



TUGAS AKHIR - SF 184801

**EFEK VARIASI FRAKSI KARBON SEBAGAI
PELAPIS DALAM PEMBENTUKAN
PARTIKEL KOMPOSIT $\text{LiFeSi}_{0.03} \text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$
TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK**

**Puri Olyvia Swastika
NRP. 0111154000055**

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

**DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS SAINS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019**



TUGAS AKHIR - SF 184801

**EFEK VARIASI FRAKSI KARBON SEBAGAI
PELAPIS DALAM PEMBENTUKAN
PARTIKEL KOMPOSIT $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$
TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK**

**Puri Olyvia Swastika
NRP. 0111154000055**

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

**DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS SAINS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



FINAL PROJECT - SF 184801

**THE EFFECTS OF VARIATION
CONCENTRATION COATING CARBON ON
PARTICLE $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ CATHODE TO
ELECTRICAL CONDUCTIVITY MATERIALS**

**Puri Olyvia Sswastika
NRP. 0111154000055**

**Advisor :
Dr. Mochamad Zainuri, M.Si**

**DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF SCIENCE
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2019**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LEMBAR PENGESAHAN

Efek Variasi Fraksi Karbon Sebagai Pelapis Dalam Pembentukan Partikel Komposit $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ Terhadap Konduktivitas Listrik TUGAS AKHIR

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

Oleh:

PURI OLYVIA SWASTIKA
0111154000055

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir :

Dr. M. Zainuri, M.Si

NIP. 19640130 199002.1.001



(.....)



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

**EFEK VARIASI FRAKSI KARBON SEBAGAI PELAPIS DALAM
PEMBENTUKAN PARTIKEL KOMPOSIT KATODA $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ TERHADAPAN KONDUKTIVITAS LISTRIK**

Nama Mahasiswa : Puri Olyvia Swastika
NRP : 01111540000055
Departemen : Fisika, Fakultas Sains ITS
Dosen Pembimbing : Dr. Mochamad Zainuri, M.Si

ABSTRAK

Penelitian mempelajari tentang pengaruh penambahan variasi fraksi karbon wt% terhadap distribusi ukuran partikel dan konduktivitas listrik. Sintesis material komposit dilakukan dengan menggunakan metode *solid state* menggunakan *high ball mill energy*. Pada penelitian ini bahan dasar yang digunakan adalah Fe_2O_3 , Li_2CO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, SiO_2 , dan glukosa sebagai bahan dasar karbon. Penelitian dilakukan dengan variasi fraksi karbon 0 wt%, 7 wt%, 9 wt%, dan 11 wt%. Temperatur kalsinasi yang digunakan untuk membentuk prekursor LFP adalah 700^0 dengan waktu penahan 5 jam. Karakterisasi yang digunakan adalah XRD, SEM, PSA, dan EIS. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa terbentuk fasa LiFePO_4 dan terbentuk dua fasa pada sampel 0 wt% yaitu LiFePO_4 dan $\text{Li}_3\text{Fe}_2\text{PO}_4$. Hasil SEM dan PSA menunjukkan bahwa semakin bertambahnya fraksi karbon wt% ukuran partikel semakin menurun akan tetapi pada sampel 11 wt% mengalami kenaikan ukuran partikel karena terjadinya aglomerasi pada sampel. Hasil uji konduktivitas menunjukkan bahwa nilai konduktivitas pada prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasi fraksi karbon 0wt% sebesar $0,018 \times 10^{-7}$ S/cm, variasi fraksi karbon 7wt% sebesar $0,002 \times 10^{-7}$ S/cm, variasi fraksi karbon 9wt% sebesar $3,518 \times 10^{-7}$ S/cm⁻, variasi fraksi karbon 11wt% sebesar $0,133 \times 10^{-7}$ S/cm. Dengan nilai konduktivitas tertinggi pada prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasi Fraksi karbon 9wt%..

