mAh/g. Terjadi penurunan kapasitas muatan spesifik pada siklus-siklus berikutnya yang mengindikasikan ketakstabilan pada proses *ion exchange* oleh material aktif katoda.

 1 aber 4. 4 Hash Off Charge/Discharge (CD) Effects xi (1-x) 04/C							
V	V (Volt)	Kapasitas Muatan Spesifik Rerata					
Х	\mathbf{v}_{co} (volt)	Qsc (mAh/g)	Q _{sd} (mAh/g)				
0	3,42	21,90	21,55				
0,05	3,40	19,86	19,16				
0,1	3,43	3,86	3,27				
0,15	3,40	36,27	35,51				

Tabel 4. 4 Hasil Uji Charge/Discharge (CD) LiFeSixP(1-x)O4/C



Gambar 4. 13 Hubungan antara Kapasitas Muatan Spesifik dengan Tegangan pada Pengujian CD untuk variasi x = 0, 0,05, 0,1, dan 0.15

Bila diamati pada gambar 4.13 yang menunjukkan hubungan antara kapasitas muatan spesifik dengan tegangan pada tiap variasi, tren dari nilai kapasitas muatan spesifik menunjukkan bahwa besar kapasitas muatan spesifik menurun seiiring bertambahnya jumlah konsentrasi doping ion Si pada varasi x = 0,05 dan 0,1. Namun, terjadi anomali dimana nilai kapasitas muatan spesifik pada variasi x = 0,15meningkat. Hal ini dapat diindikasikan bahwa berdasarkan struktur kristal pada tiap variasi, semakin besar ukuran dimensi kristalnya maka semakin menurun nilai kapasitas muatan spesifiknya. Akibatnya, laju difusi ion lithium semakin menurun sehingga terjadi ketakstabilan pada proses *ion exchange*. " halaman ini sengaja dikosongkan "

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdarkan hasil penelitian dengan judul "Sintesis dan Karakterisasi Material Aktif Katoda LiFeSi_x $P_{1-x}O_4$ dengan Variasi Doping Ion Si ($0 \le x \le 0,15$)" dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

- 1. Material aktif katoda LiFeSi_xP_{1-x}O₄ telah berhasil disintesis dengan metode *solid-state reaction*. Pendopingan ion Si terhadap ion P dengan variasi x = 0, 0,05, 0,1, dan 0,15 berhasil didoping pada struktur LiFePO₄/C tanpa memengaruhi struktur olivine LiFePO₄ sesuai dengan parameter kisi.
- Nilai kapasitas muatan spesifik dari material aktif katoda LiFeSi_xP_{1-x}O₄ dengan doping ion Si memiliki nilai yang paling besar pada variasi x=0,15.

5.2 Saran

Setelah dilakukannya penelitian ini maka diperoleh beberapa hal yang dapat disarankan untuk menjadi bahan perbandingan dalam penelitian yang akan lebih lanjut, di antara lain sebagai berikut:

- 1. Perlu dilakukan coating carbon dengan bahan dasar gula.
- 2. Perlu dilakukan proses kalsinasi dan sintering dalam furnance dalam kondisi vacuum untuk mencegah adanya oksigen yang dapat mempengaruhi sampel.
- 3. Waktu penahanan pada proses coating carbon lebih lama.
- 4. Perlu dilakukan uji FTIR untuk mengetahui ikatan yang terjadi akibat hasil pendopingan ion Si ke situs PO₄³⁻.

