



TUGAS AKHIR - SF 141501

PELAPISAN GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI TEMPURUNG
KELAPA TUA UNTUK PENINGKATAN KONDUKTIVITAS
LISTRIK *LITHIUM FERRO PHOSPHATE* (LiFePO_4)

Anna Zakiyatul Laila
NRP 0111144000005

Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Darminto

DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2018



TUGAS AKHIR - SF 141501

**PELAPISAN GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI
TEMPURUNG KELAPA TUA UNTUK PENINGKATAN
KONDUKTIVITAS LISTRIK *LITHIUM FERRO PHOSPHATE*
(LiFePO_4)**

**Anna Zakiyatul Laila
NRP 0111144000005**

**Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Darminto**

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

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



FINAL PROJECT - SF 141501

**COATING USING REDUCED GRAPHENE OXIDE
FROM OLD COCONUT SHELL FOR ENHANCING
ELECTRICAL CONDUCTIVITY OF *LITHIUM FERRO
PHOSPHATE* (LiFePO₄)**

**Anna Zakiyatul Laila
NRP 01111440000005**

**Supervisor
Prof. Dr. Darminto**

**DEPARTMENT OF PHYSICS
Faculty of Natural Science
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2017**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

**PELAPISAN GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI
TEMPURUNG KELAPA TUA UNTUK
PENINGKATAN KONDUKTIVITAS LISTRIK *LITHIUM
FERRO PHOSPHATE* (LiFePO₄)**

TUGAS AKHIR

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

Oleh:
Anna Zakiyatul Laila
0111144000005

Disetujui oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir

Prof. Dr. Darminto
NIP. 19600303 198701.1.002



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

**PELAPISAN GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI
TEMPURUNG KELAPA TUA UNTUK PENINGKATAN
KONDUKTIVITAS LISTRIKLITHIUM FERRO
PHOSPHATE (LiFePO₄)**

Nama : Anna Zakiyatul Laila
NRP : 0111144000005
Departemen : Fisika, FIA-ITS
Pembimbing : Prof. Dr. Darminto

ABSTRAK

Studi pengaruh pelapisan rGO untuk peningkatan konduktivitas listrik LiFePO₄ telah berhasil dilakukan. Sintesis LiFePO₄ menggunakan metode sol gel pada suhu kalsinasi 700°C menghasilkan fasa LiFePO₄ olivine. Hasil analisis struktur mikro dengan menggunakan perangkat lunak Rietica didapatkan ukuran kristal LiFePO₄ sebesar 180,5 nm. Sementara itu serbuk rGO dasar didapatkan dari pembakaran tempurung kelapa tua. Analisis uji *Particle Size Analyzer* (PSA) memberikan informasi bahwa distribusi ukuran partikel dari serbuk rGO dasar yaitu 289,4nm. Hasil pemanasan suhu 1000°C dan eksfoliasi secara mekanik berhasil menurunkan distribusi ukuran partikel rGO menjadi 164,72nm. Pelapisan rGO untuk meningkatkan konduktivitas listrik LiFePO₄ dengan menggunakan metode pencampuran mekanik untuk membentuk struktur *core shell*. Pencampuran mekanik melalui proses ultrasonikasi dan sentrifugasi. Perbandingan massa 67% LiFePO₄ dan 33% rGO meningkatkan konduktivitas listrik LiFePO₄ menjadi $1,63 \times 10^{-4}$ S/cm dari konduktivitas listrik semula $7,59 \times 10^{-8}$ S/cm.

Kata Kunci: *Grafena Oksida Tereduksi (rGO), Lithium Ferro Phosphate (LiFePO₄), Konduktivitas Listrik*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

**COATING USING REDUCED GRAPHENA OXIDE FROM
OLD COCONUT SHELL FOR ENHANCING
ELECTRICAL CONDUCTIVITY OF *LITHIUM FERRO
PHOSPHATE (LiFePO₄)***

Name : Anna Zakiyatul Laila
NRP : 0111144000005
Department : Physics, Faculty of Natural Science,
ITS
Supervisor : Prof. Dr. Darminto

ABSTRACT

Study of coating employing rGO for enhancing the electrical conductivity of LiFePO₄ has been successfully performed. Synthesis of LiFePO₄ using sol gel method at 700°C calcination temperature has produced the olivine – phased LiFePO₄. Analysis of micro structure with Rietica software resulted in the size of crystal LiFePO₄ of 180.5 nm. Meanwhile, the starting rGO powder was produced form the burnt old coconut shell. Analysis of PSA shows that the averaged particle size is 289.4nm. The result of heating rGO at 1000°C temperature and mechanical exfoliation has succeeded in reducing the particle size down to 164.7 nm. The rGO coating for enhancing the electrical conductivity of LiFePO₄ was carried out by mechanical mixing to form core shell structure. There are two processes of mechanical mixing, that are ultrasonication and centrifugation. The mass composition of 67% LiFePO₄ and 33% rGO increased the electrical conductivity to 1.63×10^{-4} S/cm from the initial electrical conductivity of 7.59×10^{-8} S/cm.

Keywords: *Reduced Graphene Oxide (rGO), Lithium Ferro Phosphate (LiFePO₄), Electrical Conductivity*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah memberikan limpahan rahmat, petunjuk serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir yang berjudul

**“PELAPISAN GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI
TEMPURUNG KELAPA TUA UNTUK PENINGKATAN
KONDUKTIVITAS LISTRIK *LITHIUM FERRO
PHOSPHATE* (LiFePO₄)”**

Sebagai salah satu syarat kelulusan Program Sarjana (S1) Departemen Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya. Tugas akhir ini dapat terselesaikan berkat bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih dan penghargaan kepada:

1. Kedua orang tua tercinta, Ibu Laili dan Bapak Halidi sebagai motivasi terbesar dalam perjalanan pendidikan penulis.
2. Bapak Prof. Dr. Darminto selaku dosen pembimbing serta dosen wali penulis atas segala bimbingan dan motivasinya serta saran yang diberikan kepada penulis dalam menyelesaikan Tugas Akhir ini.
3. Adik tersayang Atiqur Rosi yang menjadi penyemangat penulis agar menjadi kakak yang baik.
4. Keluarga besar Hj.Asmaniyah dan Bahina atas doa dan dukungannya dalam perjalanan penulis dalam menempuh pendidikan dari TK sampai sekarang.
5. Mbah Dharmi, Mbah Hamid, dan Om Matsini sebagai guru ngaji penulis yang telah mendoakan dan memberikan nasehat serta pemahaman agama dari kecil sampai sekarang,
6. Mbah Ti dan Mbah Ya yang telah banyak membantu penulis pada saat menempuh pendidikan
7. Teman-teman kos kesayangan (Firda, Ila, Aini, Nilna, Niken, Unyil, Sisil, dan Meilani) yang telah berbagi dalam suka dan duka.

8. Muthia Diah Nurmalasari, Anny Bulan Purnama, dan Dina Mardiana sebagai partner terbaik yang telah turut membantu dan memotivasi penulis.
9. Rekan satu tim *Graphene* di bawah bimbingan Bapak Prof. Dr. Darminto yaitu Irma Septi Ardiani, Khoirotun Nadiyah, Mohammad Syaiful Anwar, Ahmad Rizki Kurniawan, dan Firsta Agung Setyawan yang telah membantu dalam proses peyusunan tugas akhir ini.
10. Bapak Eka Suarso yang telah memberikan arahan pada penulis dalam proses persiapan sintesis material $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$.
11. Bapak Soleh, Mas Slamet, Mas Mufid, dan Mas Sony yang telah membantu dan mengarahkan dalam masalah teknis selama proses sintesis dan karakterisasi.
12. Bapak Totok selaku Dosen Departemen Elektro ITS yang telah memberikan arahan dalam pengujian konduktivitas listrik $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$.
13. Bapak Ridho selaku teknisi dari Laboratorium Fisika Material, Departemen Teknik Material dan Metalurgi yang telah membantu dalam proses kalsinasi dan memberikan motivasi bagi penulis untuk mengembangkan kemampuan diri.
14. Ibu Kos (Atik Marwati) dan Bapak Kos yang turut menjaga penulis selama di Surabaya.
15. Serta berbagai pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu

Penulis menyadari bahwa dalam Tugas Akhir ini masih terdapat kekurangan. Oleh sebab itu, kritik dan saran yang bersifat membangun sangat penulis harapkan. demi kesempurnaan Tugas akhir ini.

Surabaya, Juni 2018
Penul

DAFTAR ISI

HALAMAN MUKA	i
COVER PAGE.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT.....	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xix
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Sistematika Penulisan	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Material Katoda LiFePO_4	5
2.2 Metode Sol gel	6
2.3 Reduced Graphene Oxide (rGO) dari Tempurung Kelapa Tua	7
2.4 Eksfoliasi rGO	8
BAB III METODOLOGI	
3.1 Sintesis LiFePO_4 dengan Metode Sol Gel	11
3.1.1 Bahan	11
3.1.2 Alat	11
3.1.3 Langkah Kerja	11
3.2 Sintesis serbuk rGO Dasar dari Tempurung Kelapa Tua	12
3.2.1 Bahan	12
3.2.2 Alat	12
3.2.3 Langkah Kerja	12
3.3 Eksfoliasi rGO secara Mekanik	12
3.3.1 Alat.....	12
3.3.2 Bahan	13

3.3.3 Langkah Kerja	13
3.4 Proses Coating rGO pada Material LiFePO ₄	13
3.4.1 Alat.....	13
3.4.2 Bahan	14
3.4.3 Langkah Kerja	14
3.5 Karakterisasi Material	14
3.6 Diagram Alir Penelitian	17
3.6.1 Sintesis LiFePO ₄ dengan Metode Sol Gel	17
3.6.2 Sintesis Serbuk rGO Dasar dari Tempurung Kelapa Tua	18
3.6.3 Eksfoliasi rGO secara Mekanik	19
3.6.4 Proses Coating rGO pada Material LiFePO ₄	20
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	
4.1 Analisis Fasa LiFePO ₄	21
4.2 Analisis Serbuk rGO Dasar dari Tempurung Kelapa Tua	23
4.3 Analisis Komposisi Unsur pada rGO Dasar dari Tempurung Kelapa Tua	25
4.4 Analisis Morfologi rGO Dasar dari Tempurung Kelapa Tua	27
4.5 Analisis Distribusi Ukuran Partikel rGO	28
4.6 Analisis Uji Konduktivitas coating LiFePO ₄ /rGO	30
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	33
5.2 Saran	33
DAFTAR PUSTAKA	35
BIODATA PENULIS	39

