



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SINTESIS PARTIKEL $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ BERBASIS
BATU ALAM MENGGUNAKAN METODE
HIDROTERMAL**

**Amalia Firdausi
NRP 0111144000063**

**Dosen Pembimbing
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

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



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SINTESIS PARTIKEL $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ BERBASIS
BATU ALAM MENGGUNAKAN METODE
HIDROTHERMAL**

**Amalia Firdausi
NRP 0111144000063**

**Dosen Pembimbing
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

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

"halaman ini sengaja dikosongkan"



FINAL PROJECT – SF 141501

**SYNTHESIS OF $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ PARTICLES
BASED ON NATURAL STONE BY
HYDROTHERMAL METHOD**

**Amalia Firdausi
NRP 0111144000063**

**Advisors
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

**Department of Physics
Faculty of Natural Science
Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

"halaman ini sengaja dikosongkan"

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESIS PARTIKEL $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ BERBASIS BATU ALAM MENGGUNAKAN METODE HIDROTERMAL

TUGAS AKHIR

Disusun untuk memenuhi syarat kelulusan mata kuliah

Tugas Akhir

Program Strata 1

Departemen Fisika

Fakultas Ilmu Alam

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

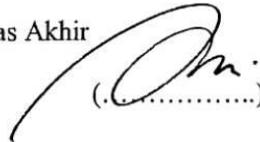
Oleh :

AMALIA FIRDAUSI

0111144000063

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

Prof. Suminar Pratapa, Ph.D
NIP. 19660224 199002.1.001


(.....)



"halaman ini sengaja dikosongkan"

SINTESIS PARTIKEL $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ BERBASIS BATU ALAM MENGGUNAKAN METODE HIDROTERMAL

Penulis : Amalia Firdausi
NRP : 0111144000063
Departemen : Fisika FIA ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Abstrak

Penelitian tugas akhir dengan judul “Sintesis Partikel $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ berbasis Batu Alam dengan Variasi *Doping* Cu menggunakan Metode Hidrotermal” telah selesai dilakukan dengan menggunakan batu alam dari Kalimantan Selatan sebagai sumber Fe. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui proses pembentukan LiFePO_4 dengan *doping* Cu menggunakan metode hidrotermal dan mengetahui pengaruh *doping* terhadap struktur kristal dan mikrostruktur pada partikel LFP. Metode hidrotermal pada penelitian ini tanpa menggunakan *autoclave*. Variasi *doping* yang digunakan yaitu Cu 0%, Cu 3% dan Cu 5%, sedangkan karakterisasi yang digunakan adalah FTIR, XRD dan SEM-EDX. Pola spektrum FTIR dari senyawa $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ menunjukkan pola yang cocok dengan LiFePO_4 menurut referensi. Analisis data XRD menunjukkan terdapat 2 fasa yang terbentuk pada sampel, yaitu LiFePO_4 dan 1 fasa tidak terdeteksi. Analisis dengan perangkat lunak *Rietica* menunjukkan nilai volume sel pada sampel meningkat seiring dengan bertambahnya persentase *doping* Cu, sekaligus mengkonfirmasi keberhasilan *doping*. Hasil EDX menunjukkan bahwa sampel $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ memiliki homogenitas paling rendah daripada sampel LiFePO_4 dan $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$. Hasil ini juga menunjukkan kandungan Cu pada sampel $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ dan $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ masing-masing sebesar 0,42% dan 0,54%.

Kata kunci: *Doping Cu, LiFePO₄, Hidrotermal*

"halaman ini sengaja dikosongkan"

SYNTHESIS OF PARTICLE $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ BASED ON NATURAL STONE BY HYDROTHERMAL METHOD

Name : Amalia Firdausi
NRP : 01111440000063
Departemen : Fisika FIA ITS
Advisor : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Abstract

The final project entitled "Synthesis of $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ Based on Natural Stone Particles with Variation of Cu Doped by Hydrothermal Method" was completed using natural stone from South Kalimantan as Fe source. This study aimed to determine the synthesis of LiFePO_4 with Cu doped by hydrothermal method and to know the effect of doping on crystal structure and microstructure on LFP particles. Hydrothermal method in this study was applied without using autoclave. Variations of doping used were Cu 0%, Cu 3% and Cu 5%, while the characterization used was FTIR, XRD and SEM-EDX. Spectrum FTIR of the $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ showed the same pattern as LiFePO_4 by reference. Data analysis of XRD showed that there were two phases formed on the sample, those were LiFePO_4 and the other was undetected. The analysis with software Rietica showed the volume value in the sample increased with increasing doping of Cu, it also confirmed the success of doping. The EDX results showed that the samples $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ had the lowest homogeneity of samples LiFePO_4 and $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$. These results also showed Cu component in $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ and $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ samples were 0.42% and 0.54% respectively.

Keyword : Cu Doping, LiFePO_4 , Hydrothermal

"halaman ini sengaja dikosongkan"

KATA PENGANTAR

Puji syukur Penulis panjatkan kepada Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat-Nya, petunjuk-Nya atas nikmat iman, islam, dan ikhsan sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir dengan judul :

“Sintesis Partikel $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ Berbasis Batu Alam Menggunakan Metode Hidrotermal”

Penulis menyadari bahwa terselesainya tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan berbagai pihak. Sehubungan dengan hal tersebut, maka penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada :

1. Kedua orang tua Penulis, Fathor Rachman dan Masfufah, serta kakak Penulis, Farizi Rachman dan Jumie Sephie yang telah memberikan dukungan dan doa sehingga Penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini.
2. Bapak Prof. Suminar Pratapa, Ph.D. selaku dosen pembimbing yang telah sabar dalam membimbing dan memberikan wawasan kepada Penulis sehingga Penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini.
3. Bapak Diky Anggoro, M.Si selaku dosen wali yang telah memberikan saran dan wawasan selama Penulis menempuh pendidikan di Departemen Fisika, FIA, ITS.
4. 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.
5. Chaironi Latif sebagai pembimbing dari tim LFP yang telah banyak membantu Penulis dari awal penelitian hingga penulis menyelesaikan laporan tugas akhir, serta anggota tim LFP Dina Mardiana dan Anisa F.M yang telah mengerjakan penelitian bersama dan banyak membantu Penulis dari awal penelitian hingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini.

6. Lailatul Jannah, Firdaus Nusur dan Irma Septi Ardiani yang telah membantu penulis dalam mengoreksi dan memberikan saran maupun masukan selama proses pengerjaan tugas akhir ini.
7. Teman-teman satu bimbingan, Mutia, Dina, Anita, Azaria., Daya dan Sulthon, yang telah banyak membantu selama proses pengerjaan tugas akhir ini.
8. Seluruh tim penelitian bimbingan Bapak Prof. Suminar Pratapa, Ph.D., Mas Han, Mbak Aini, Mas Alif, Mas Aqor dan lain-lain yang telah banyak membantu dalam hal pengolahan data maupun saran kepada Penulis.
9. Penghuni Laboratorium Fisika Bahan yang telah banyak membantu penulis selama proses sintesis hingga penulisan tugas akhir.
10. Teman-teman Penghuni terakhir (Irma, Lutfi, Mbak Otun, Mbak Maslahah, Tanti dan Mira) dan kos kesayangan (Ila, Nilna, Ani, Aini, Kiki, Unyil dan Niken) yang telah memberikan semangat dan dukungan kepada penulis.
11. Teman-teman ANTARES yang telah memberikan semangat dan dukungan kepada Penulis.
12. Dan semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari akan adanya kekurangan dalam penulisan laporan ini karena keterbatasan wawasan dan pengetahuan. Untuk itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak agar lebih baik di masa yang akan datang. Semoga laporan penelitian Tugas Akhir ini dapat berguna dan dimanfaatkan dengan baik sebagai referensi bagi yang membutuhkan serta menjadi sarana pengembangan kemampuan ilmiah bagi semua pihak. Aamiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, Juni 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
COVER	iii
LEMBAR PENGESAHAN.....	Error! Bookmark not defined.
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
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.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Manfaat Penulisan	3
1.6 Sistematika Penulisan	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Baterai Ion Lithium	5
2.2 Lithium Ferro Phospate (LFP)	7
2.3 Metode Pembuatan <i>Lithium Ferro Phospate</i> (LFP)	8
2.3.1 Metode Hidrotermal.....	8
2.3.2 Metode Sol Gel.....	9
2.3.3 Metode <i>Solid State</i>	10
2.4 Bahan pembentuk <i>Lithium Ferro Phospate</i> (LFP)	10

2.4.1	Besi Oksida	10
2.4.2	Li ₂ CO ₃	11
2.4.3	NH ₄ H ₂ PO ₄	11
2.4.4	Cu (<i>Copper</i>)	11
2.4.5	<i>Doping</i>	12
2.5	Karakterisasi	12
2.5.1	XRD (<i>X-rays Diffraction</i>).....	12
2.5.2	FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>)	12
2.5.3	SEM-EDX (<i>Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-ray</i>).....	13
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....		15
3.1	Peralatan dan Bahan	15
3.1.1	Peralatan.....	15
3.1.2	Bahan	15
3.2	Prosedur Penelitian.....	15
3.2.1	Sintesis LFP dengan <i>Doping</i> Cu.....	15
3.2.2	Karakterisasi Sampel	16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		19
4.1	Material Hasil Sintesis.....	19
4.2	Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR).....	24
4.3	Analisis Fasa LFP.....	25
4.4	Analisis Mikrostruktur.....	25
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		31
5.1	Kesimpulan	31
5.2	Saran.....	31
DAFTAR PUSTAKA.....		33

LAMPIRAN	37
BIODATA.....	43

"halaman ini sengaja dikosongkan"

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Proses (A) <i>Charging</i> (B) <i>Discharging</i> Pada Sel Baterai Ion Lithium (Toprakci Dkk. 2010).....	6
Gambar 2.2 Struktur Kristal Lifepo ₄ (Toprakci Dkk. 2010).....	8
Gambar 2.3. Sintesis LiFePO ₄ Dengan Metode <i>Sol Gel</i> (Gao Dkk. 2014).....	9
Gambar 3.1 FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>).....	17
Gambar 3.2 <i>X-Ray Diffractometer</i>	17
Gambar 3.3 Diagram Alir Penelitian LFP.....	18
Gambar 4.1. Serbuk Sampel Sebelum Kalsinasi	20
Gambar 4.2. Serbuk Setelah Kalsinasi 700°C (a) LiFePO ₄ (b) LiFe _{0,97} Cu _{0,03} PO ₄ (c) LiFe _{0,95} Cu _{0,05} PO ₄	20
Gambar 4.3. Pola Difraksi Lfp Dopan Cu 0%, 3% Dan 5% (Ket: L = LiFePO ₄ ; + = Tidak Diketahui).....	22
Gambar 4.4. Spektra Inframerah Material (a) LiFePO ₄ (b) LiFe _{0,97} Cu _{0,03} PO ₄ (c) LiFe _{0,95} Cu _{0,05} PO ₄	24
Gambar 4.5. Hasil SEM (a) LiFePO ₄ (b) LiFe _{0,97} Cu _{0,03} PO ₄ (c) LiFe _{0,95} Cu _{0,05} PO ₄	26
Gambar 4.6. (a) Pemetaan Unsur Material LiFePO ₄ (b) Grafik Hasil <i>Line Analysis</i> Menggunakan Perangkat Lunak <i>Pixel Profile</i> Material LiFePO ₄	27
Gambar 4.7. (a) Pemetaan Unsur Material LiFe _{0,97} Cu _{0,03} PO ₄ (b) Grafik Hasil <i>Line Analysis</i> Menggunakan Perangkat Lunak <i>Pixel Profile</i> Material LiFe _{0,97} Cu _{0,03} PO ₄	27
Gambar 4.8. (a) Pemetaan Unsur Material LiFe _{0,95} Cu _{0,05} PO ₄ (b) Grafik Hasil <i>Line Analysis</i> Menggunakan Perangkat Lunak <i>Pixel Profile</i> Material LiFe _{0,95} Cu _{0,05} PO ₄	28

"halaman ini sengaja dikosongkan"

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1. Bilangan Gelombang Spektra Inframerah Material LFP	25
Tabel 4. 2. Identifikasi Fasa Sampel LFP Dengan Variasi Dopan Cu	21
Tabel 4. 3. Parameter Kecocokan Rietica	23
Tabel 4.4. Parameter Kisi LFP	23
Tabel 4.5. Indeks Dispersibilitas Sampel LFP	29
Tabel 4. 6. Hasil EDX Sampel LFP	29