" halaman ini sengaja dikosongkan "

DAFTAR PUSTAKA

- Abbas, Askamal. 1997. "Pengembangan Material untuk Baterai Padat dengan Elektrolit Berbasis Perak." Serpong
- Abdullah, M. Khaerurijjal. 2009. "Karakterisasi Nanomaterial : Teori, Penerapan, dan Pengolahan Data." Bandung : Rezeki Putera
- Amin, Ruhul, Chengtian Lin, Jubo Peng, Katja Weichert, dkk. 2009. "Silicon-doped LiFePO₄ Single Crystals: Growth, Conductivity Behavior, and Diffusity." Advance Functional Materials 1697-1704
- Araujo, Rafael B., Ralph H. Scheicher, J.S. de Almeida, A. Ferreira da Silva, Rajeev Ahuja. 2013. "First-Principles Investigation of Li Ion Diffusion in Li₂FeSiO₄." Journal of Solid State Ionics, Vol. 247-248, 8-14
- Chen, Z.Y., H.L. Zhu, S. Ji, R. Fakir, V. Linkov. 2008. "Influence of Carbon Sources on Electrochemical Performances of LiFePO₄ Composites." Journal Solid State Ion, Vol. 179 : 1810
- Gong, Chunli, Zhigang Xue, Sheng Wen, Yunsheng Ye, Xiaolin Xe. 2016. "Advanced Carbon Material/Olivine LiFePO4 Composites Cathode for Lithium Ion Batteries." Journal of Power Source, Vol. 318 : 93-112
- Karthickprabhu, S. 2014. "Study of high Energy Olivine Phosphate Cathode Materials Doped with Transition Metals and Rare Earth for Lithium Iron Batteries." A Thesis of Department of Physics Kalasilingam University : India
- Klink, Stefan. 2013. "In-Depth Analysis of Irreversible Process in Lithium Ion Batteries." A Dissertation of Faculty of Chemistry and Biochemistry University of Bochum : Bochum
- Linden, David. 2001. "Handbook of Batteries." McGraw-Hill : USA. 3rd Edition

- Lu, Xia., Hsien-Chieh Chiu, Kirk H. Bevan, De-Tong Jiang, Karim Zagib. 2016. "Density Functional Theory Insights into The Structural Stability and Li Diffusion Properties of Monoclinic and Orthorhombic Li2FeSiO4 Cathodes." Journal of Power Resources, Vol. 318 : 136-145
- Padhi, A.K., K.S. Nanjundaswamy, J.B. Goodenough.1997.
 "Phospho-olivines as Positive Electrode Materials for Rechargeable Lithium Batteries. J. Electrochem Soc. 1188
- Park, M., Zhang, M Chung, G.B. Less, A.M. Sastry. 2010. "A Review of Conduction Phenomena in Li-ion Batteries." Journal of Power Resources. Vol 195 : 7904 - 7929
- Satyavani, T.V.S.L., A. Srinivas Kumar, P.S.V. Subba Rao. 2015. "Method of Synthesis and Performance Improvement of Lithium Iron Phosphate for High Rate Li-Ion Batteries : A Review." Engineering Science and Technology, an International Journal 178-188
- Sergi, F., A. Arista, G. Agnello, dkk. 2016. "Characterization and Comparison Between Lithium Iron P Phosphate anda Lithium-Polymers Batteries." Journal of Energy Storage, Vol. 8 : 235-243
- Tarascon, J.M., M. Armand. 2001. "Issues and Challenges Facing Rechargeable Lithium Batteries." Insight Review Articles vol. 414 359-367
- Topracki, O., H.A.K. Topracki, L. Ji, Zhang. 2010. "Fabrication and Electrochemical Characteristic of LiFePO4 Powders for Lithium-Ion Batteries." Journal Powder and Particle, Vol. 28 : 311-318
- Wieboldt, Dick, Ines Ruff, Matthias Hahn. 2015. "Techniques for Raman Analysis of Lithium-Ion Batteries." Special Issues, Vol. 30 Issue : 6
- Zaghib, Karim, Alain Mauger, Christian M. Julien. 2015. "Olivine-Based Cathode Materials". Springer International Publishing : Switzerland