Kata Kunci: Coating Carbon, LiFePO_4 , Solid state, EIS

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

**THE EFFECTS OF VARIATION CONCENTRATION COATING
CARBON ON PARTICLE $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ CATHODE TO
ELECTRICAL CONDUCTIVITY MATERIALS**

Name : *Puri Olyvia Swastika*
NRP : *01111540000055*
Department : *Physics, Faculty of Natural Sciences, Sepuluh
Nopember Institute of technology*
Advisors : *Dr. M. Zainuri, M.Si*

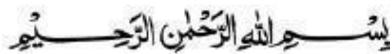
ABSTRACT

This research study of the influence variation carbon fraction as coating particle to dimension size electrical conductivity. The process of particle composite using solid state process by high energy ball milling. The row materials in this research are Fe_2O_3 , Li_2CO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, SiO_2 , and glucose as carbon coating. The variation of carbon are 0wt%, 7wt%, 9wt%, and 11wt%. The calcination temperature to form the LFP precursor is 700^0 with a holding time of 5 hours. The equipments to characteries the sampel are XRD, SEM, PSA, and EIS. The results anlysis of the XRD have shown the main phase as olivine (LiFePO_4) but without coating of the particle greated twi phase LiFePO_4 and $\text{Li}_3\text{Fe}_2\text{PO}_4$. The increasting carbon fraction tend to decreasing dimension of particle that indicated agglomeration phenomena. results of SEM and PSA showed that the increasing wt% carbon fraction decreased particle size but in the 11 wt% sample the particle size increased due to the agglomeration of the sample. The conductivity test results showed that the conductivity values of the $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ precursor with a variation of 0wt% carbon fraction were 0.018×10^{-7} S / cm, variations in carbon fraction of 7wt% were 0.002×10^{-7} S / cm, variations in carbon fraction 9wt% in the amount of $3,518 \times 10^{-7}$ S/cm, the variation of carbon fraction 11wt% is $0,133 \times 10^{-7}$ S/cm. With the highest conductivity value in the precursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ with a variation of 9wt% carbon fraction.

Keywords: Coating Carbon, LiFePO_4 , Solid state, EIS

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

KATA PENGANTAR



Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat-Nya, petunjuk-Nya berupa nikmat iman, islam, dan ikhsan sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir yang berjudul **“Efek Variasi Fraksi Karbon Sebagai Pelapis Dalam Pembentukan Partikel Komposit Katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ Terhadap Konduktivitas Listrik ”** dengan optimal dan waktu yang tepat. Tugas Akhir (TA) ini penulis susun untuk memenuhi persyaratan menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) di Departemen Fisika, Fakultas Sains, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Atas bantuan, dorongan, dan juga bimbingan dari berbagai pihak, akhirnya penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir dengan baik. Sehubungan dengan hal tersebut, maka penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih kepada :

1. Kedua orangtua tercinta yang telah memberikan doa, dukungan, serta motivasi selama penulis melakukan studi
2. Adik tersayang, Azzaria Arifah Cahyani dan Airellyn Belvania Amora yang selalu memberikan dukungan
3. Bapak Dr. Mochamad Zainuri selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan motivasinya serta saran yang diberikan kepada penulis dalam menyelesaikan Tugas Akhir ini
4. Bapak Dr. Yono Hadi Pramono, M.Eng selaku Kepala Departemen Fisika ITS, yang telah memberikan kemudahan sarana kepada penulis selama kuliah sampai terselesaikannya Tugas Akhir ini.
5. Bapak dan Ibu Dosen yang telah mendidik dan memberi ilmu kepada Penulis selama berkuliah di Departemen Fisika FIA ITS.