"halaman ini sengaja dikosongkan"

DAFTAR LAMPIRAN

Gambar 1. Pola Penghalusan Dengan Perangkat Lunak <i>Rietica</i> Sampel LFP <i>Doping</i> Cu 0%	37
Gambar 2. Pola Penghalusan Dengan Perangkat Lunak <i>Rietica</i> Sampel LFP <i>Doping</i> Cu 3%	37
Gambar 3. Pola Penghalusan Dengan Perangkat Lunak <i>Rietica</i> Sampel LFP <i>Doping</i> Cu 5%	38
Gambar 4. Hasil FTIR Material LFP Dengan Dopan Cu 0	38
Gambar 5. Hasil FTIR Material LFP Dengan Dopan Cu 3%	39
Gambar 6. Hasil FTIR Material LFP Dengan Dopan Cu 5%	39
Gambar 7. Hasil SEM Material LFP Dengan Dopan Cu 0%	40
Gambar 8. Hasil EDX Material LFP Dengan Dopan Cu 0%	41
Gambar 9. Hasil SEM Material LFP Dengan Dopan Cu 3%	42
Gambar 10. Hasil EDX Material LFP Dengan Dopan Cu 3%	43
Gambar 11. Hasil SEM Material LFP Dengan Dopan Cu 5%	44
Gambar 12. Hasil EDX Material LFP Dengan Dopan Cu 5%	45

"halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Baterai merupakan kebutuhan manusia yang sangat penting pada era ini karena dibutuhkan untuk menjalankan alat-alat elektronik seperti kendaraan listrik, laptop, *handphone*, lampu, kipas, dan alat elektronik lainnya. Hal ini menyebabkan perlunya peralatan penyimpan energi listrik (baterai) yang efisien, bahan baku mudah diperoleh, ekonomis, ramah lingkungan dan berkapasitas tinggi. Baterai ion lithium memenuhi kriteria yang diperlukan sebagai media penyimpan energi untuk perangkat elektronik portabel, yaitu memiliki kapasitas dan potensi elektrokimia yang tinggi, kepadatan energi yang besar, tahan lama dan dapat diisi ulang (*rechargeable*) (Wu, Li, and Ren, 2011; Oswal, Paul, dan Zhao, 2010).

Baterai lithium terdiri dari tiga komponen utama, yaitu elektrolit, katoda, dan anoda. Terdapat beberapa penelitian material katoda yang telah dikembangkan untuk baterai jenis ion litium, misalnya LiCoO_2 (*lithium cobalt oxide*), LiMn_2O_4 (*lithium mangan oxide*), maupun LiFePO_4 (*lithium ferro phosphate*) (Chew dkk. 2009). Dari ketiga katoda tersebut, LiCoO_2 memiliki kapasitas spesifik tertinggi, yaitu sebesar 220 mAh/g, dan konduktivitas listrik yang tertinggi pula (10^{-3} S/cm), namun material ini harganya mahal serta tidak ramah lingkungan karena mengandung logam berat Co (Ritchie, 2001). Sedangkan LiMn_2O_4 merupakan material yang memiliki kelebihan ramah lingkungan, mudah dibuat, juga harganya terjangkau. Hanya saja material ini memiliki kekurangan berupa kapasitas spesifik dan konduktivitas rendah (10^{-5} S/cm). Selanjutnya LiFePO_4 merupakan material yang saat ini gencar dikembangkan, karena bahan dasarnya relatif murah dan melimpah di alam, kapasitasnya yang sedang (170 mAh/g), ramah lingkungan dan tidak beracun. Namun material ini memiliki kelemahan berupa konduktivitas

listrik rendah (10^{-9} S/m) dan difusi ion lithium lambat (Padhi, Nanjundaswamy, dan Goodenough, t.t.).

Kelemahan konduktivitas LiFePO_4 dapat diatasi dengan beberapa cara, misalnya dengan melakukan *doping* kation *supervalent* atau melapisinya dengan karbon yang bersumber dari glukosa, polimer, dan asam stearat dan dengan mereduksi ukuran partikelnya (Islam, 2016). Pereduksian ukuran dapat meningkatkan kinerja LiFePO_4 sehingga jarak lintasan difusi ion litium menjadi pendek. Kombinasi *doping* dan ukuran nanometer, diharapkan dapat semakin meningkatkan kinerja elektrokimia katoda LFP.

Salah satu bahan utama pada proses sintesis LiFePO_4 adalah Fe (besi) dan diketahui bahwa Fe juga terdapat pada bahan alam, misalnya batu alam. Kondisi ini didukung dengan melimpahnya batu alam yang ada di Kalimantan Selatan yang pemanfaatannya masih belum optimal. Berdasarkan penelitian sebelumnya, batu besi memiliki kandungan Fe yang cukup tinggi, sehingga dimunculkan gagasan untuk memanfaatkan batu besi alam sebagai salah satu bahan dasar pembuatan katoda baterai ion lithium sebagai alternatif pengganti dari serbuk besi komersial yang harganya relatif lebih mahal (Islam, 2016). Batu besi Tanah Laut, Kalimantan Selatan dipilih karena memiliki kandungan Fe yang cukup tinggi yaitu sekitar 89,84 %. Tim Riset Fisika ITS sejak tahun 2015 sudah memproses batu besi alam kemudian menjadikannya bahan dasar komposit LiFePO_4/C (Islam, 2016). Selanjutnya usulan ini dibuat LiFePO_4 dengan *doping* Cu dan variasi temperatur untuk menghasilkan $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ menggunakan metode *hydrothermal*. Penambahan Cu atau *doping* Cu diharapkan tidak mempengaruhi struktur LiFePO_4 , namun dapat meningkatkan gerak kinetiknya dalam kapasitas pengiriman dan *cycling life* (siklus hidup) untuk mereduksi ukurannya (Ajpi dkk, 2013). *Doping* Cu dipilih karena memiliki jari-jari atom yang lebih besar dibandingkan dengan Fe, sehingga diharapkan dapat menghasilkan nilai volume sel yang lebih besar dan dapat meningkatkan konduktivitas listrik dari material yang dihasilkan.

Pada penelitian ini dibuat LiFePO_4 menggunakan metode hidrotermal, yaitu metode yang dilakukan dengan proses kimia yang terjadi pada larutan dengan temperatur di atas temperature didih air. Metode hidrotermal biasanya menggunakan *autoclave*, namun pada penelitian ini tanpa menggunakan *autoclave*. Metode hidrotermal dipilih karena prosesnya yang sederhana dan dapat menghasilkan serbuk dengan keseragaman dan kemurnian yang tinggi.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang sudah dijelaskan pada subbab 1.1, maka diambil perumusan masalah sebagai berikut:

1. Apakah sintesis serbuk LiFePO_4 (LFP) memanfaatkan batu besi Tanah Laut Kalimantan Selatan dengan dopan Cu efektif dilakukan menggunakan metode hidrotermal?
2. Bagaimana pengaruh variasi *doping* terhadap struktur kristal dan mikrostruktur partikel LFP?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah dari Subbab 1.2, diperoleh tujuan penelitian sebagai berikut:

1. Mengetahui proses pembentukan LiFePO_4 dengan *doping* Cu menggunakan metode hidrotermal.
2. Mengetahui pengaruh variasi *doping* Cu terhadap struktur kristal dan mikrostruktur pada partikel LFP.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian tugas akhir ini adalah sintesis partikel LFP *doping* Cu dengan variasi 0%, 3%, dan 5%. Analisis yang dilakukan berdasarkan data hasil uji FTIR, XRD dan SEM.

1.5 Manfaat Penulisan

Penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi dan pengetahuan mengenai proses sintesis LiFePO_4 *doping* Cu dengan

variasi 0%, 3% dan 5% pada gas nitrogen menggunakan metode hidrotermal.

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan dari tugas akhir ini diuraikan sebagai berikut:

1. BAB I : Pendahuluan, berisi uraian mengenai latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, manfaat penelitian dan sistematika penulisan.
2. BAB II : Tinjauan pustaka, berisi teori yang digunakan sebagai acuan dalam penelitian.
3. BAB III : Metodologi penelitian, berisi uraian metodologi yang digunakan untuk menyelesaikan tugas akhir ini, dimana subbabnya terdiri dari peralatan dan bahan, prosedur penelitian, dan diagram alir penelitian.
4. BAB IV : Analisa data dan pembahasan, berisi inti dari penelitian tugas akhir mengenai olah data dari data yang telah didapatkan.
5. BAB V : Penutup, berisi kesimpulan umum atas hasil dari analisa data yang telah dilakukan serta berisi saran untuk penelitian selanjutnya.

BAB II

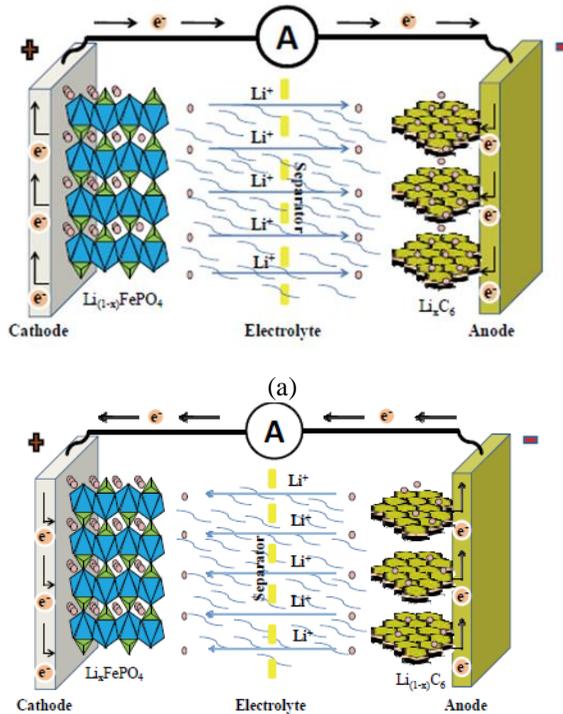
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Baterai Ion Lithium

Baterai adalah perangkat yang dapat mengkonversi energi kimia yang terkandung pada bahan aktif komponen penyusun baterai menjadi energi listrik melalui reaksi elektrokimia reduksi dan oksidasi. Reaksi reduksi adalah reaksi penambahan elektron dan penurunan bilangan oksidasi, sedangkan reaksi oksidasi adalah reaksi pelepasan elektron dan penambahan bilangan oksidasi (Satriady dkk. 2017). Baterai ion lithium terbagi menjadi 2 kelompok utama, yaitu baterai sekunder dan baterai primer. Baterai primer merupakan baterai yang digunakan sekali, yaitu sampai energi di dalamnya habis digunakan. Sedangkan baterai sekunder merupakan penyimpan energi listrik yang dapat diisi ulang setelah digunakan. Pada baterai ion lithium, ion lithium bergerak dari elektroda negatif ke elektroda positif saat dilepaskan, dan kembali saat diisi ulang (Zhu dkk. 2014).

Pada baterai ion lithium akan terjadi proses elektrokimia yaitu perubahan energi kimia menjadi energi listrik melalui proses oksidasi-reduksi saat kondisi *charging* dan *discharging*. 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 saat kondisi *charging* katoda akan menjadi lebih negatif dan anoda menjadi lebih positif sehingga kation akan bergerak ke kutub negatif, sedangkan 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 proses ini, baterai akan menyimpan energi kimia. Sedangkan pada proses pengosongan (*discharging*) akan terjadi aliran ion dan elektron dengan arah berlawanan dari proses *charging*. Pada saat pemakaian atau *discharging*, kondisi sebaliknya terjadi. Muatan

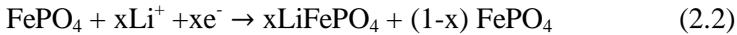
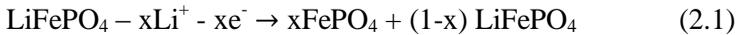
listrik dalam bentuk elektron mengalir dari kutub anoda. Selanjutnya, untuk mengimbangi pergerakan ini, ion-ion lithium yang berasal dari kutub anoda mengalir melalui elektrolit dan menembus pori-pori separator menuju kutub katoda. Kejadian ini terus menerus hingga seluruh muatan ion di katoda habis atau mengalami kesetimbangan muatan. Setelah baterai kosong atau habis, proses *charging* kembali dilakukan. Proses *charging-discharging* dapat dilihat pada gambar 2.1.