- Zhang, P., C. H. Hu, dkk. 2012. "Structural Properties and Energetics of Li2FeSiO4 Polymorphs and Their Delithiated Products from First-Principles." PPCP, Vol. 14 7346 - 7351
- Zhao, Jian-Wei, Shi-Xi Zhao, Xia Wu, Hong-mei Cheng, and Ce-Wen Nan. 2017. "Double Role of Silicon in Improving the Rate Performance of LiFePO₄ Cathode Materials."Journal of Alloy and Compounds 849-855
- Zhao, Kejie. 2012. "Mechanics of Electrodes in Lithium Ion Batteries." Doctoral Dissertation, Harvard University
- https://id.wikipedia.org/wiki/Litium_hidroksida diakses pada tanggal 14 februari 2018 pukul 10:01 WIB
- https://en.wikipedia.org/wiki/Iron(III)_oxide diakses pada tanggal 14 februari 2018 pada pukul 14:16 WIB
- https://en.wikipedia.org/wiki/Phosphoric_acid diakses pada tanggal 15 februari 2018 pada pukul 10:52 WIB
- https://id.wikipedia.org/wiki/Silikon_dioksida diakses pada tanggal 15 februari pada pukul 11:34 WIB
- https://id.wikipedia.org/wiki/Asam_asetat diakses pada tanggal 15 februari pada pukul 12:16 WIB

" halaman ini sengaja dikosongkan "

LAMPIRAN A Perhitungan Komposisi Sampel

- Target : 15 gram $LiFeSi_{x}P_{1-x}O_{4}/C$
- Bahan Baku :
 - 1. LiOH.H₂O teknis (Mr : 41,937 g/mol)
 - 2. H₃PO₄, Merck, 85% (Mr : 97,95 g/mol)
 - 3. Fe₂O₃ teknis (Mr : 159,661 g/mol)
 - 4. SiO₂.H₂O, merck (Mr : 78,066 g/mol)
- Reaksi Target LiOH.H₂O _(s) + H₃PO_{4 (l)} + SiO₂.H₂O _(s) + Fe₂O_{3 (s)} \rightarrow LiFeSi_xP_{1-x}O_{4 (s)} + H₂O _(g) + O_{2 (g)}
- n LiFeSixP1 x04 = $\frac{m \ target}{Mr \ LiFeSixP1 x04}$
- n LiFePO₄ = 0,095108 mol n LiFeSi_{0,05}P_{0,95}O₄ = 0,095196 mol n LiFeSi_{0,15}P_{0,95}O₄ = 0,09528 mol n LiFeSi_{0,15}P_{0,85}O₄ = 0,0953708 mol ρ H₃PO₄ = 1,71 g/cm³
- Kebutuhan bahan baku/gas buang : Massa yang dibutuhkan = <u>koef. bahan yg dibutuhkan</u> <u>koef. LiFeSixP1 - x04</u> x n LiFeSixP1 - x04 x Mr bahan
- Kebutuhan bahan baku :

	LiOH.H ₂ O		H ₃ PO ₄		SiO ₂ .H ₂ O		Fe ₂ O ₃	
х	Hitung	Ukur	Hitung	Ukur (mL)	Hitung	Ukur	Hitung	Ukur
	(gram)	(gram)	(IIIL)	(IIIL)	(gram)	(gram)	(gram)	(gram)
0	3,9885	3,9885	6,41	6,4	0	0	7,5952	7,5976
0,05	3,9922	3,9923	6,09	6,1	0,3715	0,3715	7,5995	7,5995
0,1	3,9957	3,9968	5,77	5,8	0,7438	0,7441	7,6062	7,6062
0,15	3,9995	3,9995	5,46	5,5	1,1167	1,1169	7,6149	7,6144





