



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI LiFePO_4/C DARI
PASIR BESI ALAM DENGAN VARIASI COATING
CARBON**

**Hendy Setiawan
NRP 01111340000109**

**Dosen Pembimbing
Dr. Mochamad Zainuri M.Si**

**DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI LiFePO_4/C DARI PASIR
BESI ALAM DENGAN VARIASI *COATING CARBON***

Hendy Setiawan
NRP 01111340000109

Dosen Pembimbing
Dr. Mochamad Zainuri M.Si

DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



FINAL PROJECT - SF 141501

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF
LiFePO₄/C FROM NATURAL IRON SAND WITH
CARBON COATING VARIATION**

**Hendy Setiawan
NRP 01111340000109**

**Advisors
Dr. Mochamad Zainuri M.Sc**

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

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

SINTESIS DAN KARAKTERISASI LiFePO_4/C DARI PASIR BESI ALAM DENGAN VARIASI COATING CARBON

TUGAS AKHIR

Disusun untuk memenuhi syarat kelulusan mata kuliah Tugas
Akhir Program Strata 1
Departemen Fisika,
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

HENDY SETIAWAN
NRP. 01111340000109

Disetujui oleh pembimbing Tugas Akhir

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

(.....)



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

SINTESIS DAN KARAKTERISASI LiFePO_4/C DARI PASIR BESI ALAM DENGAN VARIASI *COATING CARBON*

Kj Penulis : Hendy Setiawan
NRP : 01111340000109
Departemen : Fisika FIA ITS
Dosen Pembimbing : Dr. Mochamad Zainuri M.Si

Abstrak

Penelitian berjudul “Sintesis Dan Karakterisasi LiFePO_4/C Dari Pasir Besi Alam Dengan Variasi Coating Carbon” telah dilakukan dengan memanfaatkan pasir besi dari Pulau Laut Kalimantan Selatan sebagai bahan utama pembuatan katoda baterai. Penelitian ini menggunakan metode Solid State. Variasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah karbon dari glukosa dengan perbandingan berat 4%wt, 6%wt, 8%wt, 10%wt dan 12%wt dari berat LiFePO_4 . Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan XRD, PSA, SEM dan pengujian konduktivitas bahan. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa terbentuk fasa LiFePO_4 dengan pengotor LiFeP_2O_7 , Fe_2O_3 dan Li_3PO_4 . Hasil Uji Konduktivitas menunjukkan bahwa kenaikan massa karbon berpengaruh langsung terhadap kenaikan nilai konduktivitas bahan. Dengan nilai konduktivitas LiFePO_4/C paling optimal pada penambahan karbon seberat 6%wt dengan nilai konduktivitas $7.3891 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$.

Kata kunci : coating, fasa, katoda, konduktivitas, LiFePO_4

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF LiFePO_4/C FROM NATURAL IRON SAND WITH CARBON COATING VARIATION

Name : Hendy Setiawan
NRP : 01111340000109
Departement : Fisika FIA ITS
Supervisor : Dr. Mochamad Zainuri M.Si

Abstract

The research entitled with "Synthesis and Characterization of LiFePO_4/C From Natural Iron Sand With Variation of Carbon Coating" has been done using Iron Sand from Pulau Laut of South Kalimantan as the main material of the making of battery cathode. This research uses Solid State method. The variations used in this study were carbon from glucose mixed with weight ratio of 4%wt, 6%wt, 8%wt, 10%wt and 12%wt from the weight of LiFePO_4 . Characterization was performed using XRD, PSA, SEM and conductivity testing. XRD analysis results show that Olivin phase (LiFePO_4) formed with LiFeP_2O_7 , Fe_2O_3 and Li_3PO_4 as impurities. Conductivity Test results show that the results indicate the increase of carbon mass has a direct effect on the increase of material conductivity value. The optimum LiFePO_4/C conductivity value found at 6%wt of LiFePO_4 , with conductivity value $7.3891 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$.

Keywords : *coating, phase, katoda, conductivity, LiFePO_4*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

KATA PENGANTAR

Puji syukur Penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir di jurusan Fisika FIA ITS dengan judul:

“Sintesis Dan Karakterisasi LiFePO_4/C Dari Pasir Besi Alam Dengan Variasi Coating Carbon”

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

1. Kedua orang tua yang telah membimbing dan membesarkan serta menyekolahkan saya hingga ke jenjang ini sehingga saya bisa menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Bapak Dr. Mochamad Zainuri M.Si selaku dosen pembimbing yang atas segala dukungan, bimbingan, dan wawasan yang telah diberikan, sehingga Penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
3. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng selaku Ketua Jurusan dan segenap staf Jurusan Fisika FMIPA ITS yang telah memberikan kemudahan sarana selama kuliah sampai terselesainya Tugas Akhir ini.
4. Teman dan kerabat di Surabaya yang telah meberikan dukungan penuh untuk penulis menyelesaikan Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari bahwa dalam proses penyusunan laporan ini terdapat kesalahan. Oleh sebab itu penulis meminta kritik dan saran pembaca yang dapat membantu untuk menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya, Januari 2018
Penulis

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
COVER.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
ABSTRAK.....	vii
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xvii
DAFTAR TABEL.....	xix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
1.6 Sistematika Penulisan.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Batre Lithium.....	5
2.2 Besi Magnetik (Fe_3O_4).....	5
2.3 Partikel LiFePO_4	6
2.4 Solid State Sintesis.....	7

2.5	Metode Sol Gel.....	7
2.6	Difraksi Sinar-X (XRD).....	8
2.7	Scanning Electron Microscopy (SEM).....	9
2.8	Particel Size Analyzer (PSA).....	10
2.9	Fluke PM6306.....	11
BAB III METODOLOGI.....		13
3.1	Alat Dan Bahan.....	13
3.1.1	Alat.....	13
3.1.2	Bahan.....	13
3.2	Langkah Kerja.....	13
3.2.1	Preparasi Awal.....	13
3.2.2	Sintesis Dan Karakterisasi Fe ₃ O ₄	13
3.2.2.1	Fasa Pencampuran Bahan.....	14
3.2.2.2	Kalsinasi Dan Pencampuran Variasi Karbon.....	14
3.2.2.3	Proses Sintering.....	14
3.2.2.4	X-ray Diffraction (XRD).....	14
3.2.2.5	Uji Konduktivitas.....	14
3.2.2.6	Uji SEM.....	15
3.3	Metode Analisis.....	15
3.3.1	Identifikasi Fasa.....	15
3.3.2	Analisis Konduktivitas Bahan.....	15
3.4	Diagram Alir Penelitian.....	15
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN.....		19

4.1 Analisis Preparasi Sampel.....	19
4.2. Analisis Struktur Komposit LiFePO_4/C	20
4.3 Analisis Konduktivitas LiFePO_4/C	24
4.4 Karakteristik Mikrostruktur.....	27
4.5. Pembahasan.....	31
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	35
5.1 Kesimpulan.....	35
5.2 Saran.....	35
DAFTAR PUSTAKA	37

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Lithium Ferro Phosphate (LiFePO_4).....	6
Gambar 2.2 Alat Scanning Electron Microscopy (SEM).....	10
Gambar 2.3 Alat Particel Size Analyzer.....	11
Gambar 2.4 Fluke PM6306.....	12
Gambar 3.1 Diagram Alir Pembentukan Fe_3O_4	16
Gambar 3.2 Proses Pembentukan LiFePO_4/C	17
Gambar 4.1 Hasil Analisis Fe_3O_4 Menggunakan Match!.....	19
Gambar 4.2 Pola difraksi $\text{LiFePO}_4/\text{N}\%\text{C}$	21
Grafik 1. Besar Konduktivitas LiFePO_4/C	25
Gambar 4.3 Gambar SEM LiFePO_4/C 6% dan 12%	28
Gambar 4.4 SEM LiFePO_4/C 6% dan 12%.....	29
Gambar 4.5. Hasil SEM LiFePO_4 tanpa tambahan Karbon..	29
Gambar 4.6 Hasil EDX LiFePO_4/C 6%.....	30

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Persentase LiFePO_4 dalam bahan.....	23
Tabel 4.2 Nilai Konduktivitas Variasi Karbon LiFePO_4	24
Tabel 4.3 Rerata Diameter Partikel LiFePO_4/C	27

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kemajuan teknologi terutama pada bidang elektronik yang kian pesat saat ini selain berimbas pada peningkatan kesejahteraan juga berdampak pada timbulnya pencemaran lingkungan. Teknologi elektronik yang biasa kita gunakan sehari-hari banyak umum menggunakan bahan sintetik dan bahan *non-recycleable* yang merusak lingkungan yang telah banyak berkontribusi pada hujan asam dan perubahan iklim di berbagai pelosok bumi. Oleh sebab itu, dibutuhkan alternatif lain untuk menanggulangi permasalahan ini.

Indonesia adalah negara yang kaya akan sumber daya alam, dan besi adalah material yang sangat mudah di temukan di Indonesia. Oleh sebab itu sangat baik apabila kita bisa memanfaatkan sumberdaya alam yang ada di Indonesia tersebut. Pemanfaatan pasir besi (Fe_3O_4) di dalam dunia Industri Indonesia sudah berkembang dengan sangat luas. Pasir besi dimanfaatkan sebagai bahan utama baja, kerangka bangunan hingga peralatan rumahan. Yang terbaru adalah pemanfaatan Fe_3O_4 sebagai bahan dasar pembuatan *Olivine* untuk pembuatan katoda baterai. Selain itu, Fe_3O_4 juga dapat diproses lebih lanjut menjadi hematit Fe_2O_3 dalam orde nano untuk bahan dasar teknologi RAM.

Penelitian untuk memperoleh Fe_3O_4 dalam orde nano dapat dilakukan dengan *solid-state* maupun metode sol-gel. Pada metode milling (*Solid-state*), Fe_3O_4 yang telah dihaluskan kemudian di milling dengan campuran alkohol untuk memperoleh orde nanonya. Sementara untuk metode sol-gel, pasir besi disintesis dengan menggunakan HCL da disintesis lebih lanjut menggunakan NH_4OH yang dilanjut dengan sintering pada suhu dan waktu tertentu.

Olivine (LiFePO_4) sendiri, adalah komposit bahan katoda baterai yang dapat dibuat dengan cara *sol-gel* maupun *solid state*

dan memiliki tingkat penyimpanan cukup tinggi serta mampu menyuplai listrik dengan voltase mencukupi untuk berbagai keperluan sehari-hari. Baterai dapat menjadi sumber tenaga alternatif yang bagus karena sumber energinya dapat dialihkan ke panel surya dan PLTN yang lebih ramah lingkungan. Pada penelitian yang menggunakan metode *solid state*, *Olivine* diperoleh dengan mencampur perkursor dalam mortar kemudian perkursor di milling dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 700°C selama 10 jam. (Mauliana, 2015). Keuntungan dari metode ini adalah mudahnya untuk dilakukan produksi massal dan mengurangi limbah yang ditimbulkan apabila dibandingkan dengan metode *sol-gel*. Pada metode *sol-gel*, pasir besi (Fe_3O_4) disintesis menggunakan HCl kemudian diasaring, dan dilanjutkan dengan pencampuran bahan dengan pelarut NH_4OH pada pH 7. Perkursor kemudian di milling dan dilanjutkan dengan sintering pada suhu 750°C selama 10 jam. Keuntungan dari penelitian ini, adalah mampu menghasilkan fasa tunggal *olivine*.

Menimbang bahwa metode *solid state* lebih ramah lingkungan, maka dalam peneliti melakukan penelitian ini dengan cara *solid state* sintesis. Pada penelitian ini, pasir besi diperoleh dari batu besi alam yang dihaluskan dan di ayak dengan mess 170, kemudian dibersihkan dengan ultrasonic cleaner. Bahan besi magnetik kemudian dicampur dengan LiCO_3 dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dalam mortar dan dimilling, dilanjutkan dengan kalsinasi, penambahan variasi coating carbon dan sintering.