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Kristal LiFePO_4	5
Gambar 2.2 Hasil Analisis XRD rGO dari (a) Tempurung Kelapa Tua dan (b) Grafit	7
Gambar 2.3 Grafik Distribusi Ukuran Partikel rGO dengan Penambahan HCl dan H_2SO_4	9
Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis LiFePO_4 dengan menggunakan metode sol gel	17
Gambar 3.2 Diagram Alir Pembuatan Serbuk rGO Dasar dari Tempurung Kelapa	18
Gambar 3.3 Diagram Alir Eksfoliasi rGO secara Mekanik ...	19
Gambar 3.4 Diagram Alir rGO Coating dengan Metode Pencampuran Mekanik	20
Gambar 4.1 Analisis XRD LiFePO_4 pada Variasi Suhu 600°C , 650°C , dan 700°C	22
Gambar 4.2 Analisis XRD rGO dari (a) Tempurung Kelapa Tua (b) Hasil Penelitian Islamiyah (2017) (c) Grafit	24
Gambar 4.3 Analisis SEM rGO dari Tempurung Kelapa Tua	27
Gambar 4.4 Hasil Uji EDX pada Serbuk rGO Dasar	28
Gambar 4.5 Grafik Intensitas Hasil Uji PSA dari (a) Sampel rGO Dasar dari Tempurung Kelapa Tua (b) Hasil Variasi Suhu <i>Furnace</i> 700°C dan Eksfoliasi Mekanik (c) Hasil Variasi Suhu <i>Furnace</i> 1000°C dan Eksfoliasi Mekanik	30

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil Analisis Parameter Kecocokan Metode Rietveld	22
Tabel 4.2 Hasil Analisis Parameter Kisi LiFePO_4	22
Tabel 4.3 Hasil Analisis Ukuran Kristal LiFePO_4	23
Tabel 4.4 Hasil Analisis Komposisi Unsur dari Bahan Dasar	26
Tabel 4.5 Hasil Analisis Distribusi Ukuran rGO	29
Tabel 4.6 Hasil Uji Konduktivitas Listrik $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$	32

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Analisis LiFePO_4 dari Aplikasi <i>Match!</i>	37
---	----

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Setiap perangkat *portable* modern saat ini, tidak akan lepas dari sumber daya listrik yang berasal dari baterai sekunder (isi ulang). Ada tiga jenis baterai isi ulang yang sering digunakan, yaitu Pb-acid, Ni-Mh, NiCd dan Li-ion. Salah satu yang menonjol diantara jenis baterai diatas adalah *Li-ion*, yang memiliki *lifecycle* panjang (500-1000 siklus) dan kapasitas spesifik yang lebih tinggi daripada baterai sekunder yang lain. Komponen penyusun utama baterai *Li-ion* adalah material katoda dengan prosentase sebanyak 34,7%. Jenis material katoda ada beberapa macam diantaranya LiMn_2O_4 , LiCoO_2 , dan LiFePO_4 . Analisis dari beberapa hasil studi ekstensif, menyatakan LiFePO_4 sebagai material katoda mempunyai kapasitas teoritis yang cukup tinggi yaitu 170mAh/g, dan stabilitas termal yang baik. Akan tetapi, untuk mengembangkan aplikasi LiFePO_4 masih terkendala karena mempunyai nilai konduktivitas yang rendah yaitu 10^{-9} S/cm dan difusi ion lithium yang lambat (Yuniarti, Triwibowo, dan Suharyadi 2013).

Peneliti telah berhasil meningkatkan konduktivitas listrik LiFePO_4 , dengan cara pelapisan karbon yang konduktif (*carbon coating*), mereduksi ukuran dan doping *kation supervalent*. Penelitian tentang pelapisan karbon pada LiFePO_4 terus mengalami perkembangan. Sintesis pelapisan karbon dengan menggunakan metode sol gel telah berhasil meningkatkan konduktivitas listrik menjadi 10^{-5} S/cm pada variasi PH 5,8 dan suhu kalsinasi 700°C (Yuniarti, Triwibowo, dan Suharyadi 2013).

Reduced Graphene Oxide (rGO) dari tempurung kelapa mempunyai kandungan karbon yang cukup tinggi dengan prosentase 81,48% dan konduktivitas sebesar 0,4 S/m (Islamiyah, 2017). rGO yang bersifat jauh lebih konduktif dibandingkan dengan LiFePO_4 sehingga LiFePO_4 yang dilapisi oleh rGO dapat meningkatkan sifat elektrokimia.

Dalam beberapa penelitian menunjukkan bahwa pelapisan rGO dapat meningkatkan performa material katoda LiFePO_4 . Pelapisan rGO dari grafit dapat meningkatkan stabilitas *cycle* LiFePO_4 dengan menggunakan metode sol-gel (Chen dkk. 2017).

Selain itu, bentuk *core-shell* nanokomposit dari LiFePO_4/C menunjukkan performa yang sangat baik, dengan kapasitas *discharge* awal 166 dan 153mAhg^{-1} masing –masing pada 0,1 dan 1C, hampir tidak ada pemudaran kapasitas yang diamati hingga 50 siklus (Xie dkk. 2013). Bentuk *core-shell* merupakan bentuk yang sangat ideal karena LiFePO_4 dapat terlapisi secara sempurna oleh karbon konduktif sehingga dapat meningkatkan sifat elektrokimianya.

Pelapisan karbon dan rGO dapat dilakukan secara bersamaan pada saat proses sintesis atau dilakukan setelah proses sintesis LiFePO_4 . Dalam penelitian ini, sintesis LiFePO_4 dilakukan dengan menggunakan metode sol gel. Metode sol gel dipilih karena dapat menghasilkan ukuran dalam skala nano dan menjaga kemurnian fasa yang tinggi (Frange, dkk). Adapun proses pelapisan rGO pada material katoda LiFePO_4 dilakukan dengan cara pencampuran mekanik, melalui proses ultrasonikasi dan sentrifugasi yang diharapkan dapat membentuk struktur *core-shell*. Penelitian ini mengambil hipotesa bahwa sintesis LiFePO_4 dengan menggunakan metode sol gel dapat menghasilkan kemurnian fasa yang tinggi dan pelapisan rGO dari tempurung kelapa tua melalui pencampuran mekanik dapat meningkatkan sifat elektrokimianya, penelitian ini difokuskan pada peningkatan konduktivitas listrik LiFePO_4 .

1.2 Rumusan Masalah

Penelitian ini mempunyai beberapa permasalahan yang diangkat yaitu mendapatkan fasa *olivine* murni dari LiFePO_4 , mendapatkan ukuran rGO dari tempurung kelapa dengan distribusi ukuran partikel yang lebih kecil melalui eksfoliasi secara mekanik, dan menganalisis peningkatan konduktivitas LiFePO_4 setelah dilapisi rGO dari tempurung kelapa melalui metode pencampuran mekanik.

1.3 Batasan Masalah

Batasan Masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bahan dasar dari LiFePO_4 menggunakan bahan sintesis dengan Fe bersumber dari $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, PO_4 bersumber dari $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, dan Li bersumber dari Li_2CO_3 .
2. Bahan dasar rGO berasal dari tempurung kelapa tua yang telah dibakar dan dihaluskan.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Mendapatkan fasa murni olivine dari LiFePO_4 dengan menggunakan metode sol gel dan variasi suhu kalsinasi
2. Mendapatkan distribusi ukuran partikel rGO dari tempurung kelapa yang lebih kecil dengan melakukan eksfoliasi secara mekanik
3. Menganalisis pengaruh pelapisan LiFePO_4 dari rGO tempurung kelapa terhadap nilai konduktivitas LiFePO_4 .

1.5 Sistematika Penulisan

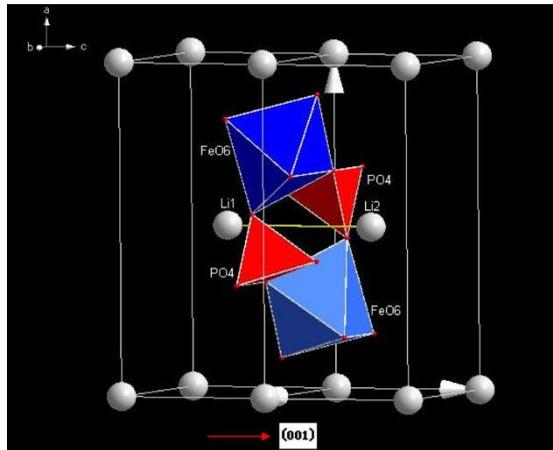
Sistematika penulisan proposal tugas akhir ini, tersusun dalam tiga bab yaitu: Bab 1 Pendahuluan berisi latar belakang masalah, maksud dan tujuan, dan perumusan masalah tugas akhir. Bab 2 Tinjauan Pustaka berisi mengenai kajian pustaka yang digunakan pada tugas akhir. Bab 3 Metodologi Penelitian berisi tentang metode dan tahap pengambilan data tugas akhir. Kemudian data yang didapat akan disajikan dan dibahas pada Bab 4 Analisis Data dan Pembahasan. Terakhir akan ditutup dengan saran serta kesimpulan dari penelitian ini di Bab 5 Kesimpulan dan Saran.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Material Katoda *Lithium Ferro Phosphate* (LiFePO_4)

Kristal dari LiFePO_4 memiliki struktur *olivine* yang teratur, termasuk dalam ruang ortorhombik $pnma$. Material LiFePO_4 *olivine* memiliki susunan/kerangka yang mengandung LiO_6 oktahedra, FeO_6 oktahedra dan PO_4 tetrahedra. Ikatan kovalen P-O yang kuat pada polianion $(\text{PO}_4)^{-3}$ mampu menstabilkan oksigen dan mencegah oksigen bebas ketika baterai dalam keadaan terisi penuh dan menjadikan LiFePO_4 stabil, aman dan sangat baik untuk material katoda baterai *Li-ion*. (Wang dan Sun 2012).