1. Hasil Rietica sampel LiFePO₄/C



2. Hasil Rietica sampel LiFeSi_{0,05}P_{0,95}O₄/C



3. Hasil Rietica sampel LiFeSi_{0,1}P_{0,9}O₄/C



4. Hasil Rietica sampel LiFeSi_{0,15}P_{0,85}O₄/C

LAMPIRAN C Data Tabel XRD

1. Data tabel XRD sampel LiFe	2PO4
-------------------------------	------

	eksperimen		LiFe	PO ₄
2theta	d	I/Io	d	I/Io
17.0767	5.19248	18.36	5.2193	28.35
20.7202	4.28694	50.71	4.3087	53.43
22.6106	3.93262	20.03	3.9512	15.92
23.9985	3.70823	9.54	3.7223	7.11
25.4821	3.4956	84.52	3.5053	76.83
29.5858	3.01942	61.83	3.0226	64.37
32.1521	2.78404	36.98	2.7918	28.89
35.4749	2.53052	100	2.5344	100
36.4503	2.46501	31.87	2.4701	28.48
37.798	2.38016	19.34	2.3846	18.88
39.2418	2.29586	14.61	2.3003	15.7
39.7209	2.26926	18.18	2.2761	17.54
42.1882	2.14208	17.51	2.1462	16.41
44.3645	2.04193	7.7	2.048	6.75
49.1593	1.8534	14.26	1.8565	13.01
50.2127	1.81696	21.16	1.82	17.11
52.4175	1.74561	35.49	1.7473	44.38
54.9555	1.67085	11.67	1.6751	14.48
55.381	1.65902	22.43	1.6304	18.5
56.5624	1.62714	17.14	1.6304	20.99
58.1543	1.58633	19.97	1.5886	10.57
61.6055	1.50549	18.99	1.5037	16.06
72.1904	1.30861	7.88	1.3098	3.69
74.2449	1.2774	11.25	1.2775	3.06

eksperimen			LiFe	PO ₄	Li ₂ FeSiO ₄	
2theta d I/I		I/Io	d	I/Io	d	I/Io
17.12	5.177	21.02	5.2004	27.59		
20.669	4.2939	39.97	4.3075	51.99		
22.65	3.922	19.8	3.9443	15.49	3.8976	1.26
25.457	3.4961	81.45	3.5001	74.75		
29.662	3.0093	62.81	3.0261	62.63		
32.072	2.7885	43.72	2.7967	28.11		
35.454	2.5298	100	2.5388	100		
36.402	2.4661	42.58	2.4762	27.71	2.4614	8.7
37.76	2.38	23.45	2.3891	18.37	2.3778	5.82
39.63	2.273	45.22	2.2789	23.6		
42.117	2.1437	26.96	2.1537	15.97		
49.011	1.8571	8.46	1.8598	12.66		
52.321	1.7472	52.16	1.75	43.18	1.7491	0.96
54.83	1.6729	17.24	1.6812	14.09	1.679	0.15
55.27	1.6608	15.09	1.6665	18		
56.464	1.6284	20.32	1.6277	20.43	1.622	0.42
61.557	1.5053	33.57	1.5095	34.75	1.506	0.25
69.87	1.345	11	1.3487	0.38		

2. Data tabel XRD sampel LiFeSi_{0,1}P_{0,9}O₄

2. Data tabel XRD sampel $LiFeSi_{0,15}P_{0,85}O_4$

1				0,200 0	,		
eksperimen			LiFe	PO ₄	Li ₂ FeS	SiO ₄	
	2theta	d	I/Io	d	I/Io	d	I/Io
	17.1367	5.17446	19.17	5.0877	21.96		
	20.7509	4.28067	43.99	4.2568	39.75		
	22.6326	3.92885	12.97	3.9325	12.67	4.0725	6.97
	25.5603	3.48508	57.8	3.4387	73.31		

29.7098	3.00711	47.08	3.0069	56.26		
32.2302	2.77748	18.9	2.7663	17.63		
35.5592	2.52471	100	2.5136	100		
36.4727	2.46355	23.14	2.4912	18.93	2.4614	6.35
37.9032	2.3738	15.87	2.4111	16.14	2.3778	3.55
39.7953	2.26519	18.37	2.2747	20.32		
42.3403	2.13474	12.44	2.1072	14.44		
49.3699	1.84599	7.3	1.8464	9.73		
50.3385	1.81272	7.66	1.7966	9.19		
52.5671	1.741	17.87	1.739	29.83		
56.6411	1.62507	11.21	1.6315	11.23	1.622	3.87
57.1914	1.61073	10.59	1.6089	5.68		
62.0001	1.49685	16.46	1.4918	20.21		
62.768	1.48038	14.38	1.4905	3.91	1.4805	0.14