1.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah dari tugas akhir ini adalah :

1. Bagaimana fasa yang terbentuk dari hasil pemurnian pasir besi magnetik (Fe_3O_4) ?
2. Bagaimana pengaruh variasi coating terhadap besar konduktivitas katoda baterai ?
3. Bagaimana komposisi fasa kristal *Olivine* yang terbentuk dari hasil variasi *coating* yang diberikan ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian tugas akhir ini adalah :

1. Untuk mengetahui komposisi sampel yang terbentuk dari proses pembentukan LiFePO_4 dengan *carbon coating* yang diberikan.
2. Untuk mengetahui besar peningkatan konduktivitas elektronik *Olivine* terhadap variasi *carbon coating* yang diberikan.
3. Untuk mengetahui pengaruh variasi *carbon coating* terhadap struktur morfologi *Olivine* yang terbentuk.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam Tugas Akhir ini antara lain :

1. Bahan dasar adalah pasir besi alam yang diproses dari batu besi.
2. Metode sintesis yang digunakan menggunakan metode *solid state* sintesis.
3. Variasi karbon coating yang diberikan adalah 4%wt, 6%wt, 8%wt, 10%wt, dan 12%wt.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian Tugas Akhir ini diharapkan dapat bermanfaat bagi berbagai pihak terutama di bidang energi, sehingga didapatkan manfaat dari penelitian ini untuk memberikan informasi mengenai fasa yang terdapat pada *Olivine* hasil bentukan dari pasir besi alam beserta gugus fungsi serta struktur morfologinya. Sehingga kedepannya dapat dilakukan penelitian mengenai cara memproduksi katoda LiFePO_4 dari pasir besi alam dengan lebih baik dan efisien.

1.6 Sistematika Penulisan

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

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Batre Lithium

Batre litium ion umum digunakan sebagai sumber energi untuk perangkat elektronik berjalan seperti hand phone, notebook dan kamera digital. Jenis baterai ini menawarkan kemampuan untuk menyimpan energi cukup tinggi, fleksibel, dan ringan dengan masa pakai yang lama. Baterai litium dalam ukuran besar saat ini juga menjadi sumber energi utama kendaraan elektrik. Baterai litium ion selain kemampuannya untuk menyimpan energi paling tinggi diantara jenis baterai lainnya, juga memiliki performa yang jauh lebih unggul dibandingkan dengan baterai berbahan timbal, nikel-kadmium maupun nikel metal hidrida. Performa elektrokimia dari baterai lithium ini ditentukan dari sifat material katoda, anoda dan alektrolit (Yueping, 2003)

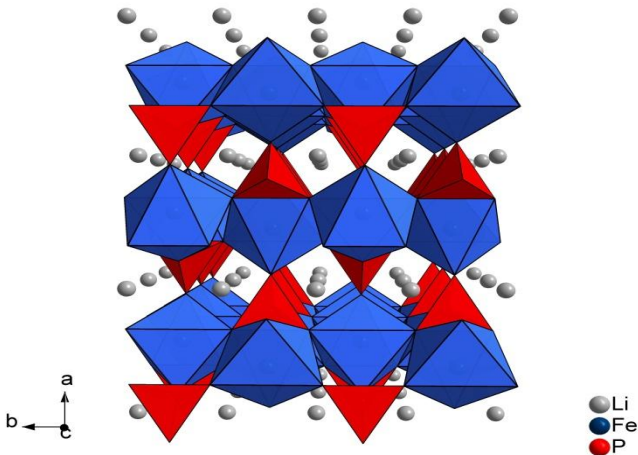
Dalam kondisi charge dan discharge, baterai lithium bekerja berdasarkan fenomena interkalasi dimana ion lithium melakukan perpindahan dari katoda melewati elektrolit ke anoda dan sebaliknya, tanpa terjadi perubahan struktur kristal dari bahan katoda dan anoda (Rahul, 2009).

2.2 Besi Magnetik (Fe_3O_4)

Bijih besi magnetik adalah mineral alam yang mudah dijumpai dan kaya akan oksida besi. Bijih besi umumnya berwarna abu-abu gelap sedang untuk bijih besi yang berkarat berwarna merah dengan densitas bahan lebih ringan. Bijih besi magnetit (Fe_3O_4) dan hematit (Fe_2O_3) adalah jenis yang paling umum digunakan untuk membuat besi secara komersial. Untuk bijih besi magnetik(Fe_3O_4) sendiri, struktur nanopartikelnya merupakan salah satu jenis material magnetik yang cukup menjanjikan sebagai bahan Olivine karena memiliki nilai saturasi magnetisasi (M_s) yang tinggi, medan koersifitas (H_c) rendah, dan sifat superparamagnetik (Dominko, 2005).

2.3 Partikel LiFePO₄

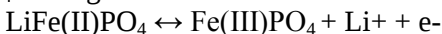
LiFePO₄ merupakan material katoda yang sangat potensial untuk baterai litium ion karena sifatnya yang ramah lingkungan dengan kestabilan tinggi, dan harganya yang murah. LiFePO₄ atau yang lebih dikenal dengan *Olivine* telah lama digunakan sebagai bahan katoda karena kelebihanannya dibandingkan dengan bahan yang biasa digunakan, terutama pada ketersediaan bahan baku, keberlanjutan tingkat produksi dan biaya produksi yang rendah. Selain itu, *Olivine* juga memiliki kapasitas penyimpanan cukup tinggi, yakni sekitar 170 mAh/g yang mana menjadi nilai lebih dari bahan ini dibanding bahan katoda lain (Hamid, 2012).



Gambar 2.1 Struktur Lithium Ferro Phosphate (LiFePO₄)

Olivine atau Lithium Iron Phosphate dengan rumus kimia LiFePO₄ memiliki struktur elektron valensi Li +1, Fe +2 dan PO₄ -3, dengan struktur kristal kompleks. Pada *Olivine*, atom Fe berada di tengah dikelilingi enam atom oksigen membentuk oktahedron FeO₆ yang membentuk kerangka zigzag dengan tetrahedral PO₄, dimana fosfor dengan empat atom oksigen

membentuk tetrahedron dengan fosfor sebagai pusatnya. Ion lithium terletak dalam struktur zigzag oktahedral. Dalam *crystallografi*, struktur ini termasuk dalam space group Pmnb dari sistem kristal Orthorhombic. Dimana peran fosfat dalam struktur ini adalah untuk menstabilkan keseluruhan kerangka dan memberikan stabilitas thermal serta *cycling* yang baik. Pada struktur *Olivine*, ion lithium dari LiFePO_4 bergerak dalam volume bebas satu dimensi kisi per kisi, dimana selama proses charge dan discharge, ion lithium masuk dan keluar di dalam struktur LiFePO_4 sedangkan ion Fe direduksi.



Proses ini reversible. (Zhang, 2012).

2.4 Solid State Sintesis

Sintesis fasa padat adalah teknik yang digunakan untuk memproduksi struktur kimia dengan reaksi tanpa menggunakan pelarut dengan bahan dalam fasa padatnya dan umum dilakukan pada kondisi yang ekstrim, seperti suhu atau tekanan tinggi. Metode ini umum digunakan untuk produksi misal karena lebih mudah, tanpa limbah dan struktur yang terbentuk berkelanjutan.

Pada proses pembuatan *Olivine* ini, proses sintesis *solid state* diawali dengan persiapan bahan yang dihaluskan, kemudian bahan-bahan dicampur menggunakan ball mill. (Hamid, 2012). Bahan yang dicampur adalah Fe_3O_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, dan Li_2CO_3 dengan glukosa yang digunakan sebagai sumber karbon. Bahan kemudian dikalsinasi pada suhu 400°C , kemudian dikeringkan, dilakukan penambahan variasi karbon dan milling tahap dua serta terakhir perkusor dikalsinasi selama 10 jam pada suhu 700°C dengan dialiri gas mulia. Hasil kalsinasi perkusor, akan menghasilkan LiFePO_4 .

2.5 Metode Sol Gel

Selain pembuatan dengan fasa padatan, LiFePO_4 juga dapat dibuat dengan metode sol-gel. Sintesis LiFePO_4 dengan metode

sol-gel dapat dilakukan dengan mencampur 0,01 mol Li_3PO_4 dengan 0,02 mol H_3PO_4 dan dilarutkan dalam 200 mL aquades dengan pengadukan yang dilakukan pada suhu 70°C selama 1 jam secara terpisah. Sedangkan untuk larutan kedua, dibuat dengan 0,03 mol besi (III) sitrat yang dilarutkan dalam 300 mL aquades dengan pengadukan pada suhu 60°C selama 1 jam. Kedua larutan kemudian dicampur dan dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam. Proses penggrindingan dilakukan sampai halus yang dilanjutkan dengan reduksi sebesar 5% dengan H_2 pada suhu $500\text{--}700^\circ\text{C}$ selama 15 menit hingga 72 jam. LiFePO_4/C yang terbentuk terdiri dari partikel berukuran mikrometer dengan pori yang terdistribusi luas. Dinding-dinding pori ini ditutupi dengan lapisan karbon yang berfungsi sebagai konduktor elektron dengan ketebalan lapisan tipis sebesar 2-3 nm. Lapisan ini dibuat sangat tipis supaya penetrasi ion Li pada LiFePO_4 dapat terjadi (Dominko, 2005).

Sementara berdasarkan metode Choi (2007), asam laurat digunakan sebagai surfaktan dengan $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Li}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan P_2O_5 digunakan sebagai bahan awal. Setiap prekursor dilarutkan secara terpisah dengan etanol dalam stoikiometri yang telah dihitung. Untuk atom Fe dan P larutan diaduk dalam pelarut etanol selama 3 jam.

Penambahan Li dilakukan setelah pengadukan 3 jam. Pengadukan larutan dilakukan lebih lanjut hingga 3 jam, dan asam laurat ditambahkan. Setelah 4 jam pengadukan, dan etanol telah sepenuhnya menguap, reaksi dianggap selesai. LiFePO_4 yang disintesis dengan surfaktan asam laurat dengan proses sol-gel ini mampu memberikan kapasitas spesifik 125 dan 157 mAh g⁻¹.

2.6 Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi sinar-X adalah metode yang digunakan untuk menganalisis padatan dengan tujuan untuk mengetahui jenis susunan atom-atom dalam suatu kristal. Difraksi sinar-X ini dapat terjadi akibat adanya hamburan atom-atom dari sampel

padatan akibat berkas sinar-X yang menumbuk inti ataupun terjadinya interferensi gelombang-gelombang yang dihamburkan oleh atom-atom tersebut (Pratapa, 2004). Berkas sinar-X memiliki panjang gelombang beberapa angstrom akan dihamburkan jika dikenakan pada sebuah kristal zat padat. Hamburan ini akan terbagi ke dalam beberapa arah yang mana akan saling memperkuat, saling meniadakan maupun berinterferensi secara konstruktif antara satu gelombang dengan gelombang lainnya. Pola-pola yang terbentuk dari difraksi sinar-X digunakan untuk mengetahui struktur material dengan mengukur besarnya intensitas yang dipancarkan pada puncak-puncak pola. Sementara perubahan lebar puncak atau posisi difraksi yang terbentuk dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal, kemurnian dan susunan kristal pada sampel padatan. (Latif, 2014).