(b)
Gambar 2.1 Proses (a) *charging* (b) *discharging* pada sel baterai ion lithium (Toprakci dkk. 2010)

Persamaan 2.1 dan 2.2 menunjukkan interkalasi ion lithium pada proses *charge* dan *discharge* LiFePO_4 . Yaitu

persamaan 2.1 menunjukkan proses ekstraksi ion lithium dari LiFePO_4 untuk mengisi katoda, sedangkan persamaan 2.2 menunjukkan penyisipan ion lithium ke FePO_4 pada proses *discharge* (Wu, Ren, dan Li 2011)

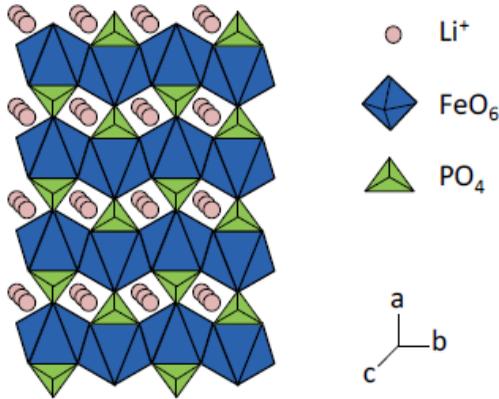


2.2 Lithium Ferro Phosphate (LFP)

Lithium ferro phosphate merupakan material katoda baru yang digunakan untuk baterai ion lithium. LFP memiliki dua tipe utama, yaitu NASICON ($\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$, $\text{Li}_2\text{FeTi}(\text{PO}_4)_3$, atau LiFeP_2O_7) dan olivine (LiFePO_4) (Padhi, Nanjundaswamy, dan Goodenough, t.t.). Kedua tipe ini memiliki kriteria sebagai baterai ion lithium karena memiliki *reversibility* yang baik untuk pasangan redoks $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$. Dalam keadaan oksidasi, ion besi pada LiFePO_4 memiliki bilangan oksidasi 2+, sedangkan $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ memiliki bilangan oksidasi 3+. Baterai ion lithium jenis ini banyak menarik perhatian karena memiliki potensi biaya rendah dan juga ramah lingkungan, yaitu bisa mengurangi biaya katoda sebesar 50% sampai 10% (Jugovic dkk., 2009). Selain itu, LFP juga katoda yang menjanjikan untuk menyalakan kendaraan listrik, kendaraan listrik hibrida, sepeda listrik, dan perkakas listrik karena bahannya yang murah, tidak beracun, dan memiliki tegangan *charge/discharge* sekitar 3,4 V (vs. Li/Li^+) dengan kapasitas teoritis 170 mAh/g (Zhang dkk. 2012). Namun material katoda ini juga memiliki kekurangan berupa konduktifitas elektroniknya yang rendah ($10^{-9} - 10^{-10} \text{ S cm}^{-1}$) dan kecepatan difusi ion Li yang rendah (Ajpi dkk. 2013).

Struktur kristal LiFePO_4 tipe *olivine* dapat dilihat pada gambar 2.2. Space grup dari tipe ini adalah *pbmn*, dimana memiliki parameter kisi a, b dan c masing-masing yaitu 0,6008 nm, 1,0334 nm dan 0,4693 nm. Li dan Fe berada di situs oktahedral, sedangkan P terletak di situs tetrahedral dengan distorsi dikemas kerangka *hexagonal close-packed*. Dari struktur itu ada

terowongan satu dimensi yang dibentuk oleh *edge shared* Li oktahedral dimana Li^+ bermigrasi melalui terowongan ini. Hambatan utama untuk mencapai kapasitas teoritis adalah konduktivitas elektronik intrinsik dan kecepatan difusi ion Li^+ yang rendah (Zhang dkk. 2012).



Gambar 2.2 Struktur kristal LiFePO_4 (Toprakci dkk., 2010)

2.3 Metode Pembuatan *Lithium Ferro Phosphate* (LFP)

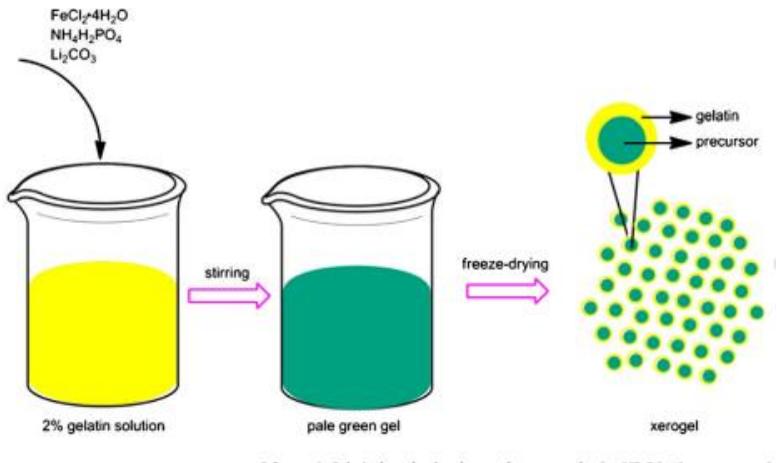
Terdapat beberapa metode yang telah dikembangkan untuk membuat material katoda LFP, yaitu metode *solid state*, *hydrothermal*, *sol gel*, *microwave heating*, *carbothermal reduction*, *spray pyrolysis* dan lain-lain (Zhang dkk. 2012).

2.3.1 Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal merupakan metode sintesis berupa proses kimia yang terjadi dalam larutan cair yang dicampur menggunakan suhu diatas suhu titik didih air (Toprakci, dkk). Sintesis hidrotermal adalah metode yang berguna untuk mempersiapkan partikel halus, dimana metode ini memiliki beberapa keunggulan seperti proses sintesis yang sederhana dan

rendahnya konsumsi energi (Zhang dkk. 2012). Sintesis hidrotermal biasanya dilakukan dalam sistem tertutup disebut *autoclave*. Oleh karena itu, sintesis hidrotermal adalah metode yang relatif mudah dan bisa digunakan untuk menghasilkan serbuk dengan keseragaman dan kemurnian yang tinggi. Sintesis hidrotermal dimulai dengan pencampuran dari prekursor dengan rasio stoikiometri yang tepat dalam larutan (Satyavani, Srinivas Kumar, dan Subba Rao 2016).

2.3.2 Metode Sol Gel



Gambar 2 3. Sintesis LiFePO_4 dengan metode *sol gel* (Gao dkk. 2014)

Metode sol gel merupakan metode yang dilakukan pada suhu rendah. Dimana metode *sol gel* ini dilakukan untuk menjamin kemurnian dan homogenitas sampel. Pada proses ini dilakukan kontrol terhadap struktur material dengan skala nanometer sejak tahap awal pengolahan. *Sol* adalah dispersi (pergerakan) partikel koloid dalam cairan, sedangkan koloid adalah partikel padat dengan diameter 1-100 nm. Berhubungan pula dengan gel, yaitu jaringan kaku dengan pori-pori berdimensi

submikrometer dan rantai polimer yang rata-rata panjangnya lebih besar daripada mikrometer. Istilah *gel* mencakup beragam kombinasi zat (Jugović dan Uskoković 2009). (Gao dkk. 2014), menyampaikan pada penelitiannya telah berhasil menggunakan metode *sol gel* dan mendapatkan ukuran partikel 100-300 nm dengan *density* 1,42 g/cm³. Gambar 2.3 menunjukkan sintesis LiFePO₄ dengan metode *sol gel*.

2.3.3 Metode *Solid State*

Metode *solid state* merupakan metode konvensional dalam sintesis material katoda *lithium ferro phosphate* (LFP). Produk material katoda yang dihasilkan melalui metode ini berbentuk partikel non-uniform, nanokristal dan cenderung membutuhkan waktu sintesis yang lebih lama (Zhang dkk. 2012). Selain itu metode ini membutuhkan temperature kalsinasi yang tinggi, energi yang tinggi, waktu proses pemanasan yang panjang dan dalam lingkungan atmosfer tertentu agar bahan dasar atau bahan baku seluruhnya bereaksi menjadi material katoda tanpa adanya pengotor (Toprakci dkk. 2010).

2.4 Bahan pembentuk *Lithium Ferro Phosphate* (LFP)

LFP dapat terbentuk oleh campuran beberapa bahan, diantaranya adalah batu besi, Li₂CO₃ (*lithium carbonate*), dan NH₄H₂PO₄ (*ammonium dihydrogen phosphate*). Sedangkan untuk bahan *doping* menggunakan Cu (*copper*).

2.4.1 Besi Oksida

Besi oksida merupakan metal oksida yang banyak melimpah di dalam tanah yang dibentuk oleh protonasi dan pelepasan Fe yang keluar dari mineral primer atau sekunder karena proses oksidasi. Besi oksida dalam tanah terdiri dari goetit (α -FeOOH), hematite (α -Fe₂O₃), lepidokrosit (γ -FeOOH), maghemit (γ -Fe₂O₃), magnetit (Fe₃O₄) dan ferrihidrit (5Fe₂O₃·9H₂O atau Fe₅HO₈·4H₂O) mempunyai tingkat reaktivitas yang berbeda-beda terhadap ion-ion dalam tanah yang dipengaruhi oleh muatan negatif dan positif dari permukaan besi oksida

tersebut (Annisa dan Hanudin 2013). Besi oksida adalah senyawa kimia yang terdiri dari besi dan oksiden. Secara alamiah bahan-bahan tersebut ditemukan dalam bentuk mineral oksida besi berupa magnetic (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Perbedaan suhu kalsinasi akan menghasilkan berbagai bentuk fasa oksida besi, dimana Fe_3O_4 (suhu ruang), $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (kalsinasi 200°C) dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (kalsinasi 300°C - 600°C) (Aji, Yulianto, dan Bijaksana 2007).

2.4.2 Li_2CO_3

Lithium carbonate (Li_2CO_3) baik sebagai produk reaksi konversi maupun komponen penting dari lapisan *solid electrolyte interphase* (interphase elektrolit padat) pada anoda baterai ion lithium, diketahui secara kimia tidak aktif dalam *reducing* dan *oxidizing* atmosfer (Tian dkk. 2015). Karakteristik dari bahan ini yaitu butiran atau serbuk berwarna putih, memiliki titik lebur 720°C (1330°F), kelarutan dalam air yaitu $1,3\text{ g}/100\text{ cc}$ pada suhu 20°C , berat molekul $73,89\text{ g/mol}$ dan titik didih terdekomposisi pada suhu 1310°C (2390°F) (MSDS 2001).

2.4.3 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

Ammonium dihydrogen phosphate merupakan bahan yang memiliki karakteristik berbentuk kristal granular, berwarna putih, tidak berbau, memiliki berat molekul 115 g/mol , densitas $1,619\text{ g/ml}$, titik leleh 190°C , mudah larut dalam air serta tidak larut dalam aseton dan alkohol (MSDS 2001).

2.4.4 Cu (*Copper*)

Tembaga atau Cu merupakan logam berbentuk kristal dengan warna kemerahan. Dalam tabel periodik unsur-unsur kimia, tembaga menempati posisi dengan nomer atom 29 dan mempunyai berat atom 63,546. Unsur tembaga di alam dapat ditemukan dalam bentuk logam bebas, akan tetapi lebih banyak ditemukan dalam bentuk persenyawaan atau sebagai senyawa padat dalam bentuk mineral (Prihatiningsih 2007).

2.4.5 Doping

LiFePO₄ adalah semikonduktor yang ditentukan oleh strukturnya. Perpindahan elektron-elektron dibatasi oleh ikatan Fe-O dan difusi Li⁺ dibatasi oleh ikatan Li-O. *Coating* LiFePO₄ dengan material konduktif tidak merubah parameter struktur dan tidak memiliki pengaruh pada perubahan konduktivitas di *lattice parameters*, ketika ion-ion masuk ke struktur LiFePO₄ bisa merubah hal tersebut. Itu merupakan metode yang efektif untuk meningkatkan konduktivitas elektronik dan koefisien difusi Li⁺. Banyak peneliti telah membuat banyak pencapaian. Variasi ion-ion telah diusahakan untuk *doping* di dalam LiFePO₄. Berdasarkan tempat yang berbeda, dapat diklasifikasikan sebagai *doping* pada site Li (M1), Fe(M2) dan site O (Yang dkk. 2016).