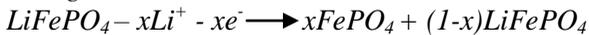
Gambar 2.1 Struktur Kristal LiFePO_4

Jika diaplikasikan sebagai material katoda baterai *Li-ion*, LiFePO_4 secara teoritis memiliki kapasitas muatan 170mAh/g dan *voltage open-circuit* sebesar $3,45\text{V}$. Struktur kristal *olivine* memiliki parameter kisi $a = 0,6008$, $b = 1,0334$, dan $c = 0,4693$. 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

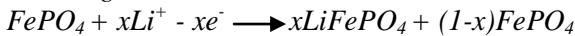
elektronik intrinsik dan kecepatan difusi ion Li^+ yang rendah. Hal tersebut terjadi karena FeO_6 oktahedra dipisahkan oleh atom oksigen dari $(\text{PO}_4)^{3-}$ dan tidak dapat membentuk rantai FeO_6 secara terus menerus sehingga menyebabkan konduktivitas elektronik LiFePO_4 kecil (Wang dan Sun, 2012)

Fosfat dari kristal LiFePO_4 menstabilkan keseluruhan kerangka, memberikan stabilitas thermal dan performa *cycling* yang baik. Berbeda dari dua material katode yang lama (LiMnO_4 dan LiCoO_2) ion lithium dari LiFePO_4 bergerak dalam *free volume* satu dimensi dari kisi-kisi. Selama *charge/discharge*, ion lithium masuk/keluar dalam LiFePO_4 sedangkan ion Fe direduksi/dioksidasi. Adapun reaksi *charge/discharge* pada baterai *Li-ion* dengan menggunakan material katoda LiFePO_4 yaitu sebagai berikut.

Charge:



Discharge:



2.2 Metode Sol Gel

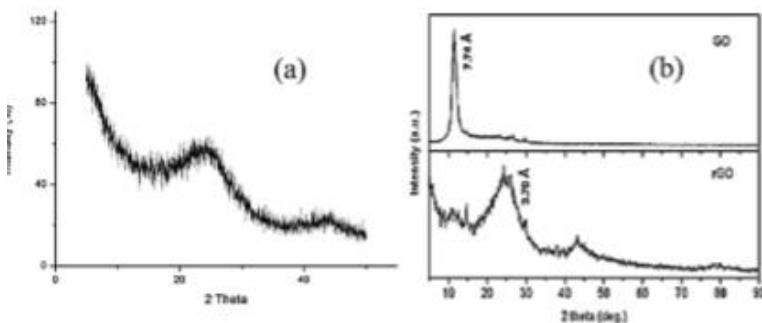
Metode Sol-gel adalah salah satu metode yang paling besar tingkat keberhasilannya dalam menghasilkan material oksida logam yang berukuran nano. Sol merupakan suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Adapun suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, yang dibuat dengan metal alkoksi dan dihidrolisis dengan menggunakan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan, dan reaksinya adalah reaksi hidrolisis (Negara, 2017).

Metode sol gel sering dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini adalah salah satu jenis metode "*wet method*" atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam

larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi fraksi solid yang lebih besar daripada sol) (Zhang, Y dkk. 2012).

2.3 Reduced Graphena Oxide (rGO) dari Tempurung Kelapa Tua

rGO dari tempurung kelapa didapatkan dari hasil pembakaran tempurung kelapa tua kering tanpa serabut yang telah dibakar, kemudian dihaluskan menjadi serbuk dan difurnace selama 5 jam. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa serbuk dari tempurung kelapa tersebut mempunyai karakteristik yang sama dengan rGO dari grafit yaitu terdapat dua puncak dengan intensitas yang cukup tinggi pada sudut 24° dan 44° (Putra, 2017). Gambar 2.2 a dan b menunjukkan hasil analisis data XRD rGO dari tempurung kelapa tua dan b rGO dari bahan grafit.



Gambar 2.3 Hasil Analisis XRD rGO dari (a) tempurung kelapa (b) grafit

Komposisi unsur penyusun rGO dari tempurung kelapa dapat dianalisis dengan menggunakan uji XRF dan uji CHONS. Berdasarkan analisis tersebut, diketahui bahwa komponen utama penyusun rGO dari tempurung kelapa yaitu karbon (C) dengan prosentase 81,48%, O sebesar 9,02%, H sebesar 7,61% dan diikuti oleh unsur impuritas lainnya yang mempunyai prosentase dibawah 1% (Islamiyah, 2017). Maka dapat disimpulkan bahwa tempurung kelapa dapat dijadikan sebagai salah jenis sumber karbon dari bahan alam.

rGO dengan distribusi ukuran partikel yang kecil dan lapisan yang tipis dapat dijadikan sebagai bahan campuran maupun pelapisan dari suatu material misalnya LiFePO_4 untuk meningkatkan sifat elektrokimianya. Penelitian yang dilakukan oleh Chen (2017) menunjukkan bahwa pelapisan LiFePO_4 dari rGO bahan grafit dapat meningkatkan stabilitas siklusnya. Salah satu usaha yang dapat dilakukan untuk memperkecil ukuran dan menyayat ketebalan dari rGO adalah eksfoliasi.

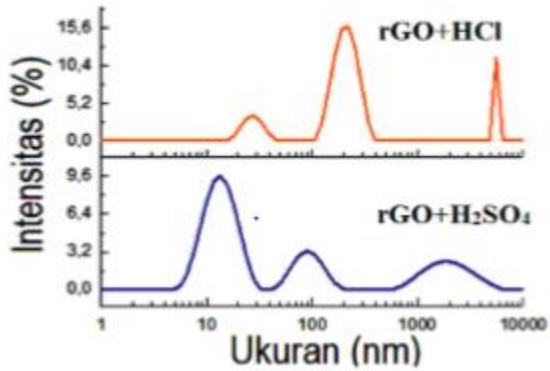
2.4 Eksfoliasi rGO

Eksfoliasi pada rGO dapat dilakukan secara mekanik, kimia, atau gabungan keduanya. Eksfoliasi secara kimia dilakukan dengan menggunakan media pelarut dari asam kuat seperti HCl dan H_2SO_4 . Prinsip dari ekfoliasi secara kimia yaitu penyisipan kedua larutan diantara lapisan rGO. Jika larutan dipanaskan maka akan terjadi pemuaian jarak antar lapisan akibat gerak partikel asam sehingga ikatan *Van der Walls* antar lapisan akan melemah dan mudah terlepas.

Eksfoliasi mekanik rGO dapat dilakukan dengan cara pengadukan, pengocokan, dan ultrasonikasi. Prinsip dari eksfoliasi mekanik yaitu pengelupasan GO di dalam air dengan sonikasi akibat adanya gugus fungsi polar dan peningkatan *d-spacing* material. Proses eksfoliasi rGO diawali dengan adanya gaya geser pada rGO akibat interaksi dengan gelombang ultrasonik. Ultrasonikasi bertujuan untuk menyayat lembaran rGO yang masih bertumpuk hingga menghasilkan bentuk lembaran rGO (C. Wu dkk. 2014).

Eksfoliasi dari gabungan kimia dan mekanik dapat dilakukan melalui proses pengadukan untuk mencampurkan larutan HCl atau H_2SO_4 dengan rGO. Pengadukan dilakukan selama 20 jam dan diultrasonik selama 5 jam serta disentrifugasi selama 40 menit dengan kecepatan putar 3500rpm. Hasil eksfoliasi menunjukkan adanya penurunan distribusi ukuran dari hasil analisis pengujian PSA (*Particle Size Analyzer*). Eksfoliasi dengan menggunakan larutan hasil HCl menunjukkan distribusi ukuran partikel dibawah

50nm dan H_2SO_4 di bawah 10nm seperti yang terlihat pada gambar 2.4 (Islamiyah, 2017).



Gambar 2.4 Grafik distribusi ukuran partikel pada rGO dengan penambahan HCl dan H_2SO_4

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III METODOLOGI

3.1 Prosedur Sintesis LiFePO₄ dengan Metode Sol Gel

3.1.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini senyawa FeCl₂·4H₂O, NH₄H₂PO₄, Li₂CO₃, HCl, Akuades, Alkohol, dan *Aluminium Foil*.

3.1.2 Alat

Peralatan yang digunakan untuk sintesis LiFePO₄ dengan menggunakan metode sol gel yaitu timbangan digital (*digital balance*), spatula, pipet tetes, gelas beker, gelas ukur, indikator kertas PH, *boot crucible*, oven, *furnace*, *hot plate*, dan *magnetic stirrer*.

3.1.3 Langkah Kerja

Langkah pertama, melarutkan senyawa FeCl₂·4H₂O ke dalam akuades dengan cara diaduk menggunakan *stirrer*, dinamakan larutan 1. Kedua, melarutkan Li₂CO₃ ke dalam HCl dengan cara yang sama, dinamakan larutan 2. Ketiga, larutan 1 dan 2 dicampur dengan cara meneteskan larutan 2 ke dalam larutan 1 sedikit demi sedikit, sambil terus diaduk dengan menggunakan *stirrer*. Campuran larutan 1 dan 2 yang sudah homogen dinamakan larutan 3. Keempat, melarutkan NH₄H₂PO₄ ke dalam larutan akuades, dinamakan larutan 4. Langkah selanjutnya, masukkan larutan 4 ke dalam larutan 3 setetes demi setetes sambil diaduk dengan menggunakan *stirrer* hingga sampai terbentuk larutan yang homogen.

pH larutan yang sudah homogen selanjutnya diatur sampai menjadi PH 7, dengan cara ditetesi oleh NH₄OH sambil terus di *stirrer*. Setelah PH 7 tercapai, temperatur diatur pada suhu 80°C sampai terbentuk gel. Kemudian dikeringkan pada suhu 200°C sampai benar-benar kering. Langkah berikutnya, dilakukan kalsinasi

dengan menggunakan variasi suhu 600°C, 650°C dan 700 °C selama 10 jam. Tujuan kalsinasi adalah untuk pembentukan fasa murni suatu senyawa. Langkah terakhir dikarakterisasi XRD untuk mengetahui pemurnian fasa olivine pada senyawa LiFePO_4 dan dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak *Match!*, *Rietica*, dan *Origin*.

3.2 Pembuatan Serbuk rGO Dasar dari Tempurung Kelapa Tua

3.2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tempurung kelapa tua.

3.2.2 Alat

Peralatan yang digunakan dalam pembuatan serbuk rGO dari tempurung kelapa tua adalah alat pembakar, mortar dan saringan 200 mesh.