6. Mbak Suci Purnama Sari , yang telah memberikan masukan, mengajari mengolah data Tugas Akhir serta membimbing penulis sampai terselesaikannya Tugas Akhir penulis
7. Harfizah Lora Della, yang telah membantu penulis dalam pembuatan laporan serta memberikan support kepada penulis setiap saat.
8. Barep Adji Widhi Pangestu yang selalu memberikan support kepada penulis
9. Fairuzal Khalisha Haf serta Pelangi Azzahra sebagai rekan satu tim penelitian di bawah bimbingan Bapak Dr. M. Zainuri, M.Si yang telah membantu dalam proses penelitian dan penyusunan tugas akhir.
10. Amci Tirtalina, Angie, dan Nensy yang selalu menghibur penulis.
11. Fithri, Rahma, Mita, April dan Dila yang telah mendukung dan memberikan motivasi kepada penulis selama pembuatan laporan Tugas Akhir
12. Teman-teman POSITRON dan warga fisika lainnya yang telah memberikan dukungan dan doa kepada penulis
13. Semua pihak yang telah membantu, mendukung, dan mendoakan penulis yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

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 yang bergerak dalam bidang Fisika Material. Aamiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, Juli 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
TITLE PAGE.....	iii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	ix
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xvii
DAFTAR TABEL.....	xix
DAFTAR LAMPIRAN.....	xxi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
1.5 Batasan Masalah.....	5
1.6 Sistematika Penulisan.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Baterai.....	7
2.2 Prinsip Kerja Baterai.....	7
2.3 <i>Baterai Lithium Sekunder</i>	8
2.4 <i>Baterai Ion Lithium</i>	14
2.5 <i>Lithium Iron Phosphate (LiFePO₄)</i>	15
2.6 <i>Metode Solid-State Reaction</i>	16

2.7 Pengaruh Coating Carbon pada Komposit Material (LiFePO ₄)	18
2.8 <i>EIS(Electrochemical Impedance Spectrometry)</i>	19
2.9 Bahan Pembentukan LiFeSi _{0,03} P _{0,97} O ₄ /C	22
2.9.1 <i>Lithium Carbonate</i> (Li ₂ CO ₃)	22
2.9.2 <i>Iron (III) Oxide</i> (Fe ₂ O ₃)	22
2.9.3 <i>Di-ammonium Hydrogen Phosphate</i> (NH ₄) ₂ HPO ₄	22
2.9.4 <i>Silicon Dioxide</i> (SiO ₂)	23
BAB III METODOLOGI	25
3.1 Peralatan dan Bahan	25
3.1.1 Peralatan	25
3.1.2 Bahan	26
3.1.2.1 Bahan Utama	26
3.1.2.2 Bahan Pendukung	26
3.2 Langkah Kerja	27
3.2.1 Sintesis Katoda Komposit LiFeSi _{0,03} P _{0,07} O ₄	27
3.2.2 Sintesis Katoda Komposit LiFeSi _{0,03} P _{0,07} O ₄ /C	28
3.2.3 Pembuatan Sel Elektroda Positif	29
3.3 Karakterisasi Sampel	29
3.3.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	30
3.3.2 <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).....	30
3.3.3 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM-EDX)	32
3.3.4 <i>Electrochemical Impedance Spectroscopy</i> (EIS) ..	32
3.4 Diagram Alir Penelitian	34

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	37
4.1 Sintesis Material Katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$	37
4.2 Analisa Sintesis $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$	39
4.2.1 Analisa Fasa Berdasarkan Pola Difraksi Sinar-X .	39
4.2.2 Analisa Distribusi Ukuran Partikel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4$ dan $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4$ dengan PSA	42
4.2.3 Analisa Morfologi dan Distribusi Ukuran Partikel dengdengan SEM	44
4.3 Uji Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)	49
BAB V KESIMPULAN	55
5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran	55
DAFTAR PUSTAKA.....	57
LAMPIRAN.....	61