2.5 Karakterisasi

2.5.1 XRD (X-rays Diffraction)

Prinsip yang digunakan dalam instrument XRD berdasarkan pendekatan hukum Bragg yang menyatakan jika suatu sinar-X ditembakkan pada permukaan kristal dengan sudut maka sinar-X tersebut akan dipantulkan oleh lapisan yang ada pada permukaan dengan sudut pantul yang sama dengan sudut datangnya. Secara matematik, hukum Bragg dinyatakan dalam persamaan berikut,

$$n \cdot \lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (2.3)$$

Dalam hal ini d_{hkl} merupakan jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut datang pada bidang normal, dan n adalah bilangan bulat suatu fasa. Apabila sudut pantul melewati sudut tersebut maka akan terjadi interferensi destruktif (Cullity 1956).

2.5.2 FTIR (Fourier Transform Infrared)

FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan metode yang umum digunakan untuk mengukur frekuensi getaran dari ikatan kimia antar atom. Pada FTIR, sumber radiasi IR pita lebar direfleksikan pada sampel (atau dikirim untuk sampel tipis). Panjang gelombang penyerapan yang terjadi diidentifikasi dengan

mengukur perubahan intensitas setelah cahaya setelah refleksi (transmisi) sebagai fungsi dari panjang gelombang. Panjang gelombang penyerapan ini merupakan eksitasi dari getaran pada ikatan kimia dan gugus pada atom yang terlibat dalam vibrasi-getaran, sensitivitas terhadap ikatan yang berbeda (gugus kimia) sangat bervariasi, mulai dari nol (tidak ada *coupling* radiasi IR untuk eksitasi vibrasi karena aturan seleksi dipol) hingga cukup tinggi untuk mendeteksi submonolayer. Intensitas dan bentuk garis juga sensitif terhadap efek solid state lokal, seperti tekanan, regangan dan cacat, sehingga kuantifikasi sulit dilakukan, tapi dengan standar akurasi 5-10 % yang sesuai dalam konsentrasi dapat dicapai.

Sensitivitas sampel terhadap pengaruh lingkungan yang memodifikasi ikatan kimia dan kebutuhan untuk mengkalibrasi data spectral inframerah untuk metode seperti referensi sebagai aktivasi neutron, gravimetric dan *wet chemistry* cenderung sedikit menurunkan pengukuran untuk pekerjaan kuantitatif. Tujuan dasar eksperimen inframerah adalah untuk menentukan perubahan intensitas sinar radiasi inframerah sebagai fungsi dari panjang gelombang atau frekuensi (masing-masing 2,5-50 μm atau 4000-200 cm^{-1}) setelah beraksi dengan sampel. Inti dari sebagian besar konfigurasi alat adalah spektrofotometer inframerah yang berfungsi untuk mendispersikan cahaya dari sumber *broadband* inframerah dan untuk mengukur intensitas pada masing-masing frekuensi. Rasio intensitas sebelum dan sesudah cahaya berinteraksi dengan sampel ditentukan. Plot rasio tersebut dibandingkan dengan spektrum inframerah (Brundle, 1992).

2.5.3 SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray*)

SEM adalah instrumen mikroskop untuk mengamati penampakan suatu material dengan resolusi tinggi yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya. Analisis SEM berguna untuk mempelajari topografi material yang meliputi tekstur atau sifat permukaan, morfologi, bentuk, ukuran dan

susunan partikel penyusun material yang berada pada permukaan sampel. Prinsip kerja dari SEM adalah electron ditembakkan dari katoda filamen ke arah sampel. Saat terjadi interaksi antara electron dengan sampel, electron kehilangan sejumlah energi sehingga terjadi pemantulan dan emisi electron akan terdeteksi oleh detektor yang dapat divisualisasikan menjadi gambar morfologi dari suatu kristal. Tipe-tipe sinyal yang dapat dihasilkan oleh SEM dapat berupa *Secondary Electron* (SE), *Back-Scattered Electron* (BSE) dan sinar-X (Smith dan Oatley 1955). SEM dapat dilengkapi dengan EDX (*energy dispersive X-Ray*), yaitu instrument yang berguna untuk mendapatkan informasi tentang komposisi unsur yang terdapat pada sampel padatan (West, 1984).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan untuk penelitian ini terdiri dari peralatan preparasi sampel dan peralatan karakterisasi. Pada preparasi sampel, peralatan yang digunakan adalah gelas beker, spatula besi, spatula kaca, *hot plate* dan *magnetic bar*, neraca digital, gelas ukur, pipet, *furnace*, *crucible*, mortar, kertas pH dan kertas saring. Sedangkan peralatan untuk karakterisasi terdiri dari *spectrophotometer* FTIR, *X-Ray Diffractometer* dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)*.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk penelitian ini yaitu bijih besi tanah laut Kalimantan Selatan, Li_2CO_3 , HCl 37%, alkohol, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, aquades, ammonium solution (NH_4OH), Cu dan H_2O_2 .

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Sintesis LFP dengan *Doping* Cu

Sintesis LFP dimulai dengan melarutkan 8 gram batu besi tanah laut Kalimantan Selatan yang sudah ditumbuk menjadi kerikil ke dalam 100 ml HCl 37% menggunakan *magnetic stirrer* selama 90 menit kecepatan 6 dan suhu 100°C . Setelah itu larutan ini disaring menggunakan kertas saring selama satu hari dan larutan ini disebut sebagai larutan I. Serbuk Li_2CO_3 sebanyak 1,92 gr dilarutkan ke dalam 10 ml HCl 37% yang *distirrer* dengan kecepatan 6 selama 5 menit. Larutan ini disebut sebagai larutan II. Larutan III yaitu 6 gr $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ yang dilarutkan ke dalam aquades dan *distirrer* dengan kecepatan 6 selama 5 menit. Cu dilarutkan dengan 3% H_2O_2 dan HCl 37% selama 30 menit menghasilkan larutan IV. Larutan IV dengan variasi mol 3% dan

5% ditambahkan dengan larutan I *distirrer* kecepatan 6 selama 5 menit, dilanjutkan dengan penambahan larutan II dan larutan III. Larutan ini kemudian dinamakan sebagai larutan V. Larutan V *distirrer* dengan kecepatan konstan sampai semua larutan sudah tercampur sempurna. Kemudian larutan V ditetesi dengan NH_4OH menggunakan pipet tetes sampai pH mencapai 4. Larutan ini *distirrer* dengan suhu 100°C selama 1 jam. Setelah satu jam, suhu dinaikkan sampai 350°C untuk pengeringan sampel. Proses ini sudah membentuk sampel yang selanjutnya dikalsinasi selama 10 jam menggunakan *furnace gas inert* nitrogen dengan suhu 700°C .

3.2.2 Karakterisasi Sampel

Karakterisasi sampel pada penelitian ini menggunakan FTIR, XRD dan SEM. Karakterisasi spektroskopi inframerah (FTIR) digunakan untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi pada sampel LFP. Karakterisasi dilakukan di departemen Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Gambar alat ditunjukkan pada Gambar 3.1.

Karakterisasi XRD pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan *X-rays diffractometer* yang ada di departemen Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Gambar alat ditunjukkan pada Gambar 3.2. Pengukuran menggunakan target Cu ($\lambda = 154060 \text{ \AA}$) dengan sudut 10° - 70° . Pola difraksi hasil XRD yang diperoleh, dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *match!*, yaitu untuk mengidentifikasi fasa dari sampel. Analisis kuantitatif dilakukan dengan menggunakan Perangkat lunak *Rietica*. Perangkat lunak *Rietica* berprinsip pada metode *Rietveld* yang dilakukan untuk mengetahui komposisi fasa dan parameter kisi, dimana metode *Rietveld* merupakan metode pencocokan pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur.

SEM digunakan untuk mengetahui morfologi dari sampel LiFePO_4 , $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ dan $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$, sedangkan

EDX digunakan untuk mengetahui unsur dominan yang terdapat pada sampel. Pengujian dilakukan di Laboratorium Energi (LPPM) yang ada di Institut Teknologi Sepuluh Nopember.



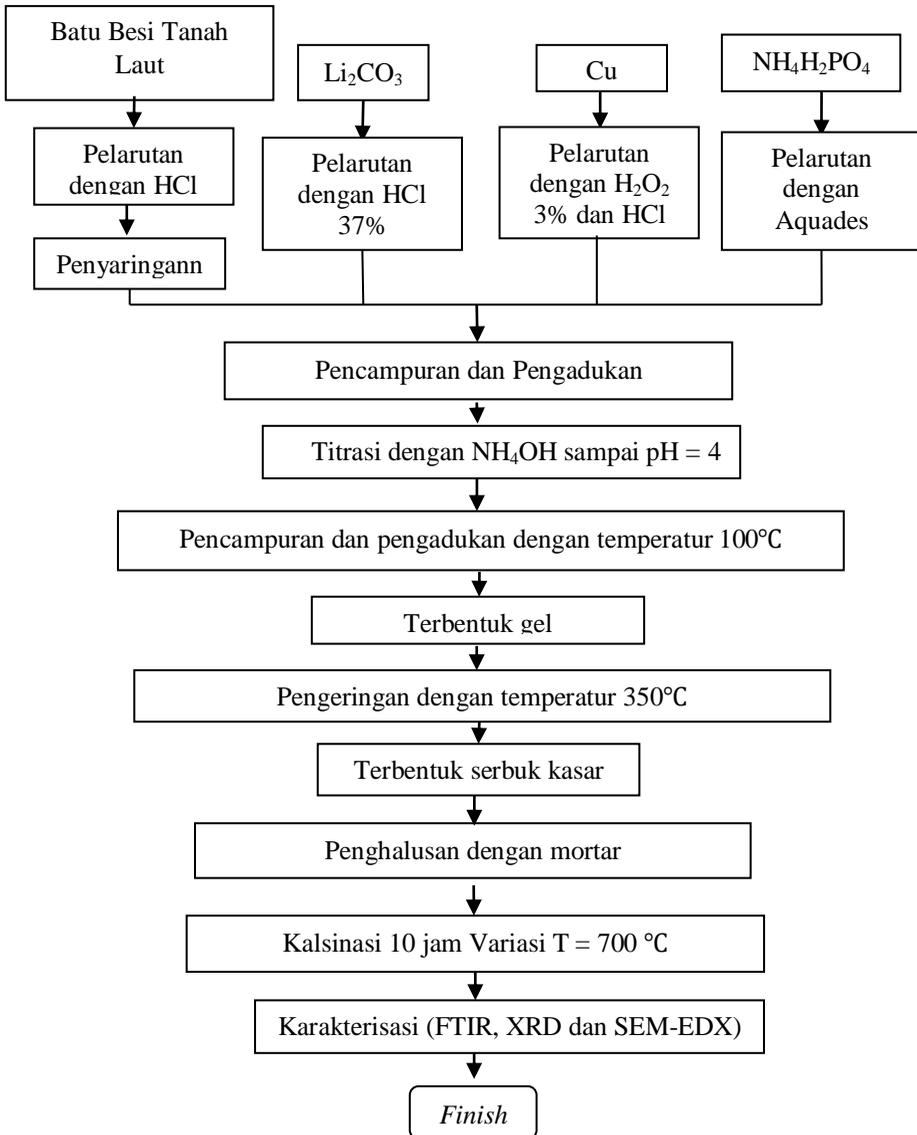
Gambar 3.1 FTIR (*Fourier Transform Infrared*)



Gambar 3.2 X-Ray Diffractometer

3.1 Diagram Alir Penelitian

Gambar 3.1 merupakan diagram alir penelitian LFP.



Gambar 3.3 Diagram alir penelitian LFP.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Material Hasil Sintesis

Sintesis LiFePO_4 menggunakan bahan dasar berupa batu besi tanah laut Kalimantan Selatan sebagai sumber Fe. Metode yang dilakukan pada penelitian ini adalah metode hidrotermal tanpa menggunakan *autoclave*. Metode hidrotermal merupakan metode sintesis berupa proses kimia yang terjadi dalam larutan cair yang dicampur menggunakan suhu di atas suhu titik didih air (Topracki dkk. 2010).