3.2.3 Langkah Kerja

Pembuatan rGO melalui beberapa tahapan, pertama tempurung kelapa dibersihkan dari kotoran dan serabutnya hingga yang tersisa bagian tempurung kelapa yang keras. Selanjutnya tempurung kelapa dibakar pada ruangan terbuka, hingga berubah menjadi arang yang berwarna hitam. Arang yang dihasilkan selanjutnya dihaluskan menggunakan mortar dan diayak dengan menggunakan saringan 200 mesh. Selanjutnya, dilakukan karakterisasi fasa bahan dengan uji XRD dan hasilnya dianalisis menggunakan perangkat lunak *Origin*. Karakterisasi komposisi unsur bahan dasar dengan uji XRF dan hasilnya dianalisis menggunakan perangkat lunak *Excel*. Karakterisasi distribusi ukuran partikel menggunakan uji *Particle Size Analyzer* (PSA) dan hasilnya dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak *Zetasizer*.

3.3 Eksfoliasi rGO secara Mekanik

3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan pada eksfoliasi rGO secara mekanik adalah gelas beker, gelas ukur, pipet tetes, *furnace*, *hot plate*, *ultrasonic cleaner*, *magnetic stirer*, spatula, *neraca digital*, *aluminium foil*, dan *centrifuge*.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada eksfoliasi rGO secara mekanik adalah serbuk rGO dari tempurung kelapa dan akuades.

3.3.3 Langkah Kerja

Langkah pertama, serbuk rGO *difurnace* dalam suhu 700°C dan 1000°C selama 5 jam untuk mengurangi kadar air dan oksigen. Langkah selanjutnya, eksfoliasi dimulai dengan proses pengadukan serbuk rGO sebanyak 6 gram yang dilarutkan dalam larutan akuades sebanyak 100 ml. Proses pengadukan dilakukan selama 20 jam yang bertujuan untuk menghasilkan larutan yang homogen. Proses selanjutnya adalah ultrasonikasi selama 5 jam, yang bertujuan untuk menyayat lembaran rGO yang masih bertumpuk hingga menghasilkan lembaran rGO. Langkah terakhir, sebagian sampel diproses kembali dengan *centrifuge* dan bagian lainnya dikeringkan dengan menggunakan *hot plate* hingga menjadi serbuk. Proses *centrifuge* dilakukan selama 40 menit dengan menggunakan kecepatan putar 3500 rpm yang bertujuan untuk memisahkan koloid dengan pelarutnya. Larutan bening dari hasil *centrifuge* dikarakteristik distribusi ukuran partikelnya dengan menggunakan uji *Particle Size Analyzer* (PSA). Hasil pengujian PSA dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak *Zetasizer*.

3.4 Proses *Coating* rGO pada Material LiFePO_4

3.4.1 Alat

Peralatan yang digunakan pada proses pelapisan LiFePO_4 dari rGO adalah gelas beker, gelas ukur, pipet tetes, *furnace*, *hot plate*, *ultrasonic cleaner*, *magnetic stirrer*, spatula, *neraca digital*, *aluminium foil*, dan *centrifuge*.

3.4.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada proses pelapisan LiFePO_4 dari rGO adalah hasil sintesis senyawa LiFePO_4 , rGO yang telah dieksfoliasi dan larutan alkohol.

3.4.3 Langkah Kerja

Proses *coating* ini menggunakan variasi perbandingan massa $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ sebesar 90%:10%, 70%:20%, dan 67%:33%. Langkah pertama, dilakukan penimbangan sesuai dengan variasi massa. Langkah selanjutnya, kedua material dicampurkan dengan menggunakan larutan alkohol dengan cara diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Hasil pencampuran selanjutnya di ultrasonik selama 1 jam dan disentrifugasi selama 1 jam dengan kecepatan putar 4000 rpm. Langkah terakhir, mengeringkan hasil pencampuran yang telah disentrifugasi. Karakterisasi hasil pencampuran $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ dengan melakukan uji konduktivitas menggunakan alat LCR meter. Serbuk $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ harus dijadikan dalam bentuk tiga dimensi dengan cara memasukkan serbuk ke dalam sebuah isolator yang berbentuk tabung dengan diameter 0,3mm dan panjang 1cm, dan serbuk tersebut dimampatkan.

3.5 Karakterisasi Material

Karakterisasi Material yang dilakukan pada sampel meliputi:

a. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Uji XRD bertujuan untuk dapat mengetahui fasa yang terbentuk dalam suatu material. Di dalam penelitian ini, uji XRD dilakukan pada sampel serbuk tempurung kelapa dan serbuk hasil sintesis

LiFePO_4 . Rentang sudut yang digunakan pada uji XRD yaitu rentang sudut 5° - 55° untuk serbuk tempurung kelapa dan rentang sudut 10° - 70° menggunakan alat Philip X'Pert MPD (*Multti Purpose Diffractometer*) dengan sinar radiasi $\text{Cu-K}\alpha$.

b. *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan C,H,ON,S

Uji XRF pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur-unsur impuritas pada serbuk tempurung kelapa tua dengan menggunakan metode spektrometri. Adapun tujuan dari pengujian C,H,O,N,S adalah untuk mengetahui komposisi utama unsur-unsur penyusun rGO dasar yaitu karbon, hidrogen dan oksigen.

c. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Pada uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) bertujuan untuk mengetahui mikrostruktur dan bentuk morfologi serta untuk mengukur ketebalan dari suatu material.

d. *Particle Size Analyzer* (PSA)

Pada sampel rGO dilakukan karakterisasi dengan melakukan uji *Particle Size Analyzer* (PSA) Zetasier Nano. Pengujian PSA ini menggunakan prinsip *Dynamic Light Scattering* (DLS) atau menggunakan waktu korelasi dari hamburan dari suatu sinar terhadap partikel.

e. LCR Meter

LCR meter merupakan alat elektronik yang digunakan untuk mengukur induktansi (L), kapasitansi (C), dan resistansi (R). Pada penelitian ini, LCR meter digunakan untuk menguji besarnya resistansi dari LiFePO_4 . Pengukuran resistansi dapat dilakukan dengan cara menjadikan serbuk $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ dalam bentuk 3 dimensi. Hal tersebut bertujuan agar dapat menghitung besarnya resistivitas menggunakan konsep hukum ohm dengan persamaan dibawah ini.

$$R = \rho \frac{l}{A}$$

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

Besarnya konduktivitas berbanding terbalik dengan resistivitas sehingga didapatkan persamaan sebagai berikut.

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

Keterangan:

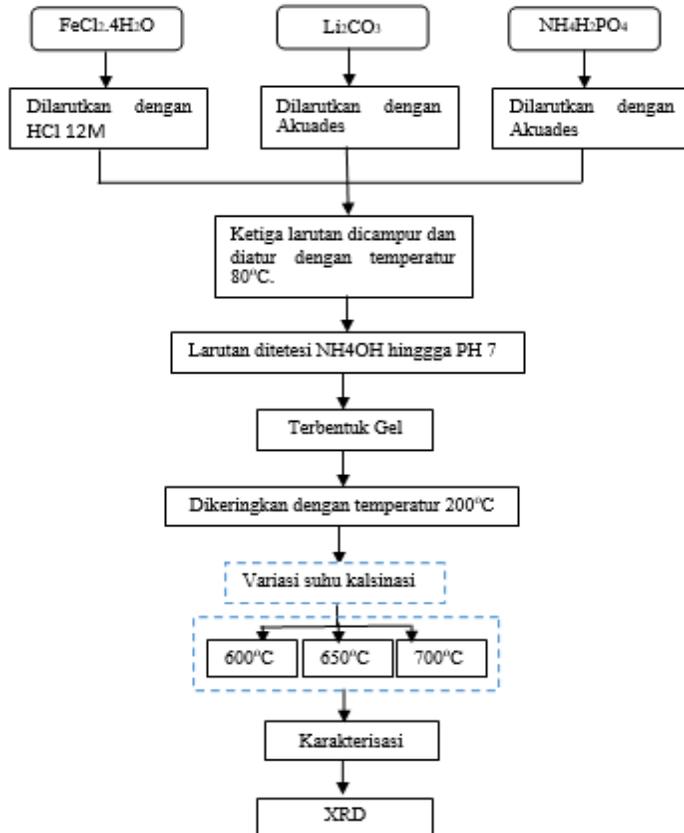
R = hambatan (Ω)

ρ = resistivitas($\Omega.m$)

σ = konduktivitas (S/m).

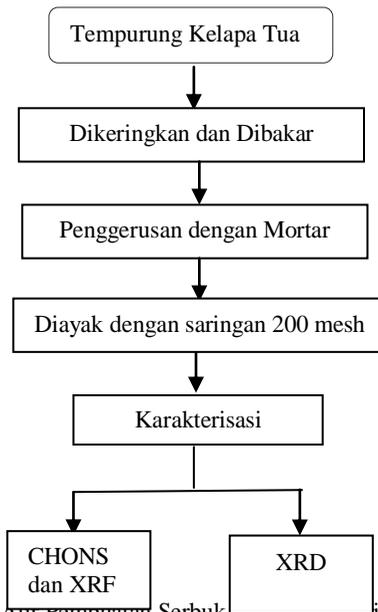
3.6 Diagram Alir Penelitian

3.6.1 Sintesis Material LiFePO_4 dengan Metode Sol Gel



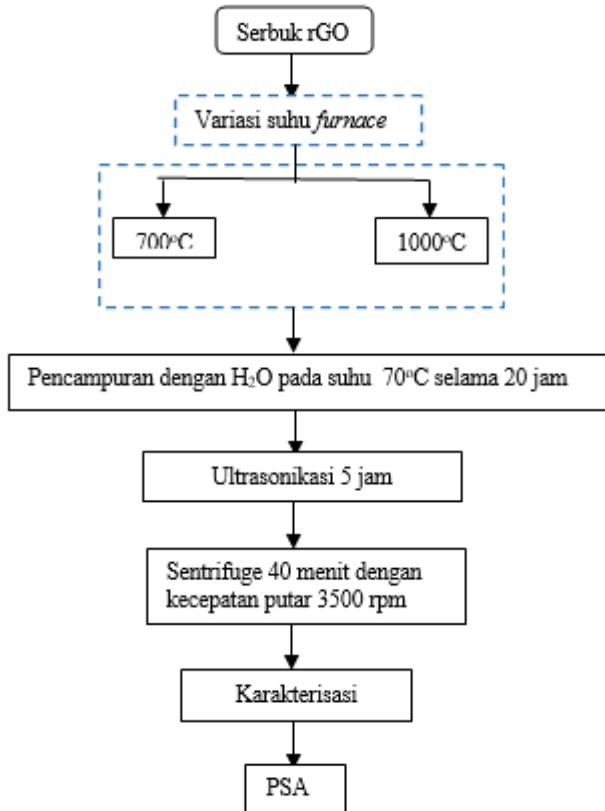
Gambar 3.2 Diagram Sintesis LiFePO_4 dengan Metode Sol Gel