2.7 Scanning Electron Microscopy (SEM)

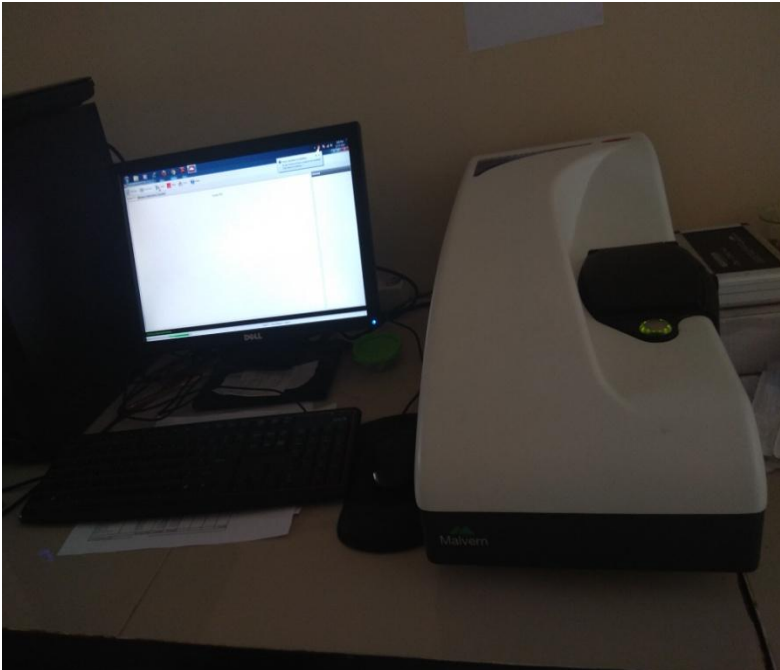
SEM adalah mikroskop resolusi tinggi yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda. Penggunaan elektron digunakan karena rentang panjang gelombangnya mampu mencapai jangkauan yang lebih kecil dibanding sinar tampak yang berada pada kisaran 400-720nm. Analisis SEM umum digunakan untuk mengetahui struktur morfologi bahan. Pada alat SEM, gelombang elektron dihasilkan dari filamen yang dipanaskan (*electron-gun*). Cara kerja SEM sendiri memanfaatkan gelombang elektron dari *electron-gun* yang dipancarkan dan difokuskan dengan menggunakan lensa kondensor sedang bayangan diperbesar dengan menggunakan lensa objektif. *Scanning coil* digunakan sebagai sarana untuk menyediakan medan magnetik pada berkas elektron. Berkas elektron yang mengenai cuplikan pada ruang vakum menghasilkan elektron sekunder yang dikumpulkan oleh detektor *backscatter*. Visualisasi gambar kemudian ditampilkan pada permukaan *Cathode Ray Tube* (CRT). (Kroschwitz, 1990).



Gambar 2.2 Alat Scanning Electron Microscopy (SEM)

2.8 Particel Size Analyzer (PSA)

PSA adalah alat yang digunakan untuk menganalisis distribusi ukuran partikel dalam sampel baik dalam bentuk padat ataupun cair. Pada PSA jenis cair, prinsip kerja yang digunakan adalah memanfaatkan hamburan cahaya dinamis atau Dynamic Light Scattering (DLS) untuk mengukur ukuran dan distribusi partikel yang terdispersi dalam sebuah volum larutan dengan rentang konsentrasi tertentu (Ananda, 2017).



Gambar 2.3 Alat Particel Size Analyzer

2.9 Fluke PM6306

Fluke PM6306 adalah alat yang digunakan untuk menguji besar ketahanan (R), Induktansi (L), dan kapasitansi (C) pada suatu benda pada frekuensi yang ditentukan. Alat ini secara akurat mengukur besarnya RLC pada perangkat elektronik, dengan cara benda dikenakan sumber tegangan arus bolak (AC), dimana Fluke PM6306 akan mengukur besarnya arus dan voltase yang melewati perangkat yang sedang diuji.



Gambar 2.4 Fluke PM6306

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat Dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah mess, mortar, *crucible*, *alumunium foil*, gelas beker, neraca digital, spatula, *milling* dan *furnace*.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah pasir besi, Ball mill, aquades, alkohol, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dan LiCO_3 .

3.2 Langkah Kerja

Langkah kerja dalam penelitian ini meliputi penggerusan sampel kemudian di mess dan diersihkan dengan *magnetic stirrer*. Proses dilanjut dengan pembuatan perkusor LFP, penambahan karbon, dan sintering. Sampel kemudian di karakterisasi menggunakan XRD, PSA, SEM dan Uji Konduktivitas.

3.2.1 Preparasi Awal

Batu besi dihaluskan dengan cara ditumbuk kemudian dimagnet untuk mendapatkan pasir yang mengandung besi (Fe_3O_4). Kemudian di saring dengan mess 170 untuk mendapatkan besi dengan ukuran bulir sebesar 88 mm.

3.2.2 Sintesis Dan Karakterisasi Fe_3O_4

Pasir besi yang telah di mesh kemudian di bersihkan dengan Ultrasonic cleaner. Dengan tahap awal sampel pasir ditimbang beratnya, kemudian dilakukan pembersihan menggunakan air, dilanjut dengan aquades, dan terakhir menggunakan alkohol untuk mengurangi pengotor yang ada dalam sampel. Pasir hasil yang telah dibersihkan kemudian di test menggunakan XRD untuk mengetahui kandungan yang terdapt di dalamnya.

3.2.2.1 Fasa Pencampuran Bahan

Pasir besi yang telah di bersihkan kemudian di campur dengan LiCO_3 dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dengan mortar dan diaduk berlawanan arah jarum jam hingga bubuk tercampur merata. Bahan kemudian di milling dengan perbandingan 1;3;5 antara Sampel ; Ball Mill ; alcohol selama 6 jam.

3.2.2.2 Kalsinasi Dan Pencampuran Variasi Karbon

Perkusor yang telah selesai di milling kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C selama 4 jam. Kemudian di kalsinasi dengan suhu 400°C selama 10 jam. Perkusor yang telah selesai di kalsinasi kemudian dikeringkan kembali dengan oven bersuhu 110°C selama 15 menit dan dilanjutkan dengan pelapisan karbon dengan cara mencampur bahan dengan mortar kemudian bahan di milling selama 3 jam.

3.2.2.3 Proses Sintering

Olivine (LiFePO_4) hasil milling kedua kemudian di sintering pada suhu 750°C selama 8 jam untu memperoleh sampel olivine (LiFePO_4/C).

3.2.2.4 X-ray Diffraction (XRD)

Pengujian XRD ini bertujuan untuk mengetahui fase yang terbentuk dari sampel yang telah dibentuk. XRD memanfaatkan hamburan atom-atom dari sampel padatan akibat berkas sinar-X yang ditembakkan menumbuk inti. Dari hamburan I dapat dianalisa fasa-fasa apa saja yang terbentuk.

3.2.2.5 Uji Konduktivitas

Pengujian Konduktivitas dilakukan bertujuan untuk mengetahui konduktivitas dari suatu bahan. Metode yang digunakan adalah Fluke PM6306 dimana alat akan menghitung besar arus dan tegangan pada sampel yang diuji.

3.2.2.6 Uji SEM

Pengujian menggunakan Scanning Electron Microscopy digunakan untuk mengetahui bentuk morfologi dari lapisan tipis karbon yang terbentuk dan bentuk dari LiFePO_4 itu sendiri.

3.3 Metode Analisis

Pada penelitian ini dilakukan analisa kualitatif berupa pengidentifikasian fasa yang terkandung dalam pasir besi alam dan Olivin serta analisis nilai konduktivitas bahan.

3.3.1 Identifikasi Fasa

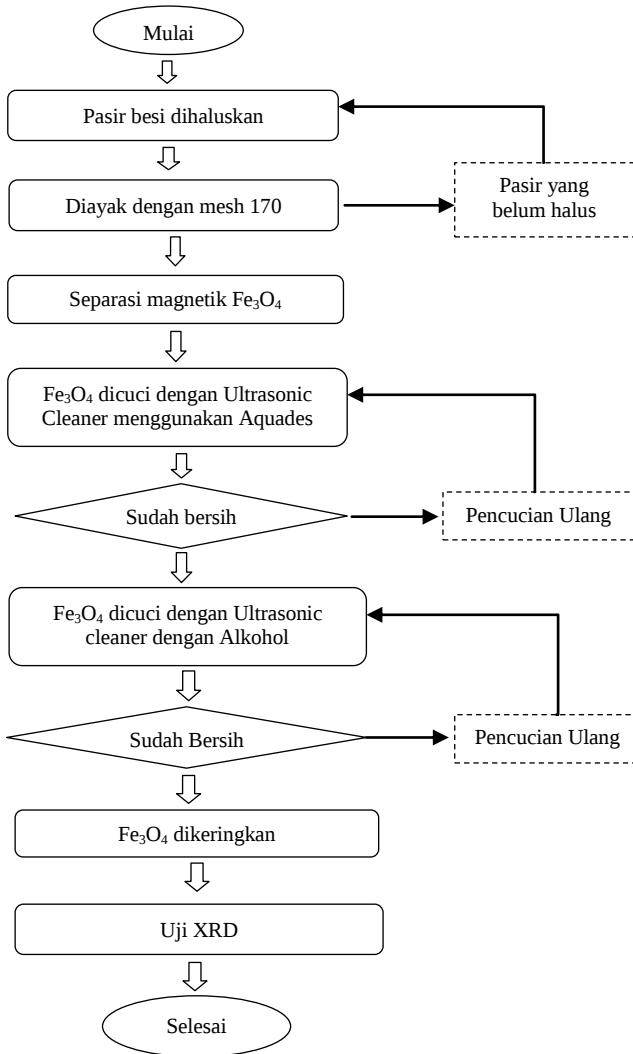
Analisis kualitatif bertujuan untuk mengetahui fasa apa saja yang terdapat pada bahan yang diujikan. Data hasil XRD yang berupa grafik pola difraksi nantinya akan dilakukan analisis dengan mencocokkan pola difraksi dari penelitian-penelitian yang telah dilakukan sebelumnya.

3.3.2 Analisis Konduktivitas Bahan

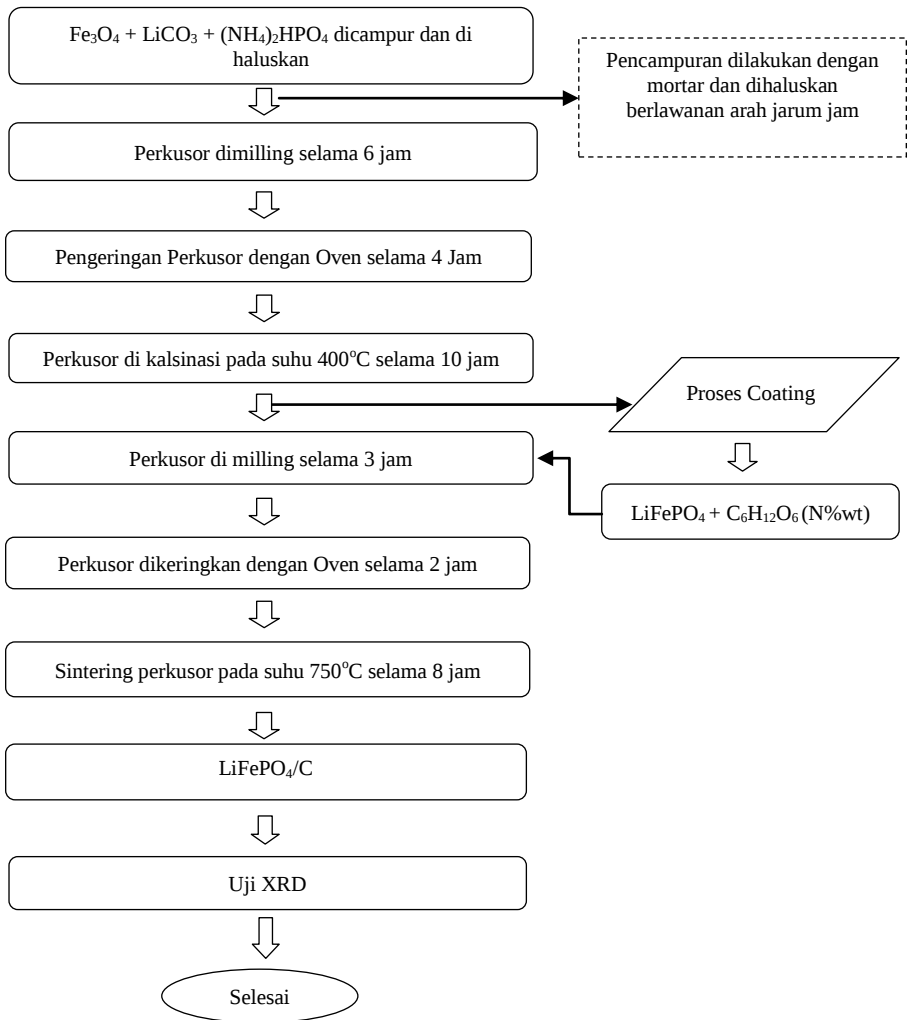
Analisis konduktivitas yang dilakukan penulis dalam pengujian ini adalah metode Fluke PM6306. Dari pengujian ini akan didapat nilai konduktivitas suatu bahan.