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Proses pengosongan/discharge	7
Gambar 2.2 Proses Charge	8
Gambar 2.3 Tiga Buah Sel elektrokimia yang berfungsi sebagai penyimpanan dan konversi energi listrik.....	9
Gambar 2.4 Skematik proses discharge dan charge yang terjadi pada elektroda baterai primer dan sekunder.(a) skematik discharge baterai primer, (b)-(e) skematik proses redoks dalam baterai sekunder.....	11
Gambar 2.5 Proses interkalasi ion Li^+ charging dan discharging	13
Gambar 2.6 Proses interkalasi ion Li^+ charging dan discharging. Permukaan lapisan film SEI (solid electrolyt interface) terbentuk antara lapisan elektroda dengan elektrolit, membentuk lapisan berhambatan yang membatasi kemampuan daya baterai dan juga menghasilkan panas buang dan tempat awal terbentuknya dendritik akibat litiasi.....	15
Gambar 2.7 Ilustrasi pergerakan bola dan serbuk dalam ballmill	17
Gambar 3.1 Alat <i>X-Ray Diffractometer (XRD)</i>	30
Gambar 3.2 Alat <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i>	31
Gambar 3.3 Alat <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	32
Gambar 3.4 Contoh hasil kurva EIS dari sistem baterai ion lithium	33
Gambar 3.5 Flowchart Sintesis $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$	34
Gambar 3.6 Flowchart Sintesis Sel Elektroda Positif	35
Gambar 4.1 Analisa puncak fasa difraksi	39
Gambar 4.2 Distribusi Ukuran Rata-rata Partikel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$	43
Gambar 4.3 Distribusi Ukuran Partikel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (a) 0wt%, (b) 7wt%, (c) 9wt% dan (d) 11wt% dengan Menggunakan SEM.....	45

Gambar 4.4 Hasil Mapping $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (a) 0wt%, (b) 7wt%, (c) 9wt% dan (d) 11wt% dengan Menggunakan SEM	47
Gambar 4.5 Grafik Nilai Konduktivitas Material $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (a) 0wt% (b) 7wt% (c) 9wt% (d) 11wt%	50

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Komposisi Material	27
Tabel 4.1 Tabel Parameter Kisi dan Volume Cell Pada LiFeSi _{0.03} P _{0.97} O ₄ /C	41
Tabel 4.2 Fraksi Berat Relatif Sampel	42
Tabel 4.3 Nilai Distribusi Rata-rata Ukuran Partikel Pada Pengujian PSA LiFeSi _{0.03} P _{0.97} O ₄ /C	44
Tabel 4.4 Nilai Distribusi Rata-rata Ukuran Partikel Pada Pengujian SEM LiFeSi _{0.03} P _{0.97} O ₄ /C	46
Tabel 4.5 Hasil EDX Material Komposit Katoda LiFeSi _{0.03} P _{0.97} O ₄ /C	49
Tabel 4.6 Nilai Konduktifitas dan Distribusi Ion Li ⁺	52

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A. Penghalusan dengan Metode Rietveld Menggunakan Software Rietica	61
Lampiran B. Data Grafik PSA	67
Lampiran C. Data Hasil Pengujian SEM-EDX.....	69
Lampiran D. Hasil Uji EIS dari Material LiFePO ₄ /C dengan Variasi Fraksi Karbon (wt%)	77
Lampiran Cara Fitting EIS.....	83
Lampiran E. Biodata Penulis	84

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Energi merupakan salah satu faktor penting dalam hal pertumbuhan negara. Sayangnya, persediaan energi di Negara Indonesia semakin terbatas jumlahnya seiring dengan bertambahnya waktu. Persediaan energi yang berasal dari bahan bakar seperti fosil, minyak, gas, dan batu bara hanya cukup untuk beberapa puluh tahun lagi sedangkan aktivitas industri yang memerlukan energi-energi tersebut akan terus berkembang dari tahun ke tahun (B. Grew, 2014). Perkembangan tersebut selain memberikan dampak positif, juga memberikan dampak negatif bagi lingkungan. Salah satu penyumbang pemakaian energi terbesar adalah pada peralatan elektronik seperti handphone, laptop, gadget, dan kendaraan listrik. Hal tersebut menimbulkan munculnya isu kebijakan global yang mengacu pada teknologi ramah lingkungan sehingga dapat diharapkan perkembangan teknologi tersebut sangat memperhatikan aspek keberlanjutan.