3.6.2 Sintesis Serbuk rGO Dasar dari Tempurung Kelapa



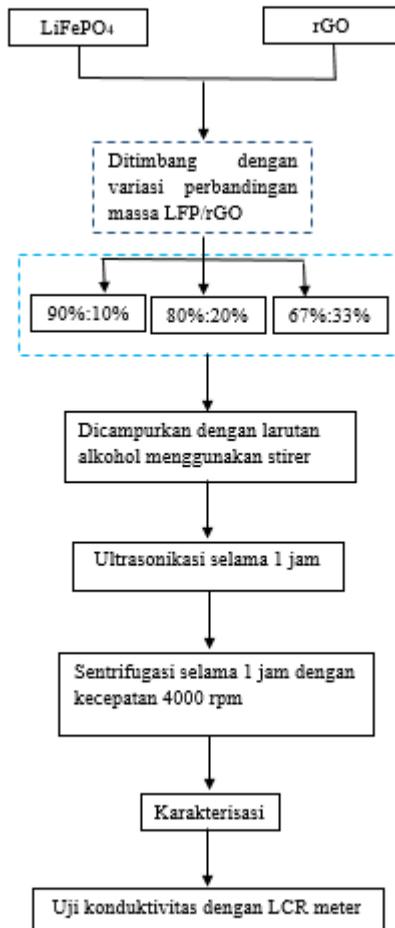
Gambar 3.2 Diagram Alir Pembuatan Serbuk rGO Dasar dari Tempurung Kelapa

3.6.3 Eksfoliasi rGO secara Mekanik



Gambar 3.3 Diagram Alir Eksfoliasi rGO secara Mekanik

3.6. Proses Coating rGO pada Material LiFePO_4



Gambar 3.4 Diagram Alir Pelapisan LiFePO_4 dari rGO dengan Metode Pencampuran Mekanik

BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

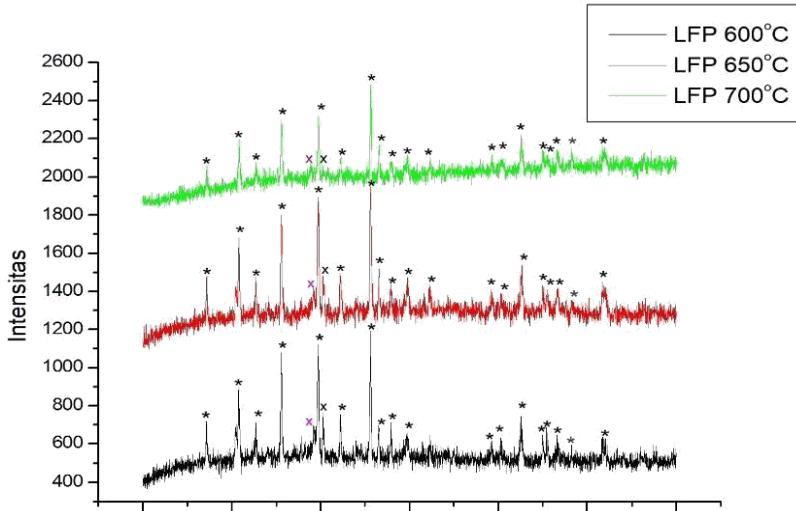
3.1 Analisis Fasa LiFePO_4

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode sol gel untuk menghasilkan fasa *olivine* murni dari LiFePO_4 . Selain itu, metode sol gel dipilih karena dapat menghasilkan ukuran dalam skala nano. Serbuk yang dihasilkan dari metode sol gel selanjutnya dikalsinasi untuk menghilangkan kandungan impuritas dan pemurnian fasa *olivine*. Variasi suhu kalsinasi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui suhu yang optimal dalam pembentukan fasa murni. Analisis data XRD menggunakan aplikasi *Match!*, variasi suhu kalsinasi 600°C , 650°C , dan 700°C dapat dilihat pada Gambar 4.1. Hasil data tersebut menunjukkan bahwa fasa murni terbentuk pada suhu 700°C dengan prosentase 96,3%. Adapun variasi suhu 600°C dan 650°C menunjukkan adanya fasa lain, yaitu $\text{Fe}_2\text{O}_7\text{P}_2$ dan $\text{FeO}_{11}\text{P}_4$. Akan tetapi, variasi suhu kalsinasi 600°C dan 650°C juga menunjukkan tingkat kemurnian fasa yang cukup tinggi dengan prosentase berturut-turut yaitu 73,7% dan 80,6%. Hasil data tersebut membuktikan percobaan sebelumnya yang dilakukan oleh Negara (2017), dimana pembentukan LiFePO_4 murni dari bahan sintesis terjadi pada suhu kalsinasi 700°C .

Dalam analisis data tersebut, simbol x untuk menandakan puncak impuritas $\text{Fe}_2\text{P}_2\text{O}_7$ dan simbol x untuk menandakan puncak impuritas $\text{FeP}_4\text{O}_{11}$. Berdasarkan analisis gambar tersebut, terlihat puncak yang lebar pada suhu 650°C sedangkan puncak yang berukuran yang sempit yaitu berada pada suhu 700°C . Bentuk puncak tersebut dapat dijadikan sebagai data kualitatif, dimana semakin lebar puncak menunjukkan ukuran kristal yang semakin nanometrik (Lestari 2017).

Analisis data hasil uji XRD juga dapat dilakukan dengan metode *Rietveld* menggunakan perangkat lunak *Rietica*. Parameter yang menjadi syarat analisis data dengan metode *Rietveld* dapat diterima adalah nilai X_2 kurang dari 4% dan nilai R_{wp} kurang dari 20% (Pratapa, 2011). Penelitian ini hanya menganalisis satu fasa

olivine saja dari kristal LiFePO_4 dengan metode *Rietveld*, yaitu dengan cara mencocokkan puncak dari COD ID 1101111 dengan data hasil uji XRD.



Gambar 4.1 Hasil analisis data XRD LiFePO_4 pada variasi suhu 600°C , 650°C , dan 700°C

Tabel 4.1 Hasil Analisis Parameter Kecocokan dari Metode Rietveld

Suhu Kalsinasi ($^\circ\text{C}$)	χ^2	R_{wp}
600	1,64	5,54
650	1,52	5,030
700	1,33	5,817

Tabel 4.2 Hasil Analisis Parameter Kisi LiFePO_4

Suhu Kalsinasi ($^\circ\text{C}$)	a (Å)	b (Å)	c (Å)
600	10,177726	5,922042	4,624090
650	10,176977	5,920401	4,622988
700	10,182239	5,922167	4,624951

Tabel 4.3 Hasil Analisis Ukuran Kristal LiFePO_4

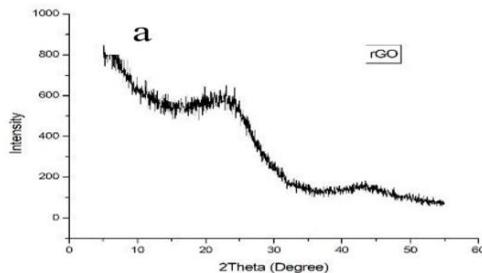
Suhu Kalsinasi ($^{\circ}\text{C}$)	Ukuran (nm)
600	99,3
650	86,54
700	180,5

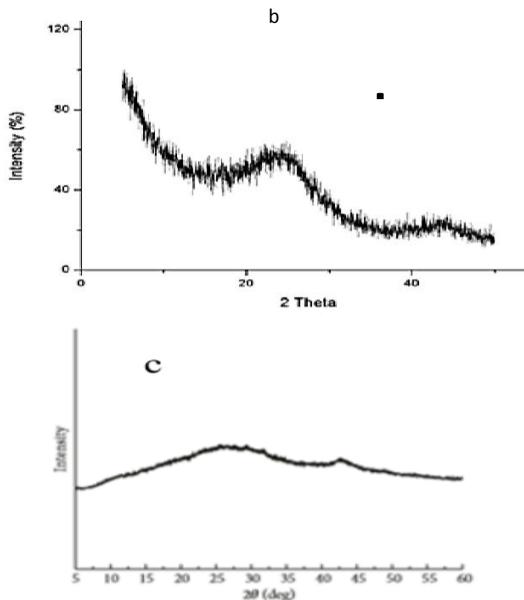
Analisis kuantitatif dari aplikasi *rietica* menunjukkan bahwa ukuran kristal terbesar yaitu berada pada variasi suhu 700°C . Adapun, ukuran kristal paling terkecil yaitu pada variasi suhu 650°C . Hasil tersebut sesuai dengan hasil analisis kualitatif dari puncak data XRD.

3.2 Analisis Fasa rGO dari Tempurung Kelapa Tua

Proses pembuatan serbuk rGO dimulai dari pembersihan tempurung kelapa tua dari serabutnya. Sebanyak 23 kg tempurung kelapa tua yang sudah bersih dari serabutnya dikeringkan di bawah sinar matahari selama satu hari. Setelah dikeringkan, tempurung kelapa dibakar dalam kondisi udara bebas. Tujuan dilakukan pembakaran pada tempurung kelapa yaitu untuk meningkatkan kandungan unsur karbonnya dan menghilangkan kandungan impuritasnya. Pembakaran tempurung kelapa menghasilkan arang yang berwarna hitam sebanyak 5 kg.

Arang tempurung kelapa tersebut ditumbuk sehingga didapatkan serbuk arang kasar. Selanjutnya, serbuk arang kasar dimortar lalu diayak dengan menggunakan saringan 200 mesh agar dapat diperoleh serbuk halus. Pengayakan berfungsi untuk menghomogenkan ukuran rGO, memperluas luas permukaan, dan memperoleh serbuk rGO yang terdistribusi merata.