3.4 Diagram Alir Penelitian

Dalam bertujuan untuk memberikan ilustrasi langkah-langkah penelitian yang dilakukan penulis yang disajikan dalam bentuk diagram alir. Bentuk diagram alir untuk penelitian ini adalah sebagai berikut :



Gambar 3.1 Diagram Alir Pembentukan Fe_3O_4

Gambar 3.2 Proses Kalsinasi, Coating Dan Sintering LiFePO_4/C

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

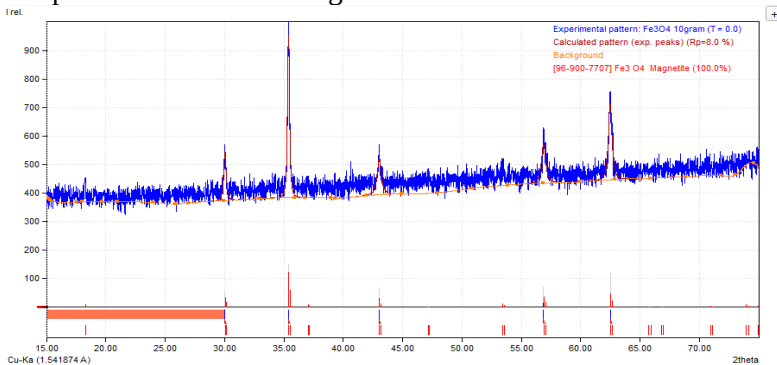
BAB IV

ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Preparasi Sampel

Penelitian ini menggunakan bahan dasar batu besi dari Tanah Laut Kalimantan Selatan yang digunakan sebagai bahan baku utama pembuatan LiFePO_4 . Berdasarkan hasil analisis match, didapatkan single phase Fe_3O_4 yang diperoleh dengan proses penumbukan, messs dan pembersihan menggunakan *magnetic stirrer*. Dari hasil ini, diketahui bahwa batuan mangentit yang bersalah dari Tanah Laut Kalimantan Selatan cocok untuk dijadikan sebagai bahan baku utama pembuatan katoda baterai berbahan lithium ferrum phosphate (LiFePO_4) dikarenakan tingkat kemurnian bahan tinggi.

Pada tahap awal, pembuatan perkusor Magnetit ini. Pelakuan ayakan dengan mess 170 setelah penumbukan batu dilakukan dengan tujuan untuk membuat ukuran butir seragam dibawah 88 mikro meter. Sementara perlakuan pembersian menggunakan magnetic stirrer digunakan untuk membersihkan bahan dari impuritas. Pada penelitian ini, dilakukan pembersihan menggunakan *magnetic stirrer* sebanyak 3x1 jam dalam sehari yang dilakukan selama 3 minggu untuk memperoleh kemurnian bahan yang sangat tinggi. Yang mana dari hasil pemurnian in didapatkan Hasil XRD sebagai berikut :

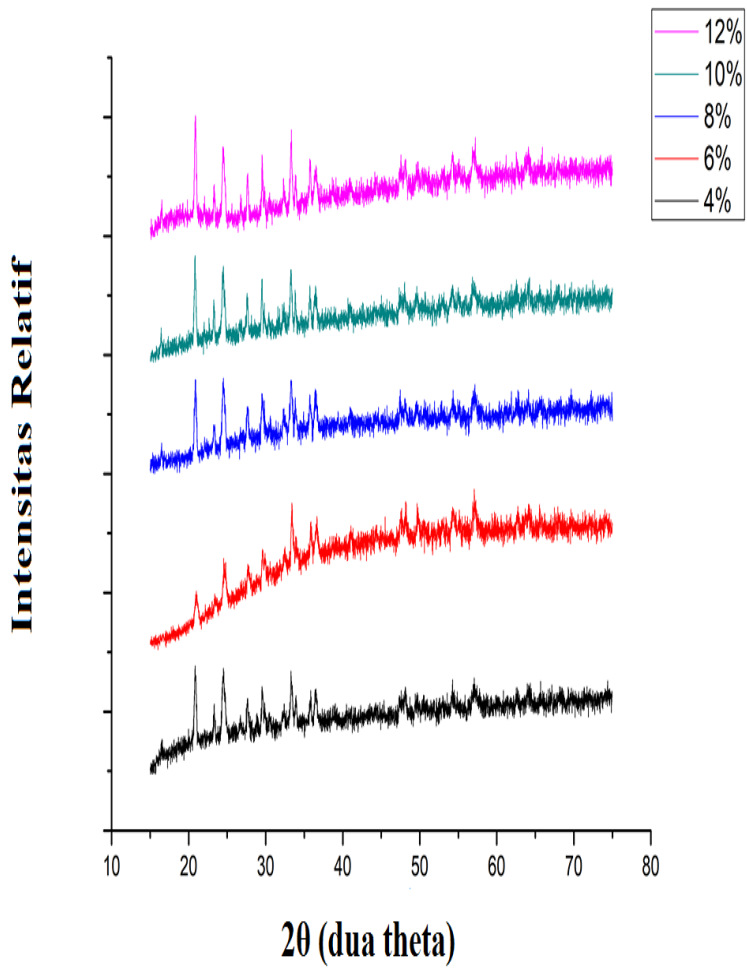


Gambar 4.1 Hasil Analisis Fe_3O_4 Menggunakan Match!

Berdasarkan analisis hasil uji XRD. Didapatkan bahwa fasa Magnetit(Fe_3O_4) yang dihasilkan dari penghalusan perkusor juga memiliki tingkat kristalinitas tinggi yang mana ditunjukkan dengan intensitas bahan pada sudut $2\theta : 35.4^\circ$ diatas 150. Tingkat kristalinitas yang tinggi ini sangat baik karena akan meningkatkan fase kristalin LiFePO_4 yang terbentuk. Pada besi magnetik dengan kristalinitas rendah dan cenderung amorf, fasa impuritas yang terbentuk seperti LiFeP_2O_7 , Fe_2O_3 akan meningkat disebabkan besi amorf lebih mudah teroksidasi.

4.2. Analisis Struktur Komposit LiFePO_4/C

Pengujian sampel dengan metode XRD dilakukan untuk mengetahui kandungan fasa yang terbentuk dari sampel yang dibuat. Dari hasil uji XRD akan didapat grafik pola difraksi yang berbentuk hubungan perbandingan antara intensitas dengan sudut 2θ . Grafik yang didapat ini kemudian diolah dengan software Match! Dan dikalibrasi dengan Rietica untuk memperoleh hasil analisa yang akurat. Dari hasil analisa didapatkan puncak-puncak utama terbentuk pada sudut $2\theta : 20^\circ - 37^\circ$ yang mana ditunjukkan pada gambar 4.2 dengan puncak puncak yang terbentuk mempunyai intensitas diatas 200. Puncak-puncak yang lebih rendah menunjukkan fasa amorf dari LiFePO_4 yang terbentuk. Fase amorf memiliki banyak puncak disebabkan karena bahan utama dari LiFePO_4 sendiri yakni Fe_3O_4 adalah sangat reaktif terhadap lingkungannya. Selama proses pencampuran bahan menggunakan mortar pada udara terbuka dan proses kalsinasi serta sintering yang dilakukan pada frurnace dengan kondisi udara tidak tereduksi memungkinkan besi oksida bereaksi dengan partikel partikel udara di sekitarnya atau berikatan dan membentuk partikel yang lebih stabil dibanding LiFePO_4 dan terbentuk pengotor dalam material yang dibentuk. Hal ini ditunjukkan dengan Besi oksida(Fe_3O_4) dalam proses pembuatan LiFePO_4 membentuk fasa lain yakni Fe_2O_3 dan LiFeP_2O_7 yang disebabkan karena kedua fasa tersebut lebih stabil diamana besi membentuk ion dengan ikatan $3+$.



Gambar 4.2 Pola difraksi $\text{LiFePO}_4/\text{N}\% \text{C}$

Besarnya fraksi berat LiFePO_4 dalam bahan juga dipengaruhi oleh kondisi proses pembuatan bahan. Pada kelima sampel, kalsinasi dan sintering dilakukan pada furnace dengan udara terbuka. Hal ini menyebabkan besi lebih mudah teroksidasi sehingga menurunkan jumlah fasa LiFePO_4 yang terbentuk. Pencampuran bahan menggunakan mortar pada udara terbuka juga berdampak pada reaksi yang tak hanya berlangsung antar bahan utama LiCO_3 dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dengan Fe_3O_4 namun juga dengan udara sekitar. Mengakibatkan reaksi yang terbentuk tidak sepenuhnya membentuk LiFePO_4 melainkan terdapat beberapa fasa lain yang terbentuk seperti Fe_2O_3 dan LiFeP_2O_7 yang baik keduanya memakai besi dengan ikatan $3+$ yang lebih stabil dibanding Fe^{2+} . Kecenderungan besi untuk membentuk ikatan yang lebih stabil inilah yang menyebabkan tingkat impuritas yang cukup tinggi dalam bahanhn. Sementara reaksi dalam kondisi tidak inert ini juga mengakibatkan terjadinya ikatan ionik yang terbentuk antara Li^{1+} dengan PO_4^{3-} membentuk Li_3PO_4 yang stabil. Berdasarkan hasil analisis sampel yang dibentuk. Didapati bahwa intensitas puncak puncak tertinggi yang terbentuk pada sudut antara 2θ ; $20^\circ - 37^\circ$ hampir sama. Hal ini menunjukkan bahwa baik LiFePO_4/C yang dibentuk dengan perbedaan massa karbon tidak merubah struktur kristal LiFePO_4 melainkan hanyamenyelimuti permukaan partikel. Dari hasil analisa juga menunjukkan bahwa fasa amorf tersebar dari sudut 2θ ; $15^\circ - 75^\circ$ yang mana disebabkan karena atom Fe lebih cenderung membentuk ikatan dengan senyawa lain membentuk Fe^{3+} yang lebih stabil, serta sifat Fe sendiri yang sangat mudah teroksidasi pada udara luar, dibanding membentuk ikatan Fe^{2+} dengan kestabilan yang lebih rendah pada LiFePO_4 . LiFePO_4 sendiri merupakan senyawa dengan bentuk *monoclinic* dengan parameter kisi a; 10.2867, b; 6.0021, dan c; 4.6825(ChangKyoo,2011). Berdasarkan pencocokan antara pola difraksi dengan parameter kisi dari sampel yang dibentuk dengan pola difraksi, didapatkan besar fraksi LiFePO_4 sebesar :

Tabel 4.1 Persentase LiFePO_4 dalam bahan

Bahan	Persentase Molar	Persentase Berat
$\text{LiFePO}_4/\text{Carbon } 4\%\text{wt}$	44.76%	49.71%
$\text{LiFePO}_4/\text{Carbon } 6\%\text{wt}$	52.47%	34.44%
$\text{LiFePO}_4/\text{Carbon } 8\%\text{wt}$	55.40%	47.22%
$\text{LiFePO}_4/\text{Carbon } 10\%\text{wt}$	50.26%	56.80%
$\text{LiFePO}_4/\text{Carbon } 12\%\text{wt}$	56.08%	77.59%

Dari hasil analisis menggunakan software rietica, didapatkan fase LiFePO_4 terbesar dengan penambahan massa karbon juga tidak terlalu berpengaruh terhadap perubahan massa LiFePO_4 yang terbentuk. Hal ini disebabkan karena atom karbon berkerja membentuk lapisan tipis pada permukaan partikel LiFePO_4 sehingga tidak terjadi pergeseran bentuk maupun strukur dari LiFePO_4 .

Apabila dilihat dari bentuk-bentuk puncaknya, puncak puncak pada LiFePO_4 dengan 6% karbon menunjukkan puncak-puncak dengan intensitas yang lebih lemah dibandingkan dengan puncak puncak dengan varian karbon lain. Hal ini disebabkan karena pada proses pembentukan LiFePO_4 , atom Fe lebih reaktif dalam membentuk ikatan dibanding atom-atom lain dalam membentuk ikatan-ikatan dengan senyawa lain, sehingga fase amorf lebih banyak terbentuk dibandingkan dengan fase kristalinnya. Hal ini jugalah yang menurunkan tingkat LiFePO_4 yang terbentuk karena Fe cenderung bereaksi dengan atom atom lain membentuk ikatan Fe^{3+} yang lebih stabil dibandingkan dengan membentuk ikatan Fe^{2+} pada LiFePO_4 . Hal ini menunjukkan bahwa peran atom Fe pada pembentukan LiFePO_4 jauh lebih dominan dalam menentukan besar LiFePO_4 yang terbentuk.