Penelitian ini diawali dengan pembuatan bahan dasar sampel LFP menggunakan prosedur yang sudah dijelaskan pada bab III. Berdasarkan metode tersebut dihasilkan sampel berupa serbuk seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Warna yang terlihat dari sampel dasar berupa hijau tua. Warna ini berbeda dengan serbuk yang sudah dikalsinasi pada lingkungan gas nitrogen suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$. Suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ digunakan karena menurut Satyavani, temperatur pada kalsinasi akhir sangat berpengaruh terhadap pembentukan struktur, ukuran partikel dan kapasitas *discharge* LiFePO_4 (Satyavani, Srinivas Kumar, dan Subba Rao 2016). Terbukti pada serbuk yang sudah dikalsinasi menunjukkan perubahan warna menjadi abu-abu. Gambar 4.2 (a), (b) dan (c) merupakan serbuk LiFePO_4 , $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ dan $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$. Warna serbuk LiFePO_4 yang tidak *didoping* maupun yang *didoping* menunjukkan warna yang sama. Hal ini menunjukkan bahwa *doping* Cu tidak merubah kondisi fisik dan warna, sehingga mengindikasikan bahwa sintesis dengan *doping* Cu menghasilkan struktur yang sama dengan LiFePO_4 tanpa *doping*. Selanjutnya untuk memastikan fasa LFP sudah terbentuk atau tidak, dilakukan uji *X-rays Diffraction* (XRD).



Gambar 4 1. Serbuk sampel sebelum kalsinasi



(a)

(b)



(c)

Gambar 4.2. Serbuk setelah kalsinasi 700°C (a) LiFePO_4 (b) $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ (c) $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$

4.2 Analisis Fasa LFP

Gambar 4.3 menunjukkan pola-pola difraksi sinar x sampel LFP yang telah dikalsinasi dengan dopan Cu 0%, 3% dan 5%. Hasil pencocokan yang dilakukan dengan perangkat lunak *Match!*

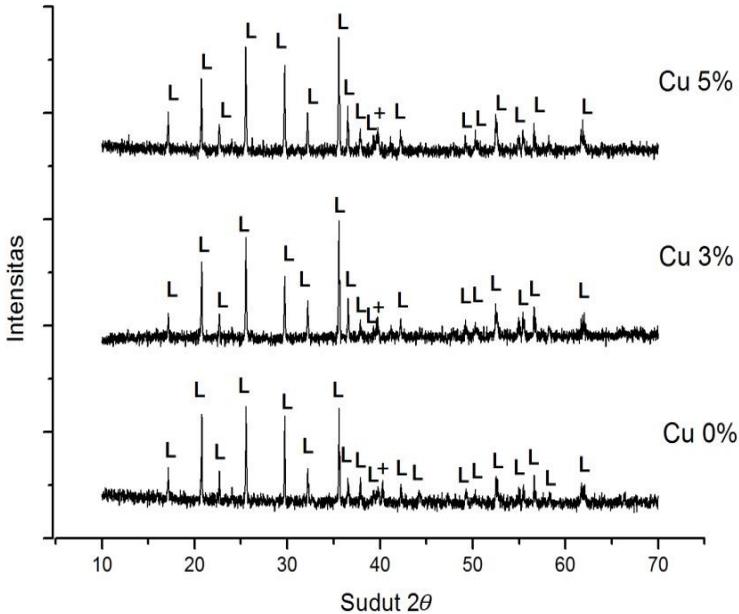
diperoleh 2 fasa yang terbentuk pada sampel, yaitu LiFePO_4 dengan nomer PDF 96-110-1112 dan 1 puncak tidak teridentifikasi yang berada pada sudut sekitar $40,26^\circ$ dengan intensitas yang relatif kecil. Hasil ini menunjukkan sampel LiFePO_4 , $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ dan $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ memiliki kemurnian yang relatif tinggi. Identifikasi fasa yang terdapat pada sampel ditunjukkan pada Tabel 4.1. Puncak-puncak yang terbentuk pada sampel menunjukkan pola yang hampir sama, yaitu puncak-puncak tertingginya merupakan fasa LFP dan hanya terdapat 1 puncak bukan LFP dari keseluruhan puncak yang terbentuk. Hasil XRD pada sampel tidak membentuk fasa baru (impuritas) yang mengandung Cu, sehingga dapat diindikasikan keberhasilan *doping*. Namun, bukti ini perlu didukung dengan melihat parameter sel pada sampel.

Tabel 4. 1. Identifikasi Fasa Sampel LFP dengan Variasi Dopan Cu

Sampel LFP Dopan	Jumlah puncak	
	LiFePO_4 (<i>Olivine</i>)	X (tidak dikenal)
Cu		
0%	19 puncak	1 Puncak
3%	18 Puncak	1 Puncak
5%	17 Puncak	1 Puncak

Analisis lebih lanjut dari pola difraksi sampel LFP yaitu analisis *Rietveld* melalui perangkat lunak *Rietica* untuk mengetahui komposisi fasa dari sampel. Analisis *Rietveld* adalah sebuah metode pencocokan tak-linier kurva pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur yang didasarkan pada data stuktur kristal dengan menggunakan metode kuadrat terkecil (*least-squares*) (Pratapa, 2011). Syarat umum keberhasilan data hasil *rietica* dapat diterima yaitu jika *R-profile* (R_p), *R-weighted profile* (R_{wp}) dan *R-expected* (R_{exp}) memiliki nilai kurang dari 20%, X^2 (*GoF*) memiliki nilai kurang dari 4% dan *Bragg R-factor* memiliki nilai kurang dari atau sama dengan 5. Tabel 4.2 menunjukkan parameter kecocokan *Rietica* dari sampel LFP yang telah dianalisis. Nilai yang diperoleh memenuhi syarat

keberhasilan analisis, sehingga data yang ditampilkan dari perangkat lunak *Rietica* dapat diterima.



Gambar 4.3. Pola difraksi LFP dopan Cu 0%, 3% dan 5% (Ket: L = LiFePO_4 ; + = tidak diketahui)

Pengaruh penambahan persentase dopan terhadap parameter sel ditunjukkan pada Tabel 4.3. Parameter sel pada sampel meningkat seiring dengan bertambahnya persentase *doping* Cu. Selanjutnya parameter sel yang meningkat, menyebabkan nilai volume selnya juga meningkat. Sampel LiFePO_4 tanpa *doping* memiliki volume sel $278,564 \text{ \AA}^3$. Sampel $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ bertambah sebesar $0,475$ dari nilai tersebut, yaitu $279,039 \text{ \AA}^3$. Nilai volume sel dari sampel $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$

juga bertambah sebesar $1,814 \text{ \AA}^3$ dari volume sel sampel $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$, yaitu $280,853 \text{ \AA}^3$. Peningkatan volume sel ini diharapkan meningkatkan performa LFP, yaitu dapat melepaskan ion Li pada proses *charge discharge*.

Volume sel yang besar, membuat rongga LFP juga semakin besar sehingga dapat mempercepat pergerakan ion Li. Hal inilah yang membuat performa LFP semakin meningkat. Peningkatan performa LFP sebagai bahan katoda dapat meningkatkan performa dari baterai ion lithium. Hal ini dapat membantu proses interkalasi, yaitu ion lithium melakukan migrasi dari katoda lewat elektrolit ke anoda atau sebaliknya tanpa terjadi perubahan struktur kristal dari bahan katoda dan anoda. Interkalasi ion lithium pada saat proses *charge* dan *discharge* dapat dilihat pada persamaan 2.1 dan 2.2, dimana setiap putaran saat *charging discharging*, ion-ion lithium bergerak bolak-balik antara katoda dan anoda. Selanjutnya untuk mengetahui vibrasi gugus pada sampel dilakukan uji spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR).

Tabel 4. 2. Parameter Kecocokan Rietica

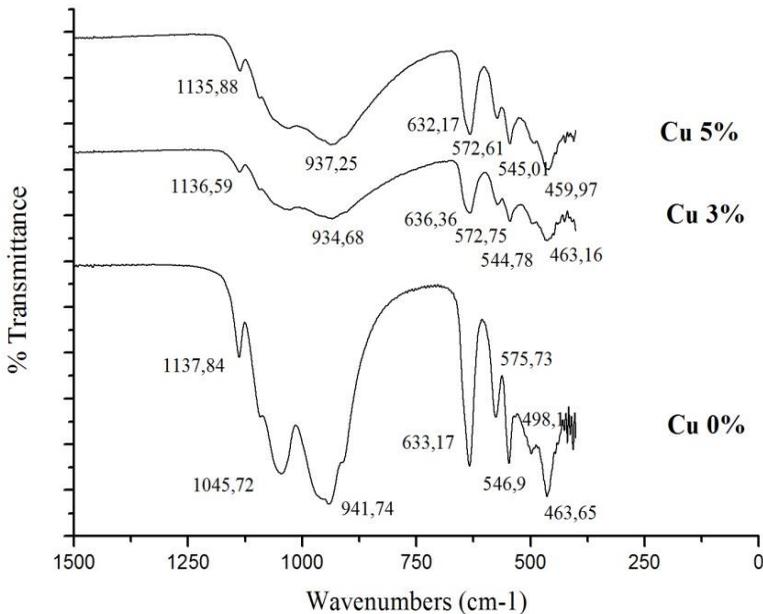
Sampel LFP	R_p	R_{wp}	R_{exp}	X^2 (GoF)	Bragg
					R- faktor
LiFePO_4	4,09	5,3	4,22	1,6	2,64
$\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$	3,94	5,08	4,19	1,5	3,65
$\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$	3,88	4,93	4,15	1,4	2,26

Tabel 4.3. Parameter Kisi LFP

Sampel LFP	Parameter Sel			Volume Sel (\AA^3)
	a (\AA)	b (\AA)	c (\AA)	
LiFePO_4	10,1786	5,9191	4,6237	278,5765
$\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$	10,1829	5,9207	4,6283	279,0397
$\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$	10,2062	5,9332	4,6379	280,8534

4.3 Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR)

Karakterisasi spektroskopi inframerah digunakan untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi pada sampel LFP. Spektra inframerah LiFePO_4 , $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ dan $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ dapat ditunjukkan pada Gambar 4.4. Gambar tersebut menunjukkan spektra sampel LiFePO_4 berada pada rentang yang hampir sama dengan $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ maupun $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$.



Gambar 4.4. Spektra Inframerah material (a) LiFePO_4 (b) $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ (c) $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$

Tabel 4.4 menunjukkan bilangan gelombang spektra inframerah pada material LFP. Puncak- puncak hasil FTIR berada pada bilangan gelombang dengan rentang $1200\text{--}500\text{ cm}^{-1}$.

Menurut Huang, hasil FTIR menunjukkan bahwa puncak-puncak absorbansi pada rentang panjang gelombang 800–1200 cm^{-1} merupakan puncak absorbansi dari material-material kristalin berbasis pospat. Spektrum FTIR yang diperoleh pada penelitian ini memiliki korelasi dengan hasil senyawa berbasis fosfat lainnya. Selain itu pola spektrum FTIR dari senyawa $\text{LiFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{PO}_4$ cocok dengan LiFePO_4 yang merupakan signifikasi dari penelitian (Jayaprakash, Kalaiselvi, dan Periasamy 2008). Untuk mengetahui indikasi keberhasilan *doping* Cu dapat dilihat dari hasil EDX.