Gambar 4.2 (a) Serbuk rGO Dasar dari tempurung kelapa tua
(b) rGO hasil penelitian Putra (c) rGO dari grafit

Serbuk arang tempurung kelapa dianalisis struktur dan fasanya melalui uji XRD (*X-Rays Diffraction*). Pola difraksi yang dihasilkan dapat diamati pada Gambar 4.2, menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa rGO dengan struktur semikristalin. Hasil tersebut dibuktikan dengan adanya dua puncak lebar pada sudut 2θ sebesar $22,9130^\circ$ dan $43,4944^\circ$. Sudut 2θ tersebut sesuai analisis data kualitatif penelitian yang telah dilakukan oleh Putra (2017) pada Gambar 4.1(a), dimana puncak dari serbuk arang tempurung kelapa terbentuk pada sudut $24,18^\circ$ dan $44,18^\circ$. Puncak yang lebar dapat memprediksi bahwa partikelnya mempunyai ukuran yang kecil, namun untuk membuktikan maka perlu dilakukan uji PSA (*Particle Size Analysis*).

Hasil analisis di atas juga sesuai dengan penelitian rGO dari bahan grafit yang menggunakan metode hummer method. Puncak difraksi dengan intensitas rendah, tajam, bertumpuk, dan lebar dapat

diamati pada pola XRD rGO di sudut 2θ sebesar 25° - 30° . Puncak lainnya dengan intensitas yang lebih rendah dengan bentuk yang sama terdapat pada sudut 2θ sebesar 40° - 45° (C. Wu dkk. 2014). Adapun gambar hasil uji XRD (*X-Rays Diffraction*) pada material rGO dari percobaan ini dengan referensi dapat diamati pada gambar 4.2.

3.3 Analisis Komposisi Unsur pada rGO

Analisis komposisi unsur dari rGO dapat diketahui dengan pengujian XRF dan CHONS. Unsur-unsur utama penyusun rGO adalah Karbon (C), Oksigen (O), dan Hidrogen (H), dan Sulfur (S) yang dapat dianalisis dengan melakukan uji CHONS. Setiap material yang berasal dari bahan organik pasti mempunyai impuritas, seperti pada material rGO ini. Oleh karena itu untuk mengetahui unsur-unsur impuritas tersebut, maka dapat dianalisis dengan pengujian XRF. Hasil pengujian XRF hanya dapat menganalisis unsur dari Natrium hingga Uranium. Berdasarkan data hasil pengujian CHONS dan XRF, gabungan komposisi yang diolah menjadi 100% dapat dilihat pada tabel 4.4.

Berdasarkan hasil data tersebut, dapat diketahui bahwa penyusun unsur utama pada material rGO yaitu unsur karbon (C) sebesar 53,65%, dan oksigen (O) sebesar 6,26%. Jika dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan sebelumnya oleh Islamiyah (2017) terdapat pada Tabel 4.1, penyusun unsur utama mempunyai prosentase karbon yang jauh lebih besar dengan jumlah prosentase oksigen yang jauh lebih kecil. Perbedaan jumlah prosentase komponen unsur utama, disebabkan karena perbedaan perlakuan sebelum diuji CHONS. Pada penelitian yang dilakukan oleh Islamiyah (2017), pengujian CHONS dilakukan setelah serbuk arang kelapa *difurnace* pada suhu 400°C selama 5 jam. Adapun pada penelitian ini, dilakukan pengujian CHONS tanpa *difurnace*. Jika dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh Nasrullah (2014) menunjukkan analisis CHONS dari rGO yang *difurnace* pada suhu 400°C , terdiri dari unsur utama berupa karbon dan oksigen

dengan prosentase yang mendekati sama, dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 4.4 Data hasil analisis komposisi bahan dasar

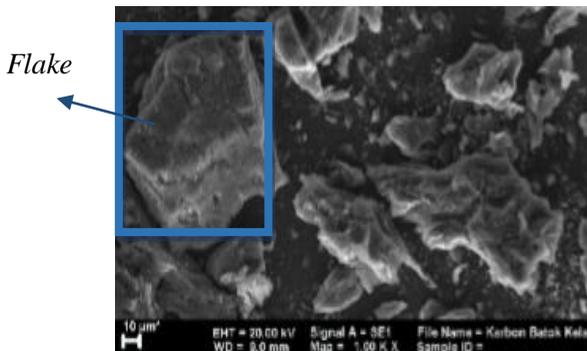
Komponen	Prosentase Total (%)
C	53,65039
N	0,09887
O	6,262096
H	34,0798
S	0,011408
P	0,194888
K	5,002135
Fe	0,135831
Ni	0,022442
Cu	0,30001
Zn	0,064963
Rb	0,070868
Yb	0,017717
Re	0,059057
Total	100%

Data uji XRF menunjukkan sebanyak 10 unsur yang menjadi impuritas. Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Babayemi *et al* (2010), umumnya abu dari sisa pembakaran tanaman mempunyai kandungan beberapa unsur jenis logam yang dapat dilihat pada Tabel 4. Data uji XRF menunjukkan adanya kesamaan dengan analisis data tersebut, dimana pada serbuk tempurung kelapa mempunyai beberapa kandungan unsur logam. Prosentase unsur logam terbesar yaitu kalium sebanyak 5%. Selain itu juga terdapat unsur logam besi (Fe), seng (Zn), tembaga (Cu) dan nikel (Ni) dengan prosentase yang cukup rendah. Unsur logam yang terdapat pada tumbuhan dapat disebabkan karena adanya unsur hara di dalam tanah yaitu berupa Karbon (C), Hidrogen (H), Oksigen (O), Nitrogen (N), Fosfor (P), Kalium (K), Kalsium (Ca), Magnesium (Mg), Belerang (S), Besi (Fe), Mangan (Mn), Boron (B), Mo, Tembaga (Cu), Seng (Zn) dan Klor (Cl). Berdasarkan referensi yang sama menyatakan bahwa unsur-unsur tersebut utamanya unsur kalium dapat dengan mudah

larut ke dalam air. Oleh karena itu, tumbuhan termasuk pada pohon kelapa yang disiram air akan mudah menerima unsur-unsur hara yang didalam tanah lewat jaringan pengangkut.

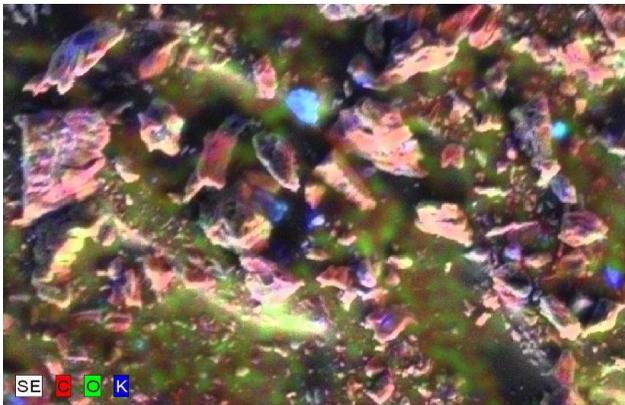
4.4 Analisis Morfoligi rGO Dasar dari Tempurung Kelapa

Morfologi rGO dari serbuk tempurung kelapa dapat dianalisis dengan menggunakan hasil uji SEM. Dalam penelitian ini menunjukkan bentuk morfologi rGO masih berupa lembaran yang tebal dan bertumpuk menyerupai bongkahan (*flake*). Hasil penelitian sebelumnya, menunjukkan rGO dari tempurung kelapa yang sudah *difurnace* pada suhu 400°C dan dieksfoliasi secara mekanik dengan ultrasonikasi selama 5 jam dengan larutan H₂SO₄, menghasilkan morfologi berupa tumpukan namun terdiri dari beberapa lapisan tipis bahkan terawang dengan rata-rata ketebalan 5µm, yang menunjukkan adanya proses penyayatan yang cukup berhasil (Islamiyah, 2013). Untuk dapat menghasilkan rGO yang berupa lembaran tipis dan terpisah, maka dibutuhkan perlakuan yang ekstra untuk melemahkan ikatan Van der Waals. Salah satu proses pada eksfoliasi mekanik yaitu ultrasonikasi. Ultrasonikasi merupakan proses yang efektif untuk menyayat lapisan dan dapat melemahkan ikatan Van der Waals. Lama ultrasonikasi juga dapat mempengaruhi, proses ultrasonikasi selama 12 jam dengan larutan *N-Methyl-Pyrrolidine* terbukti menghasilkan banyak lembaran tipis pada eksfoliasi mekanik grafit (C. Wu dkk. 2014).



Gambar 4.3 Hasil uji SEM pada sampel rGO dasar

Pada pengujian EDX hanya mengukur unsur-unsur yang telah ditentukan, pada penelitian ini unsur yang akan dianalisis yaitu karbon, oksigen, dan kalium. Analisa data EDX mendukung hasil analisa data CHONS dan XRF, bahwa penyusun utama pada rGO yaitu karbon (C), oksigen (O), dan kalium (K). Persebaran dari ketiga unsur dapat dilihat pada Gambar 4.3, karbon ditunjukkan dengan warna merah, oksigen berwarna hijau, dan kalium berwarna biru. Berdasarkan gambar tersebut, terlihat dengan jelas bahwa ketiga unsur tidak tersebar secara merata. Hanya sebagian kecil permukaan karbon yang dilapisi dengan tipis oleh oksigen dan kalium.



Gambar 4.4 Hasil uji EDX pada sampel dasar rGO

4.5 Analisis Distribusi Ukuran Partikel rGO

rGO dasar dari serbuk tempurung kelapa dilakukan uji PSA (*Particle Size Analyzer*) yang bertujuan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel awal rGO sebelum dieksfoliasi. Hasil pengujian tersebut menunjukkan besarnya distribusi ukuran partikel yaitu sebesar 220,7 nm. Distribusi ukuran partikel yang lebih kecil akan lebih mudah diaplikasikan pada pelapisan LiFePO_4 . Oleh karena itu, untuk menghasilkan distribusi ukuran yang lebih kecil pada rGO maka perlu diberikan pemanasan sebelum dilakukan eksfoliasi.