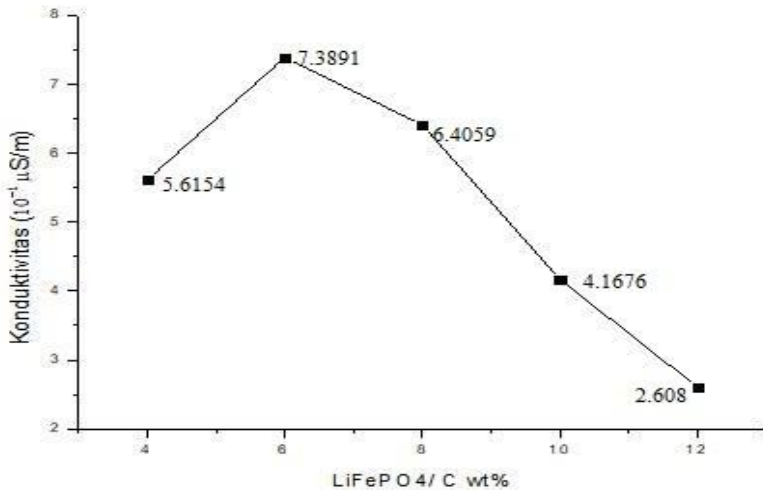
Dari hasil analisis pola difraksi juga didapatkan bahwa puncak tertinggi baik pada keempat LiFePO_4 dengan varian karbon 4%, 8%, 10%, dan 12% menunjukkan bahwa pada sudut 2θ : $20,83^\circ$ selalu terbentuk fase dengan intensitas tinggi. Fase ini tak lain puncak LiFePO_4 dengan tinggi intensitas menunjukkan tingkat kristalinitas bahan. Hal ini menunjukkan bahwa, dalam pembentukan perkursor, LiFePO_4 selalu cenderung membentuk fase kristalin.

4.3 Analisis Konduktivitas LiFePO_4/C

Konduktivitas adalah besarnya kemampuan suatu bahan untuk dapat menghantarkan arus listrik. Besarnya konduktivitas LiFePO_4 dalam penelitian ini diuji dengan menggunakan PM6306. Berdasarkan konduktivitasnya, LiFePO_4 memiliki konduktivitas dengan varian karbon pada frekuensi yang digunakan pada PM6303 sebesar 10kHz sebagai berikut :

Tabel 4.2 Nilai Konduktivitas Variasi Karbon LiFePO_4	
Bahan	Konduktivitas
LiFePO_4	$3.7 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$
$\text{LiFePO}_4/4\%\text{wt Carbon}$	$5.6154 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$
$\text{LiFePO}_4/6\%\text{wt Carbon}$	$7.3891 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$
$\text{LiFePO}_4/8\%\text{wt Carbon}$	$6.4059 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$
$\text{LiFePO}_4/10\%\text{wt Carbon}$	$4.1676 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$
$\text{LiFePO}_4/12\%\text{wt Carbon}$	$2.6080 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$

Dimana perbandingan konduktivitas pervarian penambahan jumlah massa *coating* karbon dapat dilihat dalam bentuk grafik sebagai berikut :



Grafik 1. Besar Konduktivitas LiFePO_4/C

Dari hasil analisis konduktivitas yang dimiliki oleh masing masing sampel. Kenaikan *coating* karbon sebanding dengan kenaikan konduktivitas bahan. Namun demikian setelah mencapai titik puncak penambahan pelapisan karbon pada perkusor, penambahan jumlahan karbon pada LiFePO_4 menyebabkan turunnya nilai konduktivitas bahan. Pada kenaikan massa karbon dari 4%wt ke 6%wt. Kenaikan konduktivitas cukup tinggi dengan selisih $1.7737 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$. Yang mana nilai konduktivitas pada penambahan Kenaikan inipun dua kali lipat lebih tinggi diatas LiFePO_4 murni yang hanya memiliki konduktivitas sebesar $3.7 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$. Hal ini disebabkan karena karbon bersifat konduktif yang mana penambahan karbon pada perkusor mampu menimbulkan dampak yang cukup tinggi. Penambahan karbon yang terjadi juga berdampak pada semakin tingginya luasan permukaan partikel LiFePO_4 sehingga pergerakan ion Li^+ Jauh lebih bebas. Pada kasus kenaikan konduktivitas bahan pada penambahan karbon 4%wt hingga ke 6%wt, kenaikan disebabkan

karena lapisan karbon yang dibentuk pada permukaan LiFePO_4 tidak maksimal dalam meningkatkan laju transfer ion litium apabila lapisan terlalu tipis. Kegunaan dari lapisan tipis itu sendiri adalah untuk meningkatkan luasan antarmuka partikel LiFePO_4 sehingga ion Li^+ dapat bergerak dengan jumlah lebih besar, dimana apabila proses perpindahan ion semakin tinggi, maka konduktivitas bahan naik. Oleh karena itu, lapisan dengan ketebalan cukup dibutuhkan untuk meningkatkan luas sentuh antarmuka partikel LiFePO_4 . Nilai konduktivitas elektronik bahan tertinggi terdapat pada penambahan karbon sebesar 6%wt, yang mana penambahan 6%wt karbon dari bahan glukosa juga merupakan puncak ketebalan lapisan tipis yang menyelimuti partikel LiFePO_4 untuk upaya peningkatan konduktivitas elektroniknya (Cho, 2009). Sedangkan pada penambahan karbon yang melebihi ketebalan maksimal lapisan karbon, akan berdampak pada lapisan karbon tersebut terlalu tebal untuk ion Li^+ dapat bergerak bebas, sehingga menghambat interkalasi ion litium dalam katoda karena sifat karbon sendiri adalah inert. Hal ini ditunjukkan dengan penurunan nilai konduktivitas elektronik bahan dari puncaknya 6%wt turun hingga $2.6080 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$ pada penambahan 12%wt karbon.

Pada LiFePO_4 , kenaikan karbon juga berperan dalam mengurangi puncak reaksi reduksi-oksidasi pada saat baterai melakukan reaksi charge dan discharge. Dimana reaksi charge dan discharge LiFePO_4 adalah sebagai berikut :

Oksidasi: $\text{LiFePO}_4 - x\text{Li}^+ - x\text{e}^- \rightarrow x\text{FePO}_4 + (1-x)\text{LiFePO}_4$

Reduksi : $\text{FePO}_4 + x\text{Li}^+ + x\text{e}^- \rightarrow x\text{LiFePO}_4 + (1-x)\text{LiFePO}_4$

Sehingga selain meningkatkan nilai konduktivitas bahan, adanya kenaikan massa karbon dalam sampel mengakibatkan puncak reaksi reduksi-oksidasi semakin berkurang, hingga batas maksimal penambahan massa karbon dalam bahan. Sehingga energi yang dibutuhkan bahan untuk bereaksi menjadi lebih rendah. Hal ini menyebabkan pergerakan arus listrik pada bahan menjadi lebih mudah.

4.4 Karakteristik Mikrostruktur

Dari hasil analisis PSA, didapatkan bahwa diameter butir LiFePO_4 berada pada kisaran 1421 nm hingga 2860 nm. Hal ini menunjukkan bahwa material berada dalam orde mikron dengan partikel besar, dan dengan rerata partikel terkecil didapatkan pada sampel LiFePO_4 dengan penambahan karbon 6% berat LiFePO_4 . Dengan hasil keseluruhan rerata ukuran bulir partikel LiFePO_4/C ditampilkan dalam bentuk table sebagai berikut :

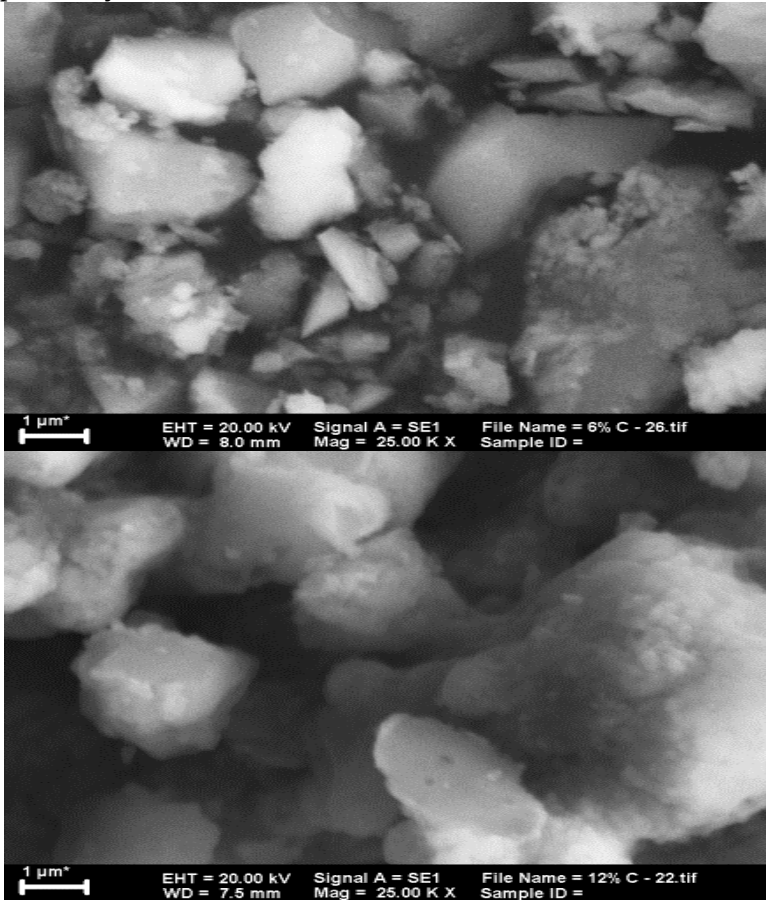
Tabel 4.3 Rerata Diameter Partikel LiFePO_4/C

Bahan	Rerata Diameter Butir
$\text{LiFePO}_4/4\%\text{wt Carbon}$	2860 nm
$\text{LiFePO}_4/6\%\text{wt Carbon}$	1421 nm
$\text{LiFePO}_4/8\%\text{wt Carbon}$	2046 nm
$\text{LiFePO}_4/10\%\text{wt Carbon}$	1666 nm
$\text{LiFePO}_4/12\%\text{wt Carbon}$	1433 nm

Ketidak seragaman besar bulir partikel yang terbentuk disebabkan karena perlakuan penghalusan sampel sebelum dilakukan kalsinasi dan sintering dengan tekanan yang berbeda. Pada saat dilakukan pemanasan, ukuran bulir bahan akan semakin membesar yang mana apabila pada proses penghalusan sebelumnya material tidak dihaluskan secara merata dengan tekanan yang sama pada semua bagian material, maka pada buir-bulir besar di dalam material tersebut akan membentuk ikatan dengan bulir-bulir kecil di sekitarnya pada saat proses pemanasan, hal ini akan berimbas pada semakin besarnya ukuran rata-rata bulir dalam material tersebut. Sementara pada sampel yang diberikan tekanan merata akan cenderung memiliki ukuran bulir yang lebih kecil.

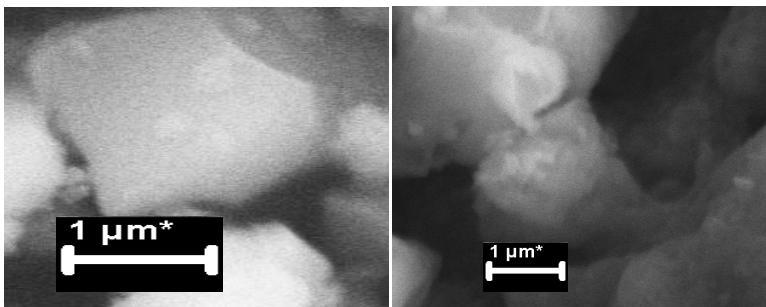
Sementara berdasarkan hasil SEM. Didapati bahwa partikel LiFePO_4/C dengan karbon 6% memiliki bentuk partikel lebih kecil yang secara umum lebih merata. Sedangkan pada LiFePO_4/C dengan penambahan karbon 12% memiliki bentuk permukaan yang terkesan lebih halus dengan selaput seperti jejaring laba-laba tebal pada permukaan partikelnya. Jejaring

tersebut merupakan lapisan tipis karbon yang menyelimuti permukaan partikel LiFePO_4/C . Pada LiFePO_4/C dengan karbon 6%. Selimut karbon pada tiap partikel cukup terlihat meski tipis apabila dibandingkan dengan LiFePO_4 tanpa penambahan karbon. Sementara pada LiFePO_4/C dengan penambahan 12% karbon, memiliki selimut yang cukup tebal pada semua permukaan partikelnya.