Tabel 4.4. Bilangan gelombang spektra inframerah material LFP

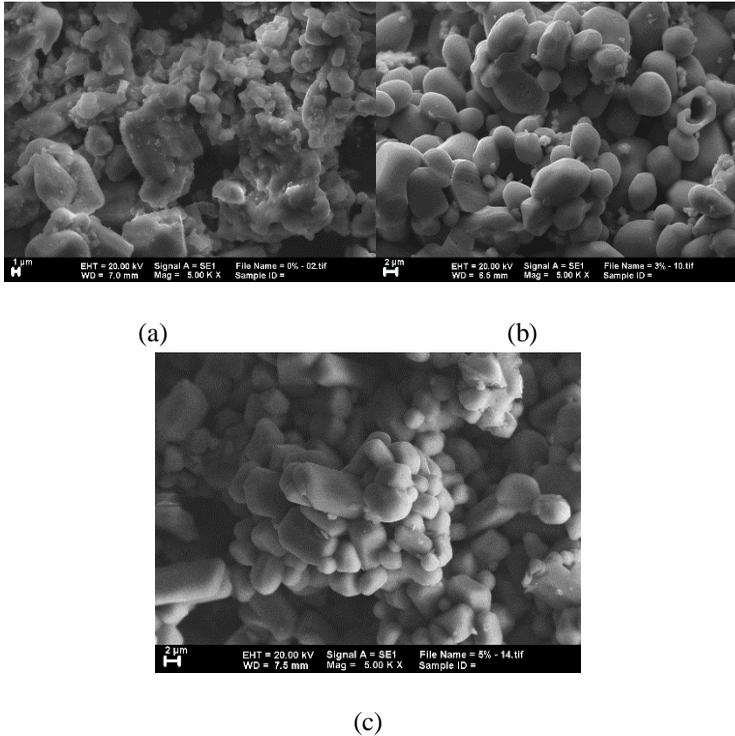
Gugus Fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})			
	Referensi	LiFePO_4	$\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$	$\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$
Vibrasi gugus-gugus phospat P–O	1200-800	1137,84 dan 1045,72	1136,59	1135,88
Vibrasi kisi oktahedral FeO_6 , deformasi PO_4^{3-} , ikatan valensi group PO_4	1100-800 700-400	941,74 633,17; 575;546, 99; 498,10; 463,65	934,68 632,36; 572,5 dan 463,16	937,25 632,17; 572, 61, 545,01 dan 459

Referensi: (P.Jozwiak, 2006)

4.4 Analisis Mikrostruktur

Hasil pengamatan SEM ditampilkan pada Gambar 4.5. Gambar 4.5 (a) merupakan sampel LiFePO_4 , 4.5 (b) $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ dan Gambar 4.5 (c) adalah sampel $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$. Secara morfologi, partikel pada sampel tanpa *doping* dengan sampel yang *didoping* menunjukkan bentuk yang berbeda. Pada sampel tanpa *doping* (Gambar 4.5 (a)) terbentuk partikel yang berlapis dan tidak beraturan, sedangkan pada

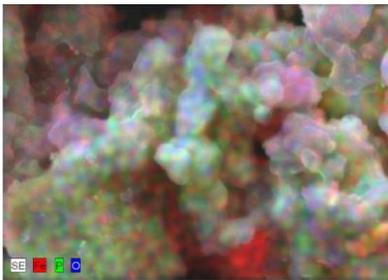
sampel *doping* Cu (Gambar 4.5 (b) dan (c)) terlihat partikel-partikel yang berbentuk bulat. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang disampaikan oleh Ni dkk. (2005).



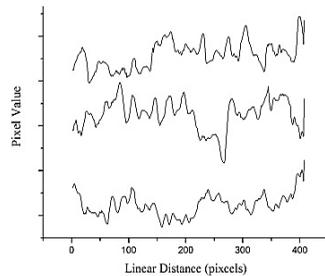
Gambar 4.5. Hasil SEM (a) LiFePO_4 (b) $\text{LiFe}_{0.97}\text{Cu}_{0.03}\text{PO}_4$ (c) $\text{LiFe}_{0.95}\text{Cu}_{0.05}\text{PO}_4$

Analisis EDX digunakan untuk mengetahui komposisi dan persentase dari unsur yang terdapat pada sampel LFP. Gambar 4.6(a), Gambar 4.7(a) dan Gambar 4.8(a) menunjukkan distribusi unsur LFP masing-masing sampel dengan *doping* Cu 0%, 3% dan 5%. Perbesaran yang digunakan pada gambar sebesar 10.000 kali. Unsur yang ditampilkan pada hasil *mapping* (pemetaan)

terdiri dari Fe (besi), P (fosfor) dan O (oksigen), yaitu 3 unsur dominan yang terdapat pada sampel. Unsur-unsur tersebut ditampilkan dengan warna yang berbeda untuk memudahkan dalam melihat persebarannya. Unsur Fe diwakili dengan warna merah, unsur P diwakili dengan warna hijau, unsur O diwakili dengan warna biru tua dan unsur Cu diwakili dengan warna biru muda.

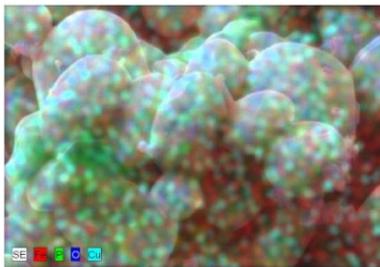


(a)

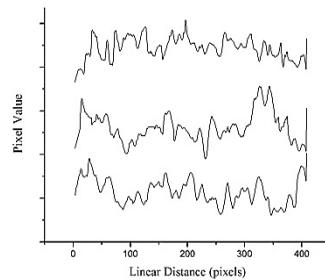


(b)

Gambar 4.6. (a) Pemetaan unsur material LiFePO_4 (b) Grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *pixel profile* material LiFePO_4

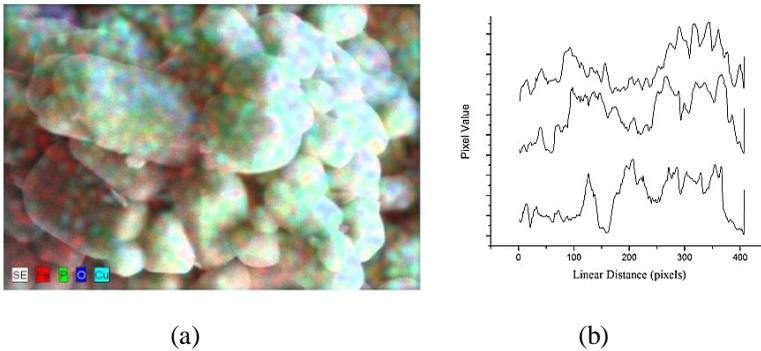


(a)



(b)

Gambar 4.7. (a) Pemetaan unsur material $\text{LiFe}_{0.97}\text{Cu}_{0.03}\text{PO}_4$ (b) Grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *pixel profile* material $\text{LiFe}_{0.97}\text{Cu}_{0.03}\text{PO}_4$



Gambar 4.8. (a) Pemetaan unsur material $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ (b) Grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *pixel profile* material $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$

Data hasil EDX dapat digunakan untuk mengetahui homogenitas dari sampel. Analisis kuantitatif yang digunakan yaitu menggunakan perangkat lunak *pixel profile*, dimana prinsip dasarnya menarik garis pada gambar hasil EDX yang akan memunculkan 3 intensitas warna dasar, yaitu warna merah, hijau dan biru. Selanjutnya untuk mengetahui persebaran Fe (warna merah), dibuat grafik seperti yang ditunjukkan pada 4.6 (b), 4.7(b) dan 4.8(b). Data pada grafik ini selanjutnya digunakan untuk menghitung nilai indeks dispersibilitas menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Indeks dispersibilitas} = \frac{\text{Standard deviasi}}{\text{Intensitas rata-rata}}$$

Hasil perhitungan indeks dispersibilitas ditunjukkan pada Tabel 4.5. Indeks dispersibilitas berhubungan dengan homogenitas, yaitu indeks dispersibilitas yang lebih kecil menunjukkan distribusi unsur yang lebih homogen. Berdasarkan tabel, nilai indeks dispersibilitas dari yang paling rendah ke yang paling tinggi dimiliki oleh sampel $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$, LiFePO_4 dan

sampel $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$. Hal ini menunjukkan bahwa distribusi unsur yang paling homogen adalah sampel $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$, dilanjutkan dengan sampel LiFePO_4 dan sampel $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$. Sampel $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ homogenitasnya cenderung paling rendah, sehingga unsur pada sampel ini memiliki kecenderungan untuk mengalami aglomerasi. Aglomerasi dapat menurunkan konduktivitas listrik karena dapat memperlebar jarak difusi sehingga mempengaruhi pergerakan ion Li saat transfer muatan pada proses *charging-discharging* (Mauliana, 2015).

Tabel 4.5. Indeks Dispersibilitas sampel LFP

Sampel LFP	I (Indeks Dispersibilitas)
LiFePO_4	0,219
$\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$	0,217
$\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$	0,343

Tabel 4. 6. Hasil EDX sampel LFP

Sampel LFP	% atom			
	Fe	O	P	Cu
LiFePO_4	21,14	65,4	13,45	-
$\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$	18,34	64,50	16,74	0,42
$\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$	21,25	61,28	16,93	0,54

Hasil analisis EDX berupa persentase atom LFP ditunjukkan pada Tabel 4.6. Tabel ini menampilkan % atom dari sampel LFP. Pada sampel $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ dan $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ terdapat kandungan % atom Cu masing- masing sebesar 0,42% dan 0,54%. Nilai ini sudah sesuai dengan teori bahwa penambahan Cu akan membuat persentase kandungannya dalam sampel meningkat. Namun persentase tersebut belum sesuai dengan perhitungan *doping* yang digunakan, yaitu persentase atom untuk *doping* yang berhasil menyisip pada sampel hanya sebagian kecil. Pada sampel $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$, kandungan % atom Cu yang menyisip pada Fe sebesar 2,2%, sedangkan pada sampel

$\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$, kandungan % atom Cu yang berhasil menyisip pada Fe sebesar 2,6%. Hal ini dimungkinkan akibat aglomerasi pada sampel, sehingga mempengaruhi hasil EDX yang didapatkan. Namun secara umum terjadi pola peningkatan persentase dari atom Cu seiring dengan penambahan *doping* pada sampel LFP. Dalam hal ini Cu berperan sebagai dopan yang menggantikan atom Fe, sehingga nilai Cu pada $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ ataupun $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ jika dijumlahkan dengan atom Fe akan menunjukkan nilai yang hampir sama dengan atom Fe pada sampel LiFePO_4 . Hasil yang diperoleh pada penelitian ini menunjukkan anomali pada sampel $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$. Jumlah persentase atom Cu dengan atom Fe pada sampel $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ menghasilkan jumlah yang lebih besar dibandingkan persentase atom Fe pada sampel LiFePO_4 (sampel tanpa *doping* Cu).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh beberapa kesimpulan, antara lain:

1. Material LiFePO_4 dengan *doping* Cu telah berhasil dibuat menggunakan metode hidrotermal tanpa *autoclave* pada lingkungan gas nitrogen dengan suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$.
2. Pengaruh struktur kristal dari *doping* dapat dilihat dari nilai volume sel LFP. Nilai volume sel pada sampel meningkat seiring dengan bertambahnya persentase *doping* Cu. Sampel LiFePO_4 , $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ dan $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ memiliki volume sel berturut-turut $278,564\text{ \AA}^3$, $279,039\text{ \AA}^3$ dan $280,853\text{ \AA}^3$.
3. Berdasarkan analisis EDX, distribusi unsur yang paling homogen berturut turut adalah sampel $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$, LiFePO_4 dan $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$. Selain itu, hasil EDX menunjukkan kandungan Cu pada sampel $\text{LiFe}_{0,97}\text{Cu}_{0,03}\text{PO}_4$ dan $\text{LiFe}_{0,95}\text{Cu}_{0,05}\text{PO}_4$ masing-masing sebesar 0,42% dan 0,54%.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penulisan tugas akhir ini disarankan beberapa hal berikut:

1. Menambah variasi *doping* Cu untuk mengetahui pengaruh struktur kristal maupun mikrostruktur lebih lanjut.
2. Penelitian selanjutnya diharapkan untuk melakukan uji konduktivitas, *Cyclic Voltametry* (CV), *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) dan *charge-discharge* (CD) untuk mengetahui performa LFP.

“halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Aji, Mahardika Prasetya, Agus Yulianto, dan Satria Bijaksana. 2007. "Sintesis nano partikel magnetit, maghemit dan hematit dari bahan lokal." *Jurnal Sains Materi Indonesia. Hal*, 106–108.
- Ajpi, Cesario, Giovana Diaz, Heidy Visbal, dan Kazuyuki Hirao. 2013. "Synthesis and characterization of Cu-doped LiFePO_4 with/ without carbon coating for cathode of lithium-ion batteries." *Journal of the Ceramic Society of Japan* 121 (5): 441–43.
- Annisa, Wahida, dan Eko Hanudin. 2013. "Peran ligan organik terhadap pembentukan oksida besi di tanah sulfat masam." *Jurnal Sumberdaya Lahan* 7 (1).
- Brundle. 1992. *Encyclopedia of materials characterization*. United States of America: Manning Publications Co.
- Chew, S. Y., T. J. Patey, O. Waser, S. H. Ng, R. Büchel, A. Tricoli, F. Krumeich, dkk. 2009. "Thin nanostructured LiMn_2O_4 films by flame spray deposition and in situ annealing method." *Journal of Power Sources*, Selected Papers presented at the 14th International Meeting On Lithium Batteries (IMLB-2008), 189 (1): 449–53.
- Cullity, B. D. 1956. *Elements of x-ray diffraction*. Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company.
- Gao, Mengyao, Naiqiang Liu, Zhongbo Li, Weikun Wang, Chengming Li, Hao Zhang, Yilei Chen, Zhongbao Yu, dan Yaqin Huang. 2014. "A Gelatin-Based Sol–Gel Procedure to Synthesize the LiFePO_4/C Nanocomposite for Lithium Ion Batteries." *Solid State Ionics* 258 (Mei): 8–12.
- Islam, Humaatul. 2016. "Sintesis nanopartikel LiFePO_4 berbasis batu alam tanah laut, Kalimantan Selatan." Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Jayaprakash, N, N Kalaiselvi, dan P Periasamy. 2008. "Synthesis and Characterization of $\text{LiM}_x\text{Fe}_{1-x}\text{PO}_4$ ($\text{M} = \text{Cu}, \text{Sn}; x =$

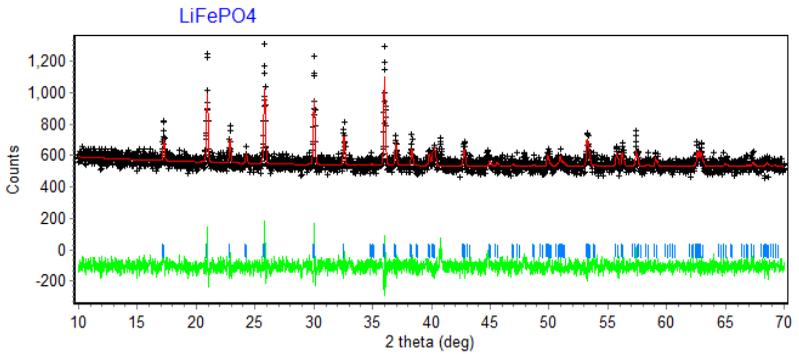
- 0.02) Cathodes - A Study on the Effect of Cation Substitution in LiFePO_4 Material.” *Int. J. Electrochem. Sci.* 3: 13.
- Jugović, Dragana, dan Dragan Uskoković. 2009. “A Review of Recent Developments in the Synthesis Procedures of Lithium Iron Phosphate Powders.” *Journal of Power Sources* 190 (2): 538–44.
- Mauliana, Metatiana Intan. 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.
- MSDS. 2001. “Material Safety Data,” 2001.
- Oswal, Mebul, Jason Paul, dan Ruhana Zhao. 2010. “A comparative study of Lithium-Ion Batteries.” *University of southern California*. http://www-scf.usc.edu/~rzhao/LFP_study.pdf.
- Padhi, A.K, K.S Nanjundaswamy, dan J.B Goodenough. t.t. “Phospho-olivines as positive-electrode materials for rechargeable lithium batteries.” *J. Electrochem. Soc* 144: 4 April 1997.
- Prihatiningsih, Winda A.K. 2007. “Penetapan Kadar Tembaga (Cu) pada Sampel Air dengan Metode Spektrofotometri di Laboratorium PDAM Tirtanadi Medan.” Sumatera Utara: Universitas Sumatera Utara.
- Ritchie, A. G. 2001. “Recent developments and future prospects for lithium rechargeable batteries.” *Journal of Power Sources*, Proceedings of the 22nd International Power Sources Symposium, 96 (1): 1–4.
- Satriady, Aditya, Wahyu Alamsyah, Aswad Hi Saad, dan Sahrul Hidayat. 2017. “Pengujian pengaruh luas elektroda terhadap karakteristik baterai LiFePO_4 .” *Jurnal Material dan Energi Indonesia* 6 (02).
- Satyavani, T.V.S.L., A. Srinivas Kumar, dan P.S.V. Subba Rao. 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 (1): 178–88.
- Smith, K. C. A., dan C.W Oatley. 1955. “The scanning electron microscope and its fields of application.” *British Journal of Applied Physics* 6: 391.
- Tian, Na, Chunxiu Hua, Zhaoxiang Wang, dan Liquan Chen. 2015. “Reversible Reduction of Li_2CO_3 .” *Journal of Materials Chemistry A* 3 (27): 14173–77.
- Topracki, Ozan, Hatice A.K. Topracki, Liwen Ji, dan Xiangwu Zhang. 2010. “Fabrication and Electrochemical Characteristics of LiFePO_4 Powders for Lithium-Ion Batteries.” *KONA Powder and Particle Journal* 28 (0): 50–73.
- Toprakci, Ozan, Hatice A.K Toprakci, Liwen Ji, dan Xiangwu Zhang. 2010. “Fabrication and Electrochemical Characteristics of LiFePO_4 Powders for Lithium-ion Batteries.” *KONA Powder and Particle Journal* 28.
- West, A.R. 1984. “Solid state chemistry and its applications.” *John Wiley & Sons*.
- Wu, Borong, Ning Li, dan Yonghuan Ren. 2011. *LiFePO₄ cathode material*. INTECH Open Access Publisher.
- Wu, Borong, Yonghuan Ren, dan Ning Li. 2011. “ LiFePO_4 cathode material.” Dalam *Electric Vehicles-The Benefits and Barriers*. InTech.
- Yang, Yingkui, Cuiping Han, Beibei Jiang, James Iocozzia, Chengen He, Dean Shi, Tao Jiang, dan Zhiqun Lin. 2016. “Graphene-Based Materials with Tailored Nanostructures for Energy Conversion and Storage.” *Materials Science and Engineering: R: Reports* 102 (April): 1–72.
- Zhang, Yong, Qing-yuan Huo, Pei-pei Du, Li-zhen Wang, Ai-qin Zhang, Yan-hua Song, Yan Lv, dan Guang-yin Li. 2012. “Advances in New Cathode Material LiFePO_4 for Lithium-Ion Batteries.” *Synthetic Metals* 162 (13–14): 1315–26.

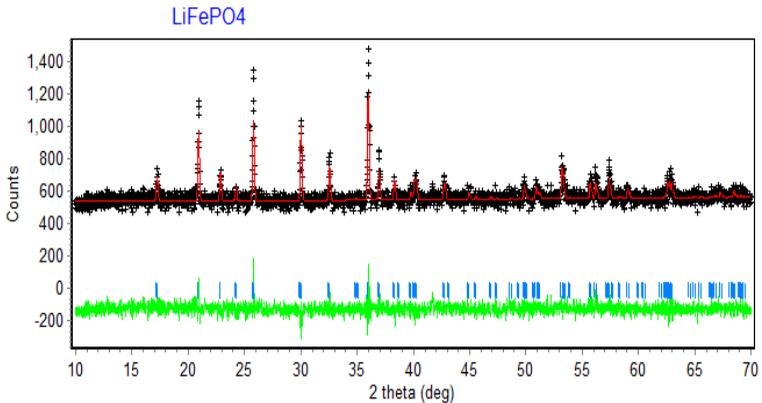
Zhu, Yongming, Shenzhi Tang, Haihao Shi, dan Huili Hu. 2014. "Synthesis of $\text{FePO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ for Fabricating Submicrometer Structured LiFePO_4/C by a Co-Precipitation Method." *Ceramics International* 40 (2): 2685–90.

LAMPIRAN

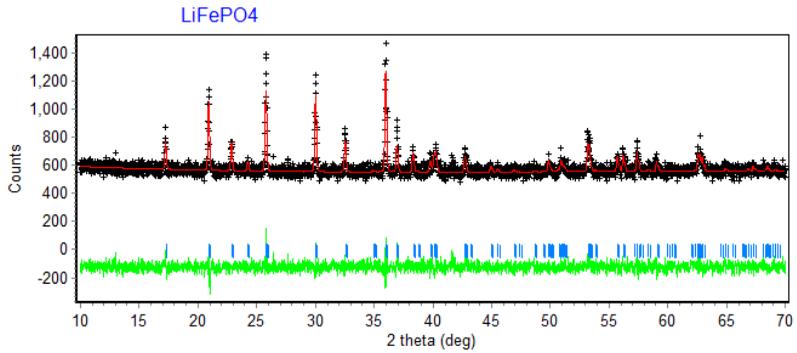
1. Data Hasil *Rietica*



Gambar 1. Pola penghalusan dengan perangkat lunak *Rietica* sampel LFP *doping* Cu 0%

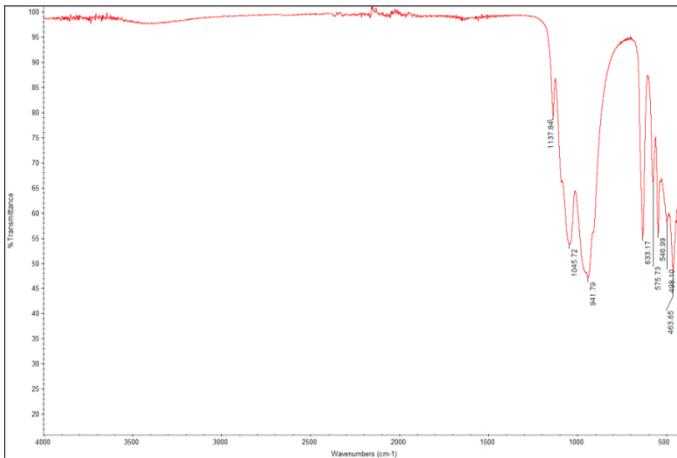


Gambar 2. Pola penghalusan dengan perangkat lunak *Rietica* sampel LFP *doping* Cu 3%

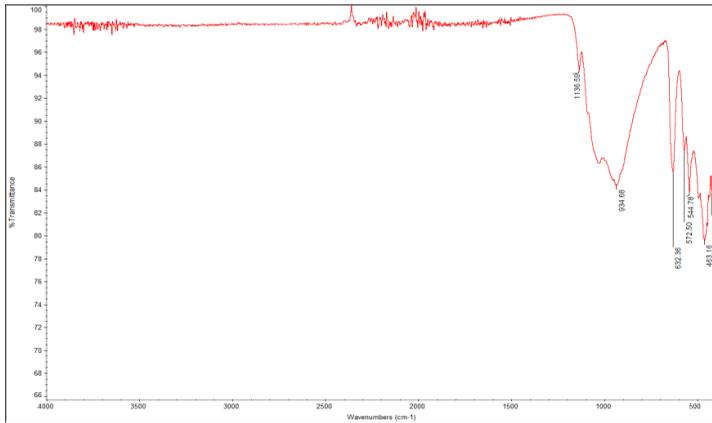


Gambar 3. Pola penghalusan dengan perangkat lunak *Rietica* sampel LFP *doping* Cu 5%