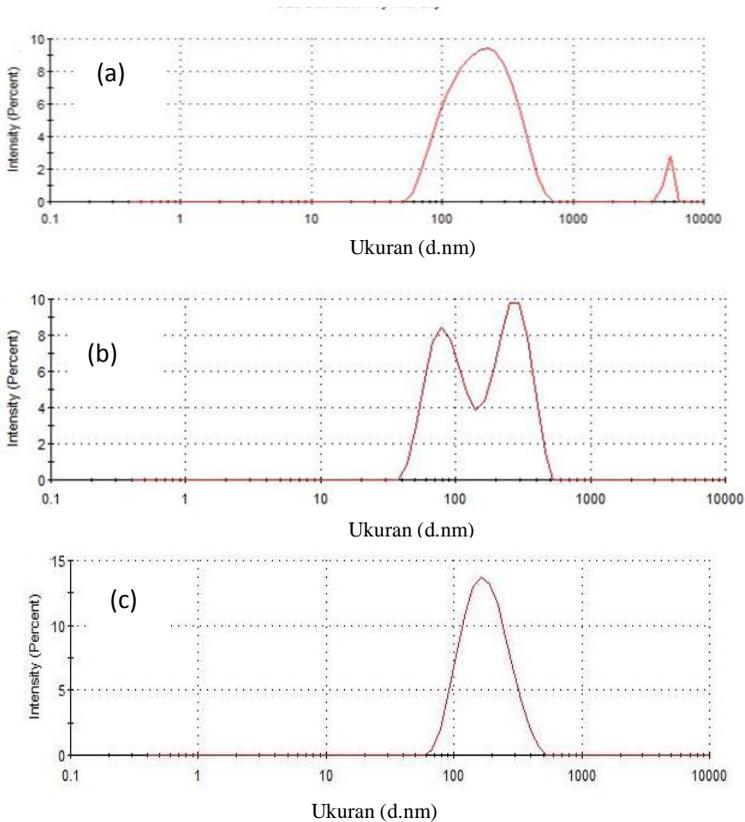
Pada penelitian ini, serbuk tempurung kelapa difurnace pada suhu 700°C dan 1000°C . Pemanasan berfungsi untuk mengurangi

kandungan oksigen dan impuritasnya. Selain itu, pemanasan juga dapat mengakibatkan pemuaian di antara lapisan rGO sehingga dapat melemahkan ikatan *Van der Walls*. Langkah selanjutnya, dilakukan eksfoliasi mekanik dengan cara di ultrasonikasi selama 5 jam rGO yang telah dilarutkan ke dalam akuades. Ultrasonikasi dapat menyayat lapisan rGO menjadi lapisan yang lebih tipis. rGO yang digetarkan menggunakan *ultrasonic cleaner* mengakibatkan ikatan *Van der Walls* akan terlepas akibat adanya gelombang ultrasonik. Pada tabel 4.5 terlihat penurunan ukuran dari material rGO dasar.

Tabel 4.5 Hasil Analisis Distribusi Ukuran rGO

Variasi Suhu <i>Furnace</i> (°C)	Ukuran Rata-ra (nm)
700	216,92
1000	164,72

Analisis distribusi ukuran dapat diketahui apakah sudah merata atau tidak dengan melihat grafik intensitasnya. Berdasarkan grafik intensitas yang didapatkan, untuk serbuk rGO dasar terdapat puncak yang menunjukkan ukurannya yaitu 220,7nm namun juga puncak lain dengan intensitas yang rendah dan sempit. Hasil tersebut menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikel masih kurang merata, dimana rata-rata ukuran partikel yaitu sekitar 220,7nm tetapi masih partikel yang berukuran lain. Pada variasi suhu *furnace* didapatkan dua puncak dengan intensitas yang tinggi yang menunjukkan distribusi ukuran partikel yang tidak merata dengan distribusi ukuran partikel yaitu 87,19nm dan 264,3nm. Adapun pada variasi suhu *furnace* 1000°C didapatkan hanya satu puncak intensitas yang menunjukkan bahwa distribusi ukuran sudah merata yaitu pada ukuran rata-rata 164,72nm. Setelah dilakukan pemanasan pada suhu 1000°C dan dilakukan eksfoliasi secara mekanik, menunjukkan adanya penurunan distribusi ukuran partikel. Distribusi ukuran partikel yang semakin kecil akan memudahkann dalam melakukan pelapisan rGO terhadap material katoda LiFePO_4 Adapun grafik intensitas dari ketiga variasi tersebut dapat dilihat pada gambar 4.5.



Gambar 4.5 Grafik Intensitas hasil Uji PSA dari (a) Sampel dasar rGO dan Hasil eksfoliasi dengan Variasi suhu furnace (b) 700° (c) 1000°C

4.6 Hasil Analisis Uji Konduktivitas LiFePO₄/rGO

Pengujian konduktivitas listrik LiFePO₄/rGO dilakukan untuk mengetahui peningkatan konduktivitas listrik dari LiFePO₄ setelah dilapisi rGO dengan menggunakan metode pencampuran mekanik. Variasi LiFePO₄ digunakan pada pelapisan ini adalah variasi kalsinasi LiFePO₄ pada suhu 700°C, karena mempunyai kandungan fasa *olivine* murni dengan prosentase 96,3% dan ukuran kristal sebesar 180,5nm. Adapun distribusi ukuran partikel rGO yang

dipilih adalah rGO yang paling kecil yaitu 164,72nm agar lebih mudah dilakukan pelapisan dan diharapkan dapat membentuk struktur *core shell*. rGO tersebut diperoleh dari hasil *furnace* pada suhu 1000°C dan eksfoliasi secara mekanik.

Metode pencampuran secara mekanik dilakukan melalui proses ultrasonikasi dan sentrifugasi. Proses ultrasonik berfungsi agar lembaran-lembaran rGO dapat menyelimuti kristal LiFePO₄ dan membentuk lapisan yang terpolarisasi. Proses polarisasi yang diikuti proses sentrifugasi akan menjadikan pelapisan sempurna. Adapun hasil uji konduktivitas dapat dilihat pada tabel 4.6.

Secara teori konduktivitas LiFePO₄ yaitu 10⁻⁹S/cm. Berdasarkan hasil analisis uji konduktivitas, didapatkan konduktivitas LiFePO₄ yaitu 7,59x10⁻⁸S/cm dari hasil sintesis menggunakan metode sol gel. Hasil konduktivitas dari LiFePO₄ yang dihasilkan dalam penelitian ini lebih baik dari teori, karena metode sol gel dapat menghasilkan ukuran yang lebih nano. Ukuran nano dapat meningkatkan luas permukaan dan mengarahkan ke elektroda dengan kontak elektrolit yang lebih tinggi sehingga dapat meningkatkan laju reaksi. Selain itu, peningkatan sifat kinetik juga dapat memperpendek laju difusi ion sehingga meningkatkan sifat elektrokimianya (Satyavani, Srinivas Kumar, dan P. S. V. Subba Rao. 2016). Hasil uji konduktivitas menunjukkan adanya peningkatan konduktivitas pada pelapisan LiFePO₄ dari rGO. Penelitian sebelumnya menyebutkan bahwa rGO merupakan substrat ideal untuk semua bahan pelapis karena konduktivitasnya yang sangat baik, kekuatan mekanis yang tinggi, bobot yang ringan dan struktur yang bersifat fleksibel. *Coating* rGO digunakan untuk membuat jaringan konduktif dan menempel dengan kuat di permukaan LiFePO₄ sehingga dapat menurunkan resistansi dari LiFePO₄ dan meningkatkan konduktivitasnya (Yang dkk. 2106).

Tabel 4.6 Hasil Uji Konduktivitas LiFePO₄/rGO

Perbandingan massa LFP/rGO	Konduktivitas (S/cm)
0%:100%	$2,6 \times 10^{-1}$
100%:0%	$7,59 \times 10^{-8}$
90%:10%	$6,68 \times 10^{-7}$
80%:20%	$1,84 \times 10^{-6}$
67%:33%	$1,63 \times 10^{-4}$

Analisis hasil uji konduktivitas menunjukkan semakin besar prosentase rGO maka konduktivitasnya semakin meningkat. Perbandingan massa 67% LiFePO₄ dan 33% rGO menunjukkan peningkatan konduktivitas yang baik, dari semula orde 10^{-8} S/cm menjadi orde 10^{-4} S/cm. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian sebelumnya dengan perbandingan massa 74% LiFePO₄ dan 26% rGO yang menunjukkan peningkatan sifat elektrokimia yang sangat baik. Kapasitas discharge awal yang superior dari 163,3mAh/g pada kepadatan arus 0.2C dan berkelanjutan kapasitas 110.6 mAh/g pada kepadatan arus tinggi 10C untuk 150 siklus berturut-turut. Keberadaan rGO yang sangat konduktif dan rentang transportasi pendek untuk ion-ion Li dan elektron membuat komposit LFPO₄/rGO sebagai katoda yang menjanjikan (Rosaiiah dkk. 2018).

rGO merupakan bahan yang bersifat dispersif sehingga prosentase massa dapat berkurang pada saat dilakukan pencampuran. Uji TEM diperlukan untuk mengetahui morfologi dari permukaan LiFePO₄/rGO dan besar prosentase pengurangan massa setelah dilakukan pencampuran. Hal tersebut bertujuan untuk mengetahui seberapa besar tingkat keberhasilan dari metode pencampuran secara mekanik dan mengetahui perbandingan massa LiFePO₄/rGO yang tepat agar meningkatkan konduktivitas listrik secara optimal.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini didapatkan kesimpulan sebagai berikut.

- a. Sintesis LiFePO_4 dengan menggunakan metode sol gel pada variasi suhu kalsinasi 700°C menghasilkan kemurnian fasa LiFePO_4 *olivine* yang paling tinggi yaitu sebesar 96,3% dari analisis pola XRD menggunakan aplikasi *Match!*. Sementara analisis ukuran kristal LiFePO_4 dengan metode *Rietveld Size* menggunakan perangkat lunak Rietica yaitu sebesar 180,5 nm.
- b. Sintesis serbuk rGO dari variasi suhu pemanasan 1000°C dan eksfoliasi secara mekanik menghasilkan distribusi ukuran partikel yang paling kecil yaitu 164,72 nm dari analisis data PSA menggunakan perangkat lunak Zetasizer.
- c. Analisis data konduktivitas listrik dengan pengujian menggunakan LCR meter, didapatkan adanya pengaruh *coating* rGO terhadap peningkatan konduktivitas LiFePO_4 . Peningkatan konduktivitas listrik paling baik yaitu pada variasi perbandingan massa 67% LiFePO_4 dan 33% rGO.