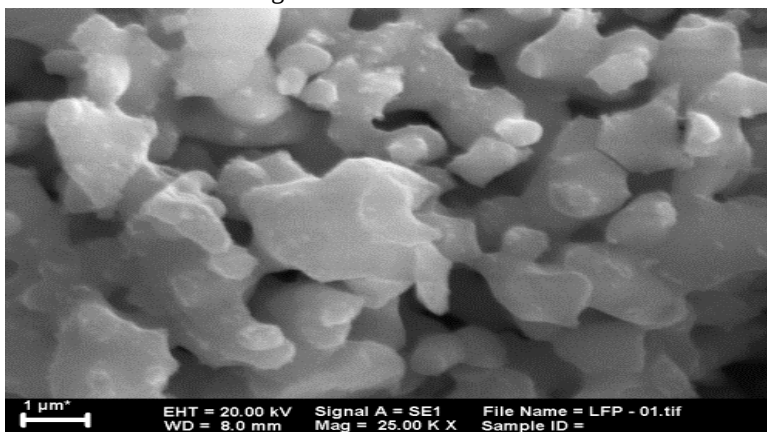


Gambar 4.3 Gambar SEM untuk LiFePO_4/C 6% Atas, dan LiFePO_4/C 12% Bawah

Berdasarkan hasil SEM dan kaitannya dengan nilai konduktivitas bahan. Dapat diketahui bahwa ketebalan yang berlebih pada lapisan karbon 12% menyebabkan nilai konduktivitas bahan menjadi terhambat. Hal ini disebabkan karena lapisan permukaan karbon yang bersifat inert menahan pergerakan ion Li^+ sehingga laju perpindahan muatan dalam material menjadi tertahan. Menghasilkan konduktivitas bahan yang berada dibawah nilai LiFePO_4 tanpa penambahan karbon pada tabel uji konduktivitas elektronik bahan.

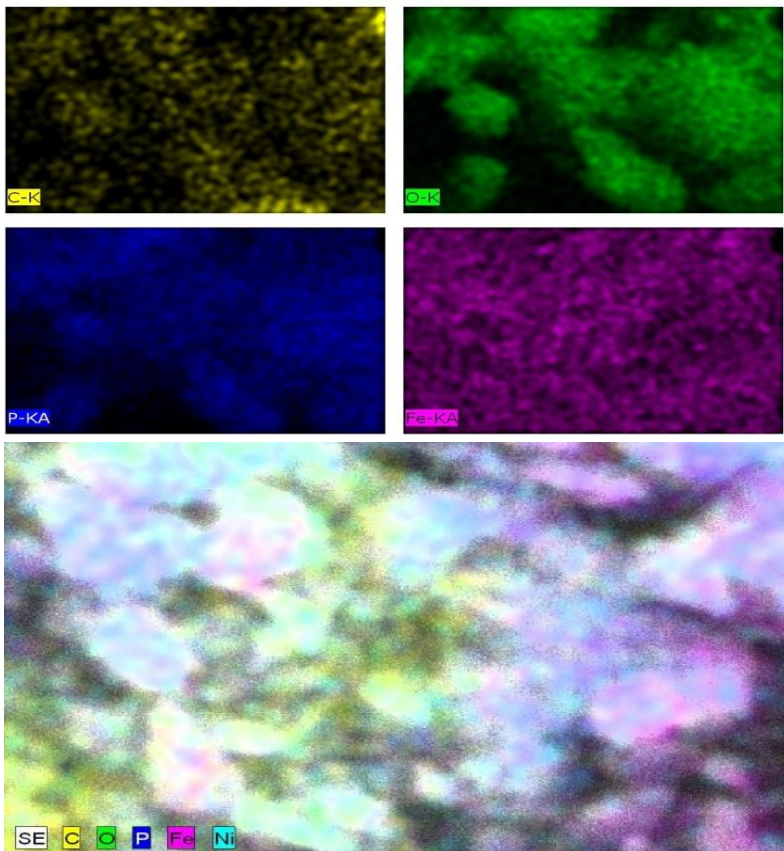


Gambar 4.4 SEM LiFePO_4/C 6% (kiri) dan 12% (kanan) Dalam Perbandingan ukuran Partikel Jarak Dekat



Gambar 4.5. Hasil SEM LiFePO_4 tanpa tambahan Karbon

Dari hasil pengujian yang sama didapatkan pula bahwa ukuran rata-rata partikel berada dalam orde mikron, yang mana hal ini sesuai dengan hasil perhitungan PSA dimana ukuran partikel berada pada kisaran 1.42 μm hingga 2.86 μm . Ukuran partikel ini tergolong cukup besar, sehingga berdampak pada luas permukaan bahan tidak begitu besar. Hal ini menyebabkan kecilnya laju perpindahan muatan dalam material.



Gambar 4.6 Hasil EDX LiFePO₄/C 6%

Sementara berdasarkan hasil uji EDX. Pada gambar tersebut persebaran karbon dinyatakan dalam warna kuning, besi berwarna merah, fosfat biru dan oksigen hijau. Dapat dilihat bahwa atom karbon tersebar secara merata pada permukaan partikel. Yang mana ditandai dengan warna kuning yang merta dari ujung kiri bawah yang melingkupi atom-atom P, Fe dan O sebagai atom-atom penyusun LiFePO_4 yang tersebar merata dibawah warna kuning dengan atom oksigen dan besi dengan warna background hijau-merah muda paling dominan.

4.5. Pembahasan

Pada penelitian ini digunakan batu alam untuk mengetahui kelayakan batu besi alam yang berasal dari Tanah Laut Kalimantan Selatan untuk dijadikan sebagai bahan baku utama katoda baterai. Proses awal yang diawali dengan penumbukan batu dilanjut dengan pengayakan menggunakan mess ditunjukkan untuk mendapatkan ukuran butir yang merata dari pasir besi sekaligus memperluas bidang permukaan pasir besi sehingga lebih mudah bereaksi dengan bahan lain yang akan dicampurkan. Dari hasil analisis data menggunakan match, didapatkan bahwa pasir besi hasil pengolahan batu besi Tana Laut Kalimantan Selatam memiliki kandungan Fe_3O_4 dalam fasa tunggal dengan konsentrasi 100%, yang diperoleh dengan cara membersihkan impuritas yang terdapat pada pasir menggunakan alcohol dan magnetic stirrer. Pembersihan dari impuritas ini dilakukan sebanyak 21 kali penyaringan dengan masing masing waktu pembersihan menggunakan magnetic stirrer selama 1 jam.

Besi magnetik (Fe_3O_4) yang telah dimess dan simurnikan dari impuritas kemudian direaksikan dengan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dan LiCO_3 sintetik dalam stoikiometri untuk membentuk perkusor LiFePO_4 . Pencampuran dilakukan dengan menggunakan *cruncible* dalam udara terbuka. Perkusor kemudian dimill dengan rpm 150 selama 6 jam untuk memperlebar luas bidang permukaan masing masing jenis senyawa supaya dapat bereaksi dengan sempurna. Bahan kemudian dikeringkan di oven pada suhu 110°C selama 3.5

jam untuk memperoleh fasa padat perkursor LiFePO_4 yang akan dihaluskan dengan menggunakan crucible. Perkursor selanjutnya dikalsinasi pada suhu 400°C . Dari hasil ini, perkursor LiFePO_4 telah terbentuk. Penambahan varian karbon pada LiFePO_4 dilakukan setelah proses furnace pertama ini, dengan proses dilakukan pada udara terbuka menggunakan crucible. Proses pencampuran kemudian dilanjutkan dengan milling tahap ke dua. Pada milling kedua, tujuan utamanya adalah untuk mengurangi impuritas yang masih tersisa pada bahan sekaligus memperluas luas permukaan bidang bahan untuk bereaksi. Setelah perkursor selesai di milling, kemudian dikalsinasi pada suhu 750°C untuk memperoleh LiFePO_4/C secara sempurna.

Pada penelitian ini, test XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang terbentuk di dalam sampel yang dibentuk. Analisis tahap awal dilakukan dengan menggunakan software match!. Berdasarkan software match, didapatkan dua fase utama dalam sampel yakni LiFePO_4 dengan rerata persentase berat sebesar 70% dan LiFeP_2O_7 dengan rerata pada kelima sampel sebesar 30%. Disebabkan karena software match! Dengan analisis lebih lanjut dilakukan dengan menggunakan rietica untuk mendapatkan hasil yang lebih akurat. Dalam analisis, didapati bahwa terdapat fase Li_3PO_4 dan fase hematite Fe_2O_3 yang terbentuk dimana dibuktikan dengan adanya puncak pada sudut $2\theta : 24,5^\circ$ yang merupakan puncak milik Li_3PO_4 dan $2\theta : 33,72^\circ$ yang mana merupakan puncak Fe_2O_3 . Dimana baik pada puncak Li_3PO_4 maupun puncak Fe_2O_3 memiliki intensitas cukup tinggi diatas 200. Hal ini menunjukkan bahwa fase kristalin dari impuritas juga terbentuk selama proses pembuatan LiFePO_4 . Fase hematit lebih mudah terbentuk karena pada suhu tinggi saat kalsinasi dan sintering pada ruang dengan gas non inert, menyebabkan besi lebih mudah teroksidasi dan mencapai kesetimbangannya dengan membentuk ikatan Fe^{3+} pada Fe_2O_3 yang mana lebih stabil dibanding ikatan Fe^{2+} pada LiFePO_4 . Fase Li_3PO_4 juga lebih mudah terbentuk selama proses karena ikatan Li_3PO_4 mengandalkan ikatan ionik yang terbentuk dari Li^{1+}

dengan PO_4^{3-} membutuhkan energi yang lebih kecil dibanding pembentukan LiFePO_4 . Sehingga fase ini cukup besar terdapat dalam sampel. Namun demikian, fase ini semakin turun jumlah persentase baik molar maupun beratnya seiring kenaikan suhu, disebabkan karena energi yang didapat molekul-molekul dalam sampel semakin besar sehingga molekul-molekul dalam bahan memiliki energi cukup untuk bereaksi membentuk fase LiFePO_4 .

Sedangkan tujuan dari ditambahkan karbon pada LiFePO_4 adalah untuk membentuk lapisan tipis pada permukaan partikel. Lapisan tipis ini tujuannya untuk meningkatkan luasan permukaan yang saling bersentuhan baik antar partikel LiFePO_4 maupun dengan elektrolit yang mana kaitannya LiFePO_4 sebagai katoda baterai. Peningkatan luasan permukaan ini akan menyebabkan jumlah ion yang bergerak antar partikel LiFePO_4 yang bergerak melewati elektrolit menuju anoda menjadi semakin besar. Jumlah peningkatan transfer ion yang semakin besar ini akan meningkatkan konduktivitas bahan, sehingga performa baterai menjadi lebih tinggi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan dari hasil pengolahan data didapatkan bahwa :

1. Peningkatan jumlah karbon yang ditambahkan sebagai *coating* tidak mempengaruhi fraksi berat LiFePO_4 yang terbentuk. Namun demikian, sifat dari senyawa dengan ikatan Fe^{3+} yang lebih stabil dibanding Fe^{2+} membuat atom Fe lebih mudah membentuk senyawa lain atau teroksidasi oleh udara luar pada proses pembentukan LiFePO_4 , sehingga terbentuk fasa lain yakni LiFe_2PO_7 dan Fe_2O_3 dengan impuritas lain yang terbentuk Li_3PO_4 .