LAMPIRAN D Hasil Pengamatan SEM-EDX

1. Hasil Pengamatan Mapping SEM-EDX sampel LiFeSi_{0,1}P_{0,9}O₄/C







2. Hasil Pengamatan Mapping SEM-EDX sampel LiFeSi_{0,15}P_{0,85}O₄/C







54



1. Grafik Hubungan antara waktu, arus pengujian, dan tegangan pada hasil pengujian CD sampel LiFePO₄



2. Grafik Hubungan antara waktu, arus pengujian, dan tegangan pada hasil pengujian CD sampel LiFeSi_{0,05}P_{0,95}O₄


3. Grafik Hubungan antara waktu, arus pengujian, dan tegangan pada hasil pengujian CD sampel $LiFeSi_{0,1}P_{0,9}O_4$



4. Grafik Hubungan antara waktu, arus pengujian, dan tegangan pada hasil pengujian CD sampel LiFeSi_{0,15}P_{0,85}O_4



LAMPIRAN F Data ICSD

1. Data ICSD LiFePO₄ #-----#\$Date: 2016-02-14 16:26:36 +0200 (Sun, 14 Feb 2016) \$ #\$Revision: 176435 \$ #\$URL: svn://www.crystallography.net/cod/cif/2/10/09/2100916.cif \$ #_____ # # This file is available in the Crystallography Open Database (COD). # http://www.crystallography.net/. The original data for this entry # were provided by IUCr Journals, http://journals.iucr.org/. # # The file may be used within the scientific community so long as # proper attribution is given to the journal article from which the # data were obtained. # data 2100916 loop _publ_author_name 'Streltsov, V. A.' 'Belokoneva, E. L.' 'Tsirelson, V. G.' 'Hansen, N. K.' _publ_section_title Multipole analysis of the electron density in triphylite, LiFePO~4~. using X-ray diffraction data

_journal_issue 2 _journal_name_full 'Acta Crystallographica Section B' _journal_page_first 147 _journal_page_last 153 _journal_paper_doi 10.1107/S0108768192004701 _journal_volume 49 _journal_year 1993 chemical formula sum 'Fe Li O4 P' chemical formula weight 157.76 _symmetry_cell_setting orthorhombic _symmetry_space_group_name_Hall '-P 2ac 2n' _symmetry_space_group_name_H-M 'P n m a' cell angle alpha 90 _cell_angle_beta 90 cell angle gamma 90 _cell_formula_units Z 4 _cell_length_a 10.332(4)_cell_length_b 6.010(5)_cell_length_c 4.692(2)_cell_volume 291.40(10) diffrn radiation type Mo _diffrn_radiation_wavelength 0.71069 _exptl_absorpt_coefficient_mu 5.6 exptl crystal density diffrn 3.6 _exptl_crystal_F_000 608 _cod_data_source_file as0589.cif 'Fe1 Li1 O4 P1' _cod_original_formula_sum _cod_database_code 2100916 loop atom site label atom site fract x _atom_site_fract_y _atom_site_fract_z Li .0 .0 .0

```
Fe .28222(3) .25 .97472(6)
P .09486(5) .25 .41820(10)
O(1) .09678(15) .25 .7428(3)
O(2) .45710(14) .25 .2060(3)
O(3) .16558(10) .04646(16) .2848(2)
```

2. Data ICSD Li₂FeSiO₄

```
#-----
#$Date: 2016-02-16 03:10:39 +0200 (Tue, 16 Feb 2016) $
#$Revision: 176453 $
#$URL:
svn://www.crystallography.net/cod/cif/7/02/18/7021867.cif $
#_____
#
# This file is available in the Crystallography Open Database
(COD),
# http://www.crystallography.net/
#
# All data on this site have been placed in the public domain by
the
# contributors.
#
data_7021867
loop_
publ author name
'Yabuuchi, Naoaki'
'Yamakawa, Yuto'
'Yoshii, Kazuhiro'
'Komaba, Shinichi'
_publ_section_title
```