Seiring dengan bertambahnya zaman, ilmu pengetahuanpun juga semakin berkembang. Para peneliti berlomba – lomba untuk menemukan energi alternatif oleh karena bahan bakar fosil yang semakin langka dan keadaan bumi ini yang terpuruk karena tercemar oleh berbagai polusi. Salah satu penelitian energi alternatif adalah pada sumber listrik, bagaimana sebuah sumber listrik dapat dihasilkan dengan bahan baku yang mudah didapat dan diperbaharui, salah satunya adalah sumber energi matahari.

Hal ini menyebabkan perlunya peralatan penyimpan energi listrik yang efisien, bahan baku yang mudah diperoleh, ramah

lingkungan dan berkapasitas tinggi. Salah satu peralatan penyimpan energi listrik adalah baterai. Baterai yang memiliki memiliki densitas tinggi dan beda potensial tinggi yaitu baterai ion lithium. Dari berbagai negara termasuk negara Indonesia sudah banyak mengembangkan baterai ion lithium. Sejak dikomersialkan untuk pertama kalinya oleh Sonny pada tahun 1991, baterai lithium ion menjadi sumber energi listrik yang paling banyak dipergunakan (Rao, 2013). Kelebihan dari baterai ion lithium adalah memiliki lifecycle panjang (500-1000 siklus), beda potensial tinggi, densitas energi tinggi dan kapasitas spesifik lebih tinggi dibandingkan dengan baterai sekunder yang lain (Allison, 2015). Baterai ion lithium juga mempunyai kemampuan dapat diisi ulang (*rechargeable*) sehingga baterai dapat digunakan secara berulang, stabilitas penyimpanan energy yang sangat baik, tidak memiliki *memory effect* dan berat yang lebih ringan. Selain itu, baterai ini merupakan baterai yang ramah lingkungan karena tidak mengandung bahan yang berbahaya seperti baterai-baterai yang berkembang lebih dahulu seperti baterai Ni-Cd dan Ni-MH (K. Meilia, 2015) Selain itu, baterai ion lithium sudah banyak digunakan sebagai sumber energi untuk peralatan elektronik portable bahkan pada mobil listrik (Allison, 2015). Beberapa material katoda pada baterai ion lithium yang telah disintesis yaitu lithium mangan oxide (LiMn_2O_4) lithium cobalt oxide (LiCoO_2) (Reimer, 1992) dan lithium iron phosphate (LFP) (Hamid, 2012).

Beberapa material katoda pada baterai ion lithium yang telah disintesis yaitu lithium mangan oxide (LiMn_2O_4) lithium cobalt oxide (LiCoO_2) (Reimer, 1992) dan lithium iron phosphate (LFP) (Hamid, 2012). Dari ketiganya, material LiMn_2O_4 mudah dibuat, kapasitas rendah (110 mAh/g) dan konduktivitas listrik lebih rendah yakni sekitar 10^{-5} S/cm. Sedangkan LiCoO_2 merupakan salah satu material katoda yang paling sukses dikomersialkan (Reimer, 1992), memiliki lingkungan karena mengandung logam berat. Sehingga, banyak penelitian yang telah dilakukan untuk menemukan material yang jauh lebih murah, tidak

beracun, tidak berbahaya dan mudah didapatkan untuk menggantikan material Co yang tidak ramah lingkungan (Ahn, 2010). Salah satu material katoda baterai lithium ion yang saat ini terus dikembangkan adalah lithium iron phosphate (LiFePO_4), yang pertama kali diperkenalkan oleh John Good pada tahun 1997 sebagai elektroda katoda yang menjanjikan untuk baterai lithium ion. LiFePO_4 memiliki berbagai kelebihan dibandingkan material katoda lain seperti harga yang terjangkau, tidak beracun, mudah didapatkan, thermal dan chemical stability yang tinggi, memiliki