2. Penambahan jumlah massa karbon coating pada LiFePO_4 berdampak langsung pada meningkatnya nilai konduktivitas bahan. Dengan nilai konduktivitas paling optimal terjadi pada penambahan karbon sebesar 6%wt LiFePO_4 dengan konduktivitas sebesar $7.3891 \times 10^{-1} \mu\text{S/m}$.

3. Peningkatan jumlah karbon coating berpengaruh pada semakin tebalnya lapisan tipis (berbentuk jejaring laba-laba) yang menyelimuti partikel LiFePO_4 . Yang mana apabila lapisan ini terlalu tebal, maka akan menghambat laju perpindahan muatan.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh beberapa hal yang dapat disarankan untuk menjadi bahan perbandingan dalam penelitian lebih lanjut, mengenai dengan variasi *coating karbon*, yakni :

1. Dikarenakan pembentukan fasa LiFePO_4 berkait langsung dengan Fe_3O_4 sebagai bahan utama. Yang mana Fe bersifat sangat reaktif, disarankan untuk membuat LiFePO_4 dalam kondisi gas inert untuk mengurangi kemungkinan oksidasi sampel saat proses pembuatan LiFePO_4 .

- 2 Untuk meningkatkan performa katoda baterai secara optimal. Pada proses pembuatan LiFePO_4/C , akan baik apabila

penambahan massa karbon dengan berat 6%wt dari berat LiFePO_4 .

DAFTAR PUSTAKA

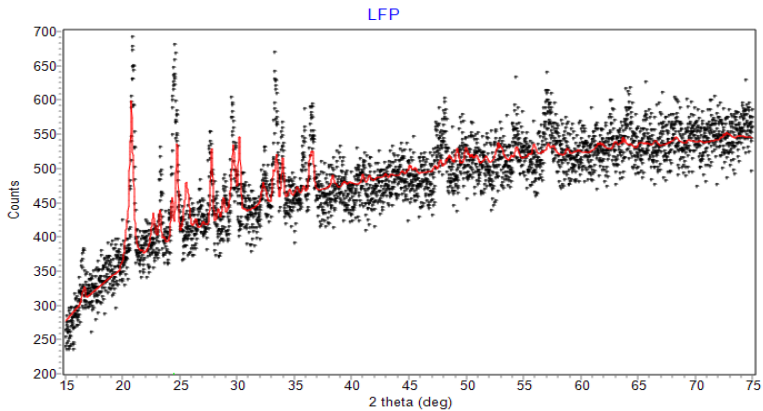
- Cho Y. D., Fey G. T., Kao H. M..2009. *The effect of carbon coating thickness on the capacity of LiFePO₄/C composite cathodes*. Journal of Power Sources Volume 189, Issue 1, Pages 256-262
- Choi, D.W., and Kumta, P.N., 2007, Surfactant based sol–gel approach to nanostructured LiFePO₄ for high rate Li-ion batteries, J. Power Sources, 163, pp. 1064.
- Dominko, R., Goupil, JM., Bele, M., Gaberscek, M., Remskar, M., Hanzel, D., and Jamnik., 2005, Impact of LiFePO₄/C composites porosity on their electrochemical performance, J. Electrochem. Soc, 152, pp. A858.
- Chang K. P., Sung B. P., Ho C. S., Won I. C., Ho J. 2011. *Li Ion Diffusivity and Rate Performance of the LiFePO₄ Modified by Cr Doping*. Bull. Korean Chem. Soc. 2011, Vol. 32, No. 1 191
- Gabrisch, H., Wilcox, J.D., Doeff, M.M., *Carbon Surface Layers on a High-Rate LiFePO₄* Electrochem. Solid-State Lett, 2006, 11, A25.
- Hamid, N. A., Wennig, S., Hardt, S., Heinzl, A., Schulz, C., and Wiggers, H. 2012. High-capacity cathodes for lithium-ion batteries from nanostructured LiFePO₄ synthesized by highly-flexible and scalable flame spray pyrolysis. Journal of Power Sources, 216, pp. 76-83.
- Kroschwitz, J. 1990, Polymer Characterization and Analysis, John Wiley and Sons, Inc., Canada.
- Latif, C., Triwikamtoro, dan Munasir. 2014. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi pada Struktur Silika. Jurnal Sains dan Seni Pomits. Vol. 3. No. 1. Hal. 2337 – 3520.
- Mauliana, M. I., M. Zainuri. 2015. Karakterisasi Pembentukan Komposit Katoda LFP/C Menggunakan metode Solid-State Reaction Dengan Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Kondisi Gas Inert. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

- Rahul S., Resto O., Kahyar R. S. 2009. "Effect of Nanocrystallinity on the Electrochemical Performance of LiMnp. Cathode". Journal of Renewable and Sustainable Energy 1, 023103.
- Satyavani T.V.S.L., Srinivas K. A., Subba R.P.S.V. 2016. *Methods of synthesis and performance improvement of lithium iron phosphate for high rate Li-ion batteries: A review*. Engineering Science and Technology, an International Journal 19. pp. 178–188
- S. X. Wang, dan G. Li, Advances in Giant Magnetoresistance Biosensors with Magnetic Nanoparticle Tags: Review and Outlook, IEEE Transaction on Magnetics, vol. 44, no. 7, 2008, pp.1687-1691.
- Y. D. Cho, G. T. K. Fey, H. M. Kao, J. Power Sources, 189 (2009) 256.
- Yao Yueping. 2003. "Carbon based anode materials for lithium-ion batteries". Institute for Superconducting Electronic Materials, Faculty of Engineering, University of Wollongong. pp. 12
- Zhang, Y., Huo, Q., Du, P., Wang, L., Zhang, A., Song, Y., Lv, Y., Li, G., (2012), "Advances in New Cathode Material LiFePO₄ for Lithium Ion Batteries", Synthetic Metals, Vol.162, hal. 1315 – 1326.

LAMPIRAN A

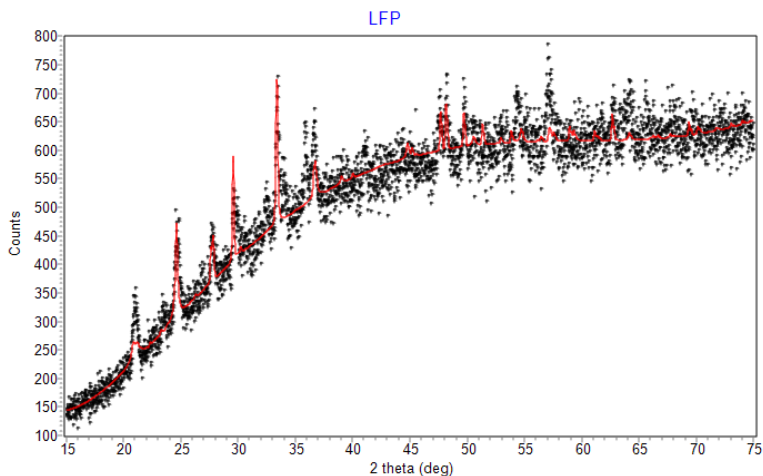
Hasil Rietica X-ray Diffraction (XRD) dari Material LiFePO₄/C Pada tiap Variasi Karbon

A. Hasil Rietica LiFePO₄/C dengan karbon 4%wt



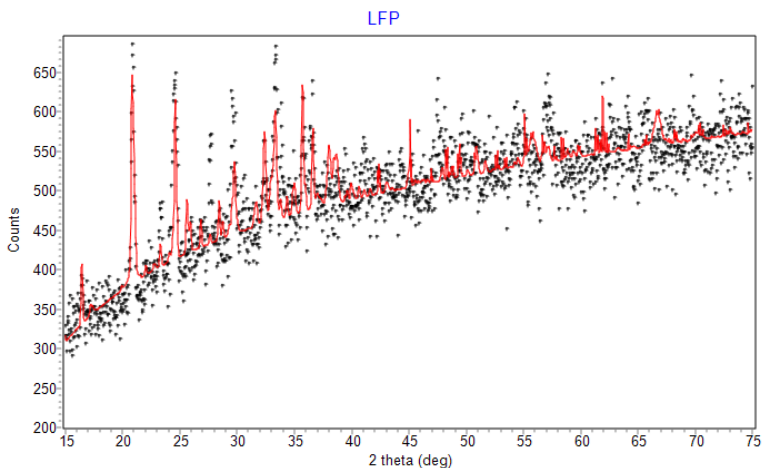
Parameter	Global Parameter	LiFePO ₄	LiFeP ₂ O ₇	Fe ₂ O ₃	Li ₃ PO ₄
FOM	Rp(%)	5.12			
	Rwp(%)	7.10			
	Rexp(%)	4.53			
PSF		0.2699x10 ⁻⁴	0.63523x10 ⁻⁴	0.1 x10 ⁻⁸	0.10x10 ⁻⁶
Lattice Parameter	a	10.281600	3.767300	4.140900	6.114700
	b	6.007600	7.607900	4.140900	10.475000
	c	4.681800	11.579801	4.140900	4.922800
	V(A)	289.184204	303.118500	71.004242	315.31265
%Molar		44.76	55.20	0.00	0.05
%wt		49.71	50.16	0.01	0.12
GoF		0.2462x10 ⁻¹			

B. Hasil Rietica LiFePO_4/C dengan karbon 6%wt



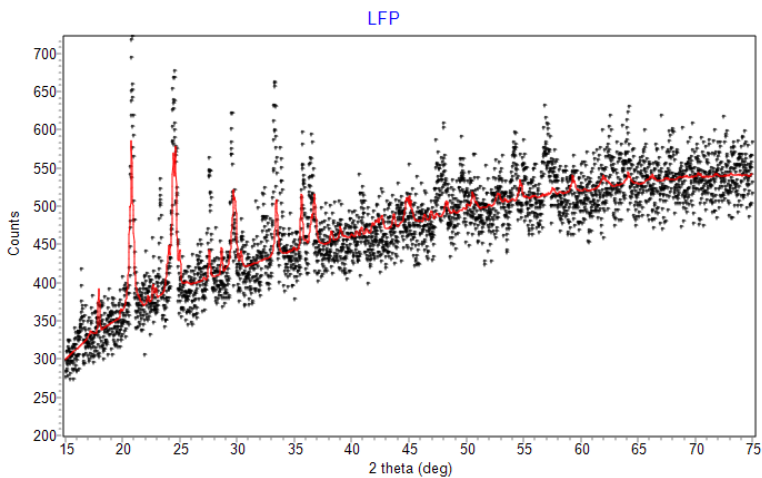
Parameter	Global Parameter	LiFePO_4	LiFeP_2O_7	Fe_2O_3	Li_3PO_4
FOM	Rp(%)	4.77			
	Rwp(%)	6.21			
	Rexp(%)	4.39			
PSF		0.581×10^{-5}	0.869×10^{-4}	0.308×10^{-6}	0.941×10^{-4}
Lattice Parameter	a	10.280800	4.220300	4.878300	6.026500
	b	6.004800	7.941301	4.878301	7.614900
	c	4.684400	10.507299	13.821601	3.771900
	V(A)	289.187469	329.139374	284.856476	173.097000
%Molar		44.51	1.82	1.68	51.98
%wt		27.63	1.82	1.59	69.96
GoF		0.1992×10^{-1}			

C. Hasil Rietica LiFePO_4/C dengan karbon 8%wt



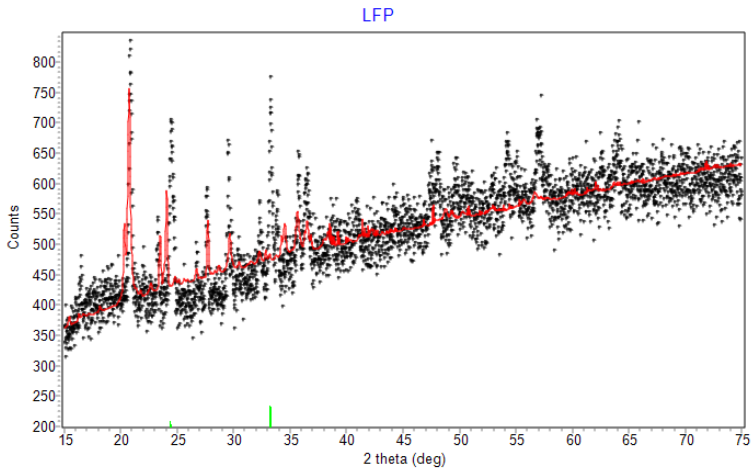
Parameter	Global Parameter	LiFePO_4	LiFeP_2O_7	Fe_2O_3	Li_3PO_4
FOM	Rp(%)	5.36			
	Rwp(%)	8.14			
	Rexp(%)	7.40			
PSF		0.102×10^{-4}	0.979×10^{-5}	0.311×10^{-7}	0.135×10^{-4}
Lattice Parameter	a	10.289401	3.602900	4.638700	6.077100
	b	6.006400	7.276500	4.638700	10.737700
	c	4.684700	11.160901	4.638700	4.882600
	V(A)	289.525055	269.192474	99.813400	318.609528
%Molar		55.40	24.53	0.06	20.02
%wt		47.22	15.17	0.60	37.00
GoF		0.1209×10^{-1}			