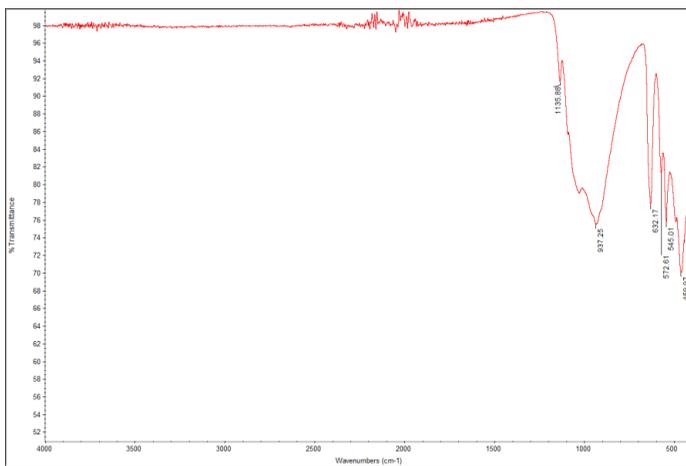
2. Data Hasil Uji FTIR



Gambar 4. Hasil FTIR material LFP dengan dopan Cu 0%

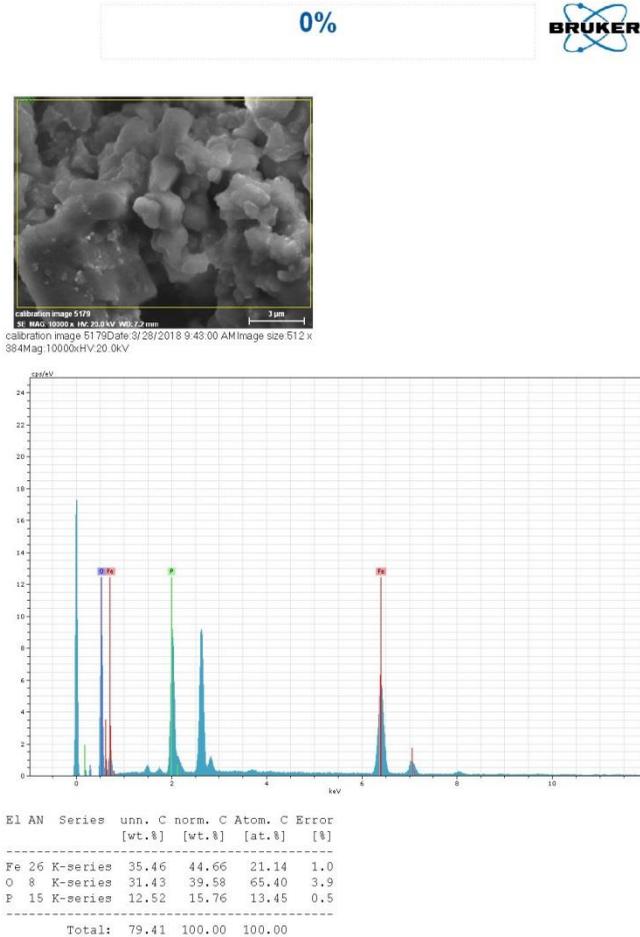


Gambar 5. Hasil FTIR material LFP dengan dopan Cu 3%

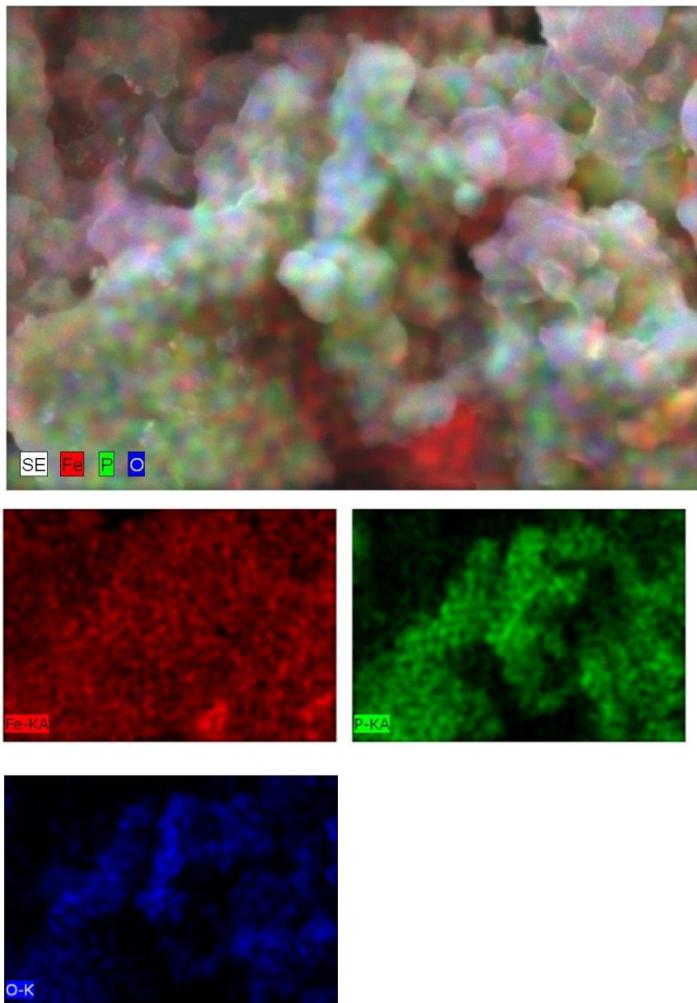


Gambar 6. Hasil FTIR material LFP dengan dopan Cu 5%

3. Data Hasil Uji SEM

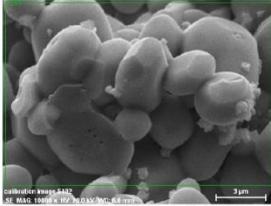


Gambar 7. Hasil SEM material LFP dengan dopan Cu 0%

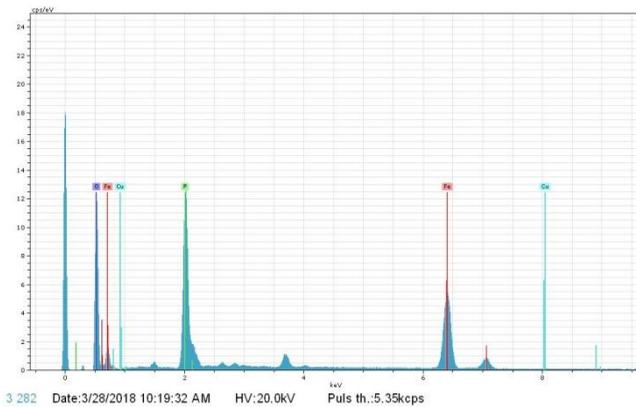


Gambar 8. Hasil EDX material LFP dengan dopan Cu 0%

3%

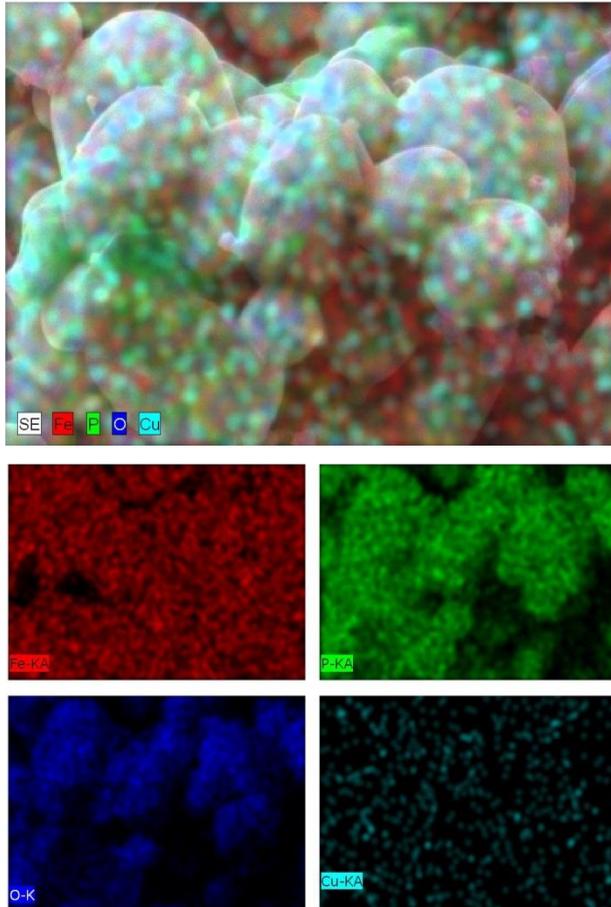


calibration image 5182 Date: 3/28/2018
10:19:00 AM Image size: 512 x
384 Mag: 10000x HV: 20.0kV



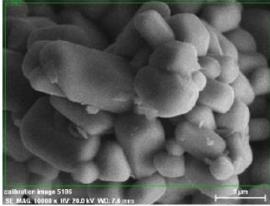
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	C Atom. [at.%]	C Error [%]
O	8	K-series	33.85	39.67	64.50	4.0
Fe	26	K-series	33.60	39.38	18.34	0.9
P	15	K-series	17.00	19.93	16.74	0.7
Cu	29	K-series	0.87	1.02	0.42	0.1
Total:			85.32	100.00	100.00	

Gambar 9. Hasil SEM material LFP dengan dopan Cu 3%

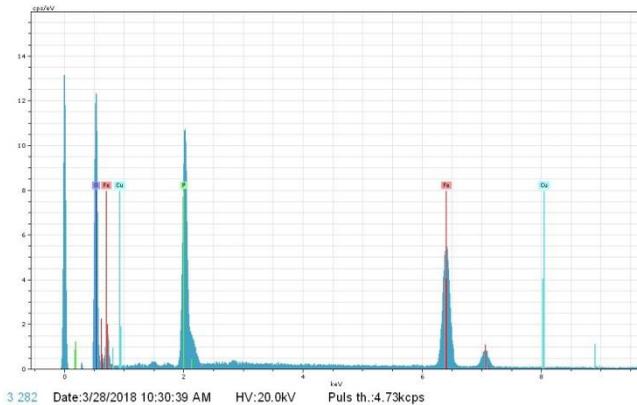


Gambar 10. Hasil EDX material LFP dengan dopan Cu 3%

5%

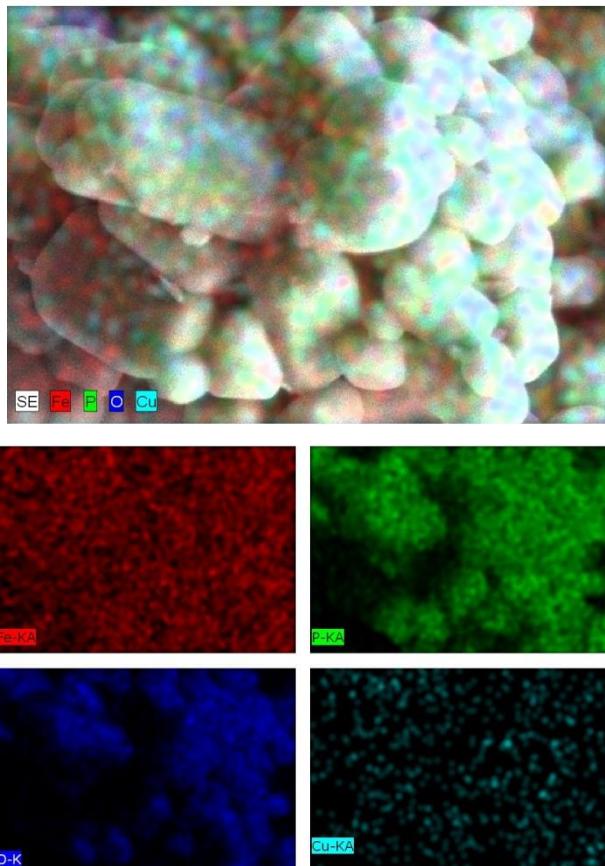


calibration image 519
Date: 3/28/2018 10:30:39 AM
Date: 3/28/2018
10:31:26 AM Image size: 512 x
384 Mag: 10000x HV: 20.0kV



El	AN	Series	unn.	C	norm.	C	Atom.	C	Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]			
Fe	26	K-series	40.78	43.53	21.25	1.1			
O	8	K-series	33.69	35.96	61.28	4.2			
P	15	K-series	18.02	19.24	16.93	0.7			
Cu	29	K-series	1.19	1.27	0.54	0.1			
Total:			93.67	100.00	100.00				

Gambar 11. Hasil SEM material LFP dengan dopan Cu 5%



Gambar 12. Hasil EDX material LFP dengan dopan Cu 5%

“halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA



Penulis bernama Amalia Firdausi dengan panggilan Firda. Penulis dilahirkan di Kota Pamekasan pada tanggal 27 Juli 1996, merupakan anak kedua dari 2 bersaudara. Ayah penulis bernama Fathor Rachman, Ibu penulis bernama Masfufah dan Kakak penulis bernama Farizi Rachman. Penulis telah menempuh pendidikan di TKA Nurul Huda Galis, SDN Galis 1 Pakmekasan, SMPN 2 Pamekasan dan SMAN 1 Pamekasan. Pada tahun 2014, penulis melanjutkan pendidikan di

Departemen Fisika, Fakultas Ilmu Alam. Institut Teknologi Sepuluh Nopember melalui jalur SNMPTN. Di Departemen Fisika, penulis mengambil bidang minat material. Penulis sempat aktif di kegiatan organisasi seperti HIMASIKA dan FOSIF. Selain itu penulis pernah menjadi asisten laboratorium matakuliah fisika laboratorium dan asisten dosen mata kuliah Wawasan Teknologi dan Komunikasi Ilmiah. Penulis berharap penelitian ini bermanfaat dan dapat dikembangkan lebih lanjut. Saran dan kritik dapat dikirim melalui email firdausi.amaliausi@gmail.com.

“halaman ini sengaja dikosongkan”