Low-temperature phase of Li2FeSiO4: crystal structure and a preliminary

study of electrochemical behavior.

journal issue 9 _journal_name_full 'Dalton transactions (Cambridge, England : 2003)' _journal_page_first 1846 _journal_page_last 1848 _journal_paper_doi 10.1039/c0dt01523g _journal_volume 40 _journal_year 2011 chemical formula sum 'Fe Li2 O4 Si' _space_group_IT_number 31 symmetry Int Tables number 31 _symmetry_space_group_name_Hall 'P 2ac -2' _symmetry_space_group_name_H-M 'P m n 21' _cell_angle_alpha 90 _cell_angle_beta 90 _cell_angle_gamma 90 cell formula units Z 2 _cell_length_a 6.27758 _cell_length_b 5.35136 cell length c 4.97208 _cell_volume 167.030 _pd_phase_name LT-Li2FeSiO4 _cod_data_source_file c0dt01523g.txt _cod_data_source_block VESTA_phase_1 cod depositor comments 'Adding full bibliography for 7021867.cif.' cod original formula sum 'Li2 Fe Si O4' _cod_database_code 7021867 loop_ _symmetry_equiv_pos_as_xyz

'x, y, z' '-x+1/2, -y, z+1/2' 'x+1/2, -y, z+1/2' '-x, y, z' loop_ _atom_site_label _atom_site_occupancy _atom_site_fract_x _atom_site_fract_y _atom_site_fract_z _atom_site_thermal_displace_type _atom_site_B_iso_or_equiv _atom_site_type_symbol Li 1.0 0.24615 0.33081 0.00692 Biso 1.000 Li Fe 1.0 0.50000 0.82806 -0.00199 Biso 0.300 Fe Si 1.0 0 0.83175 0.00943 Biso 0.600 Si O1 1.0 0.21837 0.68523 0.89528 Biso 0.700 O O2 1.0 0 0.12537 0.92156 Biso 0.700 O O3 1.0 0.50000 0.17326 0.84733 Biso 0.700 O

" halaman ini sengaja dikosongkan "

BIODATA PENULIS



Nindita Kirana lahir di Jakarta. 30 Desember 1995. Penulis telah menempuh pendidikan formal di MI Pembangunan UIN Jakarta, SMPN 11 Jakarta dan SMAN 70 Jakarta. Penulis melanjutkan pendidikan di Fisika ITS pada tahun 2014 terdaftar sebagai mahasiswa NRP dengan 01111440000105. Selama meniadi mahasiswa, penulis aktif melakukan kegiatan pelatihan seperti LKMM Pra

TD FMIPA ITS 2015, LKMM TD Himasika ITS 2015, dan Lithium Battery Workshop oleh ASEAN COST-SCMST tahun 2017. Dalam bidang non akademik penulis juga aktif mengikuti organisasi baik di lingkup institut maupun luar institut, diantaranya Staff Magang Kementrian Perekonomian BEM ITS Kolaborasi 2014/2015, Staff Departemen PSDA UKM ITS Astronomy Club 2015/2016, Staff Departemen Event INDOCOR ITS Student Chapter 2015/2016, dan Anggota KOMMUN Regional Surabaya. Selain itu, dalam bidang akademik penulis aktif menjadi asisten dosen Fisika Dasar 1 dan 2, asisten laboratorium Fisika Dasar 1 dan 2, asisten laboratorium Fisika Bahan, pengajar privat fisika dasar 1 dan 2 di LBB FMIPA ITS dan Sang Juara School Surabaya.

- Email : <u>ninditakrn30@gmail.com</u>
- Hp : 082234893911

" halaman ini sengaja dikosongkan "