D. Hasil Rietica LiFePO₄/C dengan karbon 10%wt



Parameter	Global Parameter	LiFePO ₄	LiFeP ₂ O ₇	Fe ₂ O ₃	Li ₃ PO ₄
FOM	Rp(%)	5.49			
	Rwp(%)	7.63			
	Rexp(%)	4.57			
PSF		0.147x10 ⁻⁴	0.234x10 ⁻⁴	0.336x10 ⁻⁶	0.105x10 ⁻⁵
Lattice Parameter	a	10.280800	4.462299	4.878601	6.040700
	b	6.004800	7.822801	4.878601	7.631499
	c	4.684400	10.631701	13.823101	3.786600
	V(A)	289.187469	344.136841	284.922424	174.560745
%Molar		50.26	47.49	1.70	0.54
%wt		56.80	38.95	2.91	1.33
GoF		0.2629x10 ⁻¹			

E. Hasil Rietica LiFePO_4/C dengan karbon 12%wt



Parameter	Global Parameter	LiFePO_4	LiFeP_2O_7	Fe_2O_3	Li_3PO_4
FOM	Rp(%)	5.99			
	Rwp(%)	8.29			
	Rexp(%)	4.33			
PSF		0.227×10^{-4}	0.237×10^{-5}	0.128×10^{-8}	0.657×10^{-6}
Lattice Parameter	a	10.279400	3.706813	4.357175	17.406700
	b	6.007400	7.612574	4.357175	7.601567
	c	4.681300	11.561051	4.357175	11.121449
	V(A)	289.081848	298.700806	82.720840	1456.83703
%Molar		56.08	3.03	0.00	40.89
%wt		77.59	3.43	0.02	18.96
GoF		0.3671×10^{-1}			

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN B

Hasil Perhitungan Nilai Konduktivitas Elektronik Bahan Pada Frekuensi 10kHz

A. Konduktivitas LiFePO₄/C dengan karbon 4%wt

$$R = 3.428 \times 10^{+7} \Omega$$

$$r = 0.75 \text{ cm}$$

$$l = 0.34 \text{ cm}$$

$$\sigma = \frac{l}{RA}$$

$$\sigma = \frac{0.34 \times 10^{-2}}{3.428 \times 10^{+7} \times 1.76625 \times 10^{-4}}$$

$$\sigma = 0.056154 \times 10^{-5} \text{ Siemens/m}$$

$$\sigma = 5.6154 \times 10^{-7} \text{ Siemens/m}$$

B. Konduktivitas LiFePO₄/C dengan karbon 6%wt

$$R = 3.448 \times 10^{+7} \Omega$$

$$r = 0.75 \text{ cm}$$

$$l = 0.45 \text{ cm}$$

$$\sigma = \frac{l}{RA}$$

$$\sigma = \frac{0.45 \times 10^{-2}}{3.448 \times 10^{+7} \times 1.76625 \times 10^{-4}}$$

$$\sigma = 0.073891 \times 10^{-5} \text{ Siemens/m}$$

$$\sigma = 7.3891 \times 10^{-7} \text{ Siemens/m}$$

C. Konduktivitas LiFePO₄/C dengan karbon 8%wt

$$R = 3.005 \times 10^{+7} \Omega$$

$$r = 0.75 \text{ cm}$$

$$l = 0.34 \text{ cm}$$

$$\sigma = \frac{l}{RA}$$

$$\sigma = \frac{0.34 \times 10^{-2}}{3.005 \times 10^{+7} \times 1.76625 \times 10^{-4}}$$

$$\sigma = 0.064059 \times 10^{-5} \text{ Siemens/m}$$

$$\sigma = 6.4059 \times 10^{-7} \text{ Siemens/m}$$

D. Konduktivitas LiFePO₄/C dengan karbon 10%wt

$$R = 3.38 \times 10^{+7} \Omega$$

$$r = 0.75 \text{ cm}$$

$$l = 0.25 \text{ cm}$$

$$\sigma = \frac{l}{RA}$$

$$\sigma = \frac{0.25 \times 10^{-2}}{3.38 \times 10^{+7} \times 1.76625 \times 10^{-4}}$$

$$\sigma = 0.041676 \times 10^{-5} \text{ Siemens/m}$$

$$\sigma = 4.1676 \times 10^{-7} \text{ Siemens/m}$$

E. Konduktivitas LiFePO_4/C dengan karbon 12%wt

$$R = 5.21 \times 10^{+7} \, \Omega$$

$$r = 0.75 \, \text{cm}$$

$$l = 0.24 \, \text{cm}$$

$$\sigma = \frac{l}{RA}$$

$$\sigma = \frac{0.24 \times 10^{-2}}{5.21 \times 10^{+7} \times 1.76625 \times 10^{-4}}$$

$$\sigma = 0.026080 \times 10^{-5} \, \text{Siemens/m}$$

$$\sigma = 2.6080 \times 10^{-7} \, \text{Siemens/m}$$

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN C

Hasil Analisis PSA Material LiFePO_4/C Pada Tiap Variasi Karbon

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: 4% 2

SOP Name: mansettings.nano

General Notes:

File Name: XX.dts

Dispersant Name: Methanol

Record Number: 2

Dispersant RI: 1.326

Material RI: 1.67

Viscosity (cP): 0.5476

Material Absorption: 0.093

Measurement Date and Time: 15 December 2017 15:57:06

System

Temperature (°C): 25.0

Duration Used (s): 80

Count Rate (kcps): 198.7

Measurement Position (mm): 0.85

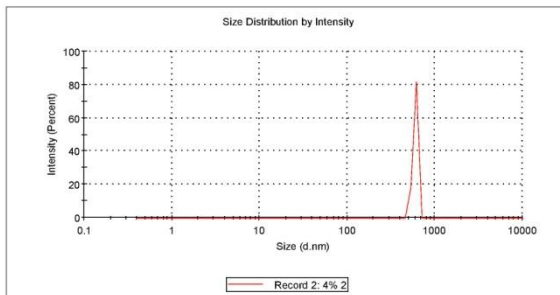
Cell Description: Disposable sizing cuvette

Attenuator: 6

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 2860	Peak 1: 599.7	100.0	32.52
Pdl: 0.822	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 1.05	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

Result quality : Refer to quality report



Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: 6% 2
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

File Name: XX.dts	Dispersant Name: Methanol
Record Number: 7	Dispersant RI: 1.326
Material RI: 1.67	Viscosity (cP): 0.5476
Material Absorption: 0.093	Measurement Date and Time: 18 December 2017 08:43:05

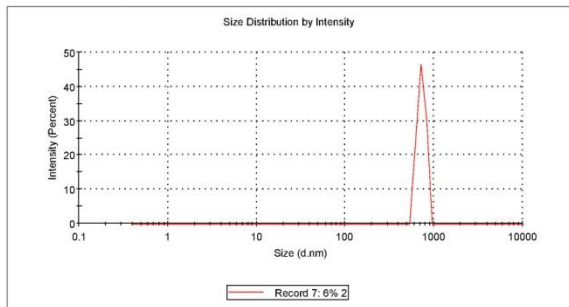
System

Temperature (°C): 25.0	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 314.3	Measurement Position (mm): 1.25
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 5

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...)
Z-Average (d.nm): 1421	Peak 1: 724.2	100.0	76.86
PdI: 0.517	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 0.854	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

Result quality : **Refer to quality report**



Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: 8% 2
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

File Name: XX.dts	Dispersant Name: Methanol
Record Number: 12	Dispersant RI: 1.326
Material RI: 1.67	Viscosity (cP): 0.5476
Material Absorption: 0.093	Measurement Date and Time: 18 December 2017 09:02:13

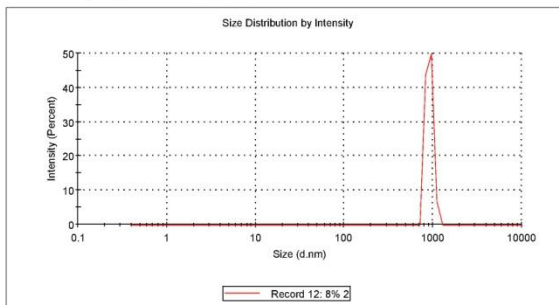
System

Temperature (°C): 25.0	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 347.3	Measurement Position (mm): 1.25
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 5

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 2046	Peak 1: 908.2	100.0	81.91
PdI: 0.545	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 0.861	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

Result quality : **Refer to quality report**



Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: 10% 1
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

File Name: XX.dts	Dispersant Name: Methanol
Record Number: 16	Dispersant RI: 1.326
Material RI: 1.67	Viscosity (cP): 0.5476
Material Absorbion: 0.093	Measurement Date and Time: 18 December 2017 09:15:52

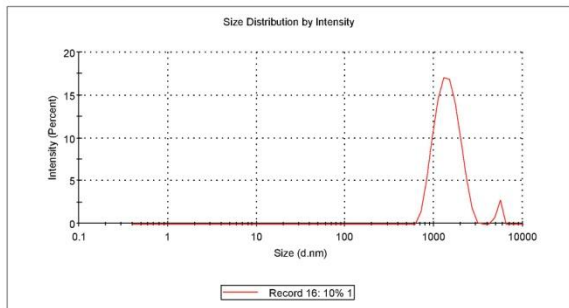
System

Temperature (°C): 25.0	Duration Used (s): 70
Count Rate (kcps): 207.2	Measurement Position (mm): 0.65
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 4

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm): 1666	Peak 1: 1445	96.5	436.2
Pdl: 0.269	Peak 2: 5403	3.5	307.0
Intercept: 0.818	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

Result quality : **Refer to quality report**



Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: 12% 3
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

File Name: XX.dts	Dispersant Name: Methanol
Record Number: 23	Dispersant RI: 1.326
Material RI: 1.67	Viscosity (cP): 0.5476
Material Absorption: 0.093	Measurement Date and Time: 18 December 2017 09:37:04

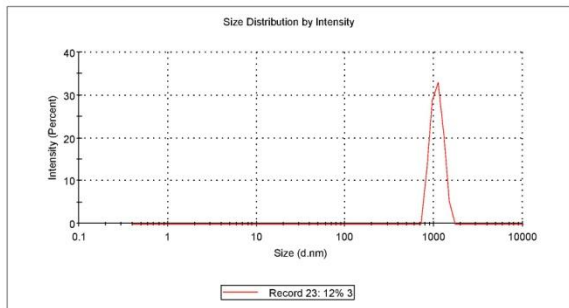
System

Temperature (°C): 25.0	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 257.2	Measurement Position (mm): 1.25
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 5

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 1433	Peak 1: 1084	100.0	171.5
Pdl: 0.284	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 0.825	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

Result quality : Refer to quality report



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Hendy Setiawan lahir di Kulon Progo pada tanggal 19 Juni 1993. Penullis merupakan anak pertama dari tiga bersaudara dari pasangan Kardiman dan Nurhidayati. Penulis menempuh pendidikan formal di SDN Widoro Kulon Progo, SMPN 1 Pengasih kulon Progo, dan SMAN 1 Wates Kulon Progo. Selama di SMA, penulis aktif berorganisasi sebagai OSIS Seksi seni 2008-2009, dan Koordinator Seksi Seni Dan Kebudayaan 2009-2010 Penulis melanjutkan studi S1 di Departemen Fisika ITS sejak tahun 2013.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”