5.2 Saran

Hasil penelitian ini menunjukkan adanya potensi yang dapat dikembangkan dari aplikasi rGO terhadap peningkatan konduktivitas listrik LiFePO_4 . Oleh karena itu, analisis morfologi dan mikrostruktur melalui uji TEM perlu dilakukan setelah proses pencampuran $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ untuk mengetahui struktur pelapisannya dan mengetahui besarnya prosentase rGO yang menempel pada LiFePO_4 sehingga dapat mengetahui komposisi pencampuran yang optimum. Selain itu, juga perlu ditambahkan variasi pencampuran massa $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ yang menghasilkan konduktivitas maksimum dan penurunan konduktivitas agar dapat dibuat perumusan untuk pencampuran massanya.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

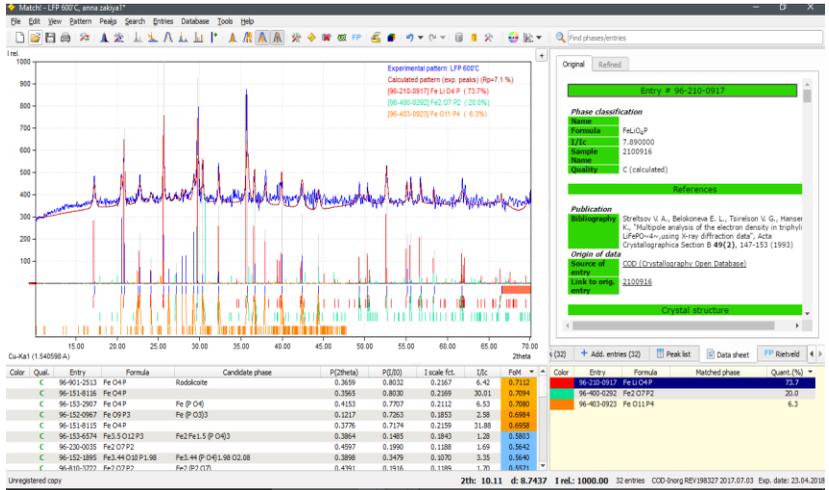
- Chen, Minghua, Kaichang Kou, Mingwu Tu, Jin Hu, Dub Xiaowei, dan Baosheng Yang. 2017. "Conducting reduced graphene oxide wrapped LiFePO₄/C nanocrystal as cathode material for high-rate lithium secondary batteries." *Elsevier* 310 (Agustus): 95–99.
- Frage, S, F Le Cras, C Bourbon, dan H Rouault. t.t. "Comparation Between Different LiFePO₄ Synthesis Routes And Their Influence On Its Physico-Chemical Properties." *Journal of Power Sources*, 119–21, 252–257.
- Islamiyah, Wildatun. 2017. "EKSFOLIASI MEKANIK DENGAN PENAMBAHAN H₂SO₄ PADA GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI TEMPURUNG KELAPA TUA." *ITS*, Juni.
- Negara, Vamellia Sari Indah. 2017. "STRUKTUR KRISTAL DAN STRUKTUR LOKAL SERBUK LiFePO₄ HASIL SINTESIS METODE SOL GEL." *ITS*, Juli.
- Pratapa, Suminar. 2011. "ANALISIS DATA DIFRAKSI MENGGUNAKAN METODE RIETVELD (implementasi Analisis Menggunakan Rietica)." *ITS*.
- Putra, Gilang Baswara Anggara. 2017. "SINTESIS ELEKTRODA SUPERKAPASITOR DENGAN PROSES EKSFOLIASI KIMIA DAN PENGAITAN Fe³⁺ PADA GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI TEMPURUNG KELAPA TUA." *ITS*, Juli.
- Rosaiah, P, Jinghui Zhu, O.M. Hussain, Zhonggui Liu, dan Yejun Qiu. 2018. "Well-dispersed rod-like LiFePO₄ nanoparticles on reduced graphene oxide with excellent electrochemical performance for Li-ion batteries." *Elsevier*, Januari, 1–7.
- Satyavani, T. V. S. L., 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.
- Wu, Borong, Yonghuan Ren, dan Ning Li. 2017. “LiFePO₄ Cathode Material,” September.
- Wu, Can, Qin Cheng, Kangbing Wu, Gang Wu, dan Qing Li. 2014. “Graphene prepared by one-solvent exfoliation as highly sensitive platform for electrochemical sensing.” *Elsevier*, Maret.
- Xie, Gang, Hua-Jun Zhu, Liu, Xiao-Min, dan Yang, Hui. 2013. “A Core-shell LiFePO₄/C nanocomposite prepared via a sol-gel method assisted by citric acid.” *ALLOYS AND COMPOUNDS*, Maret.
- Yang, WeiWei, JianGuo Liu, Xiang Zhang, Liang Chen, Yong Zhou, dan ZhiGang Zou. 2106. “Ultrathin LiFePO₄ nanosheets self-assembled with reduced graphene oxide applied in high rate lithium ion batteries for energy storage” Elsevier.
- Yuniarti, Endah, Joko Triwibowo, dan Edi Suharyadi. 2013. “Pengaruh pH, Suhu dan Waktu pada Sintesis LiFePO₄/C dengan Metode Sol-Gel Sebagai Material Katoda untuk Baterai Sekunder Lithium.” *Pusat Penelitian Fisika (P2F), Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesi (LIPI)*, September, 218–28.
- Zhang, Y, Huo, Q, Du, P, Wang, L, Zhang, A., Song, Y, Lv, Y, dan Li, G. 2012. “Advances in New Cathode Material LiFePO₄ for Lithium Ion Batteries”,” 162: 1315 – 1326.

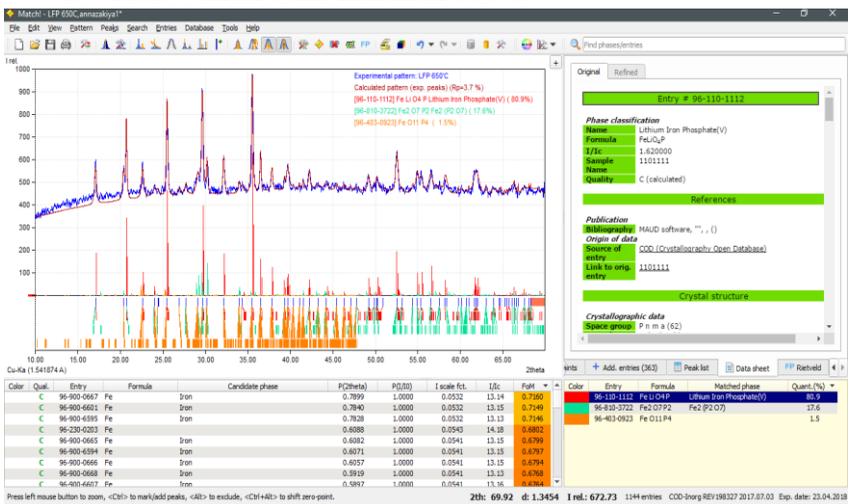
LAMPIRAN

Analisis LiFePO₄ dari Aplikasi Match! dan Rietica

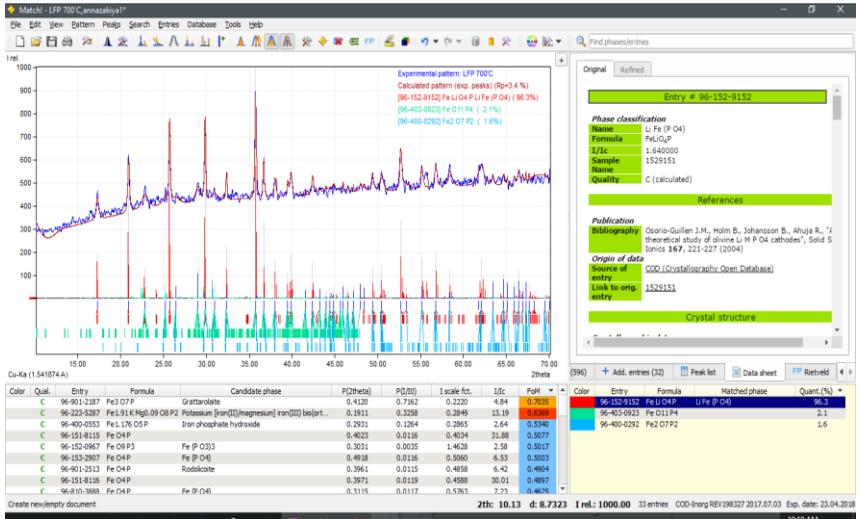
a. Pada Variasi Suhu Kalsinasi 600°C



b. Pada Variasi Suhu Kalsinasi 650°C



c. Pada Variasi Suhu Kalsinasi 700°C



BIODATA PENULIS



Anna Zakiyatul Laila yang akrab dipanggil “Kiki” merupakan penulis Tugas Akhir (TA) yang berjudul “Pelapisan *Reduced Graphena Oxide* (rGO) Untuk Peningkatan Konduktivitas Listrik *Lithium Ferro Phosphate* (LiFePO_4)”.

Penulis dilahirkan pada tanggal 18 Juni 1995 di Galis Tengah, RT 002 RW 004, Kecamatan Galis, Kabupaten Pamekasan. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis memulai pendidikannya di SDN 1 Bulay, dilanjutkan kejenjang berikutnya di RSBI SMPN I Pamekasan kemudian di SMAN I Pamekasan. Setelah lulus dari SMAN I Pamekasan pada tahun 2014, penulis melanjutkan pendidikan sarjananya di Jurusan Fisika, FIA, ITS melalui seleksi SNMPTN Undangan 2014. Penulis mengambil bidang minat Fisika Material.

Penulis mempunyai pengalaman baik di bidang akademik dan non akademik. Penulis aktif menjadi asisten dosen fisika dasar 1 pada tahun 2015 dan 2017. Selain itu, penulis juga aktif menjadi asisten laboratorium fisika modern, gelombang dan optik pada tahun 2016 dan 2018. Di samping itu, penulis pernah menjadi finalis LKTIN di UPI Bandung di tahun 2015, yang bertema “Pentingnya Pendidikan Dalam Lingkungan Keluarga”. Penulis juga pernah terpilih menjadi peserta konferensi YES (Young Engineers and Scientists) Summit ASEAN 2017 yang diselenggarakan oleh BEM ITS. Dalam konferensi tersebut, penulis ikut menyumbangkan idenya dalam usaha meningkatkan kesadaran adopsi teknologi bagi UMKM untuk mewujudkan Master Plan ASEAN Connectivity 2025. Terakhir, penulis mengikuti kegiatan “*Research Exchange By Lab Internship*” di Shibaura Institute of Technology (SIT), Jepang dengan mendapatkan *scholarship*. Dalam kegiatan organisasi,

penulis pernah menjadi staf dari departemen Mentoring FOSIF (Forum Study Islam Fisika) kepengurusan tahun 2015/2016 dan menjadi Sekretaris Departemen Syiar, FOSIF kepengurusan tahun 2016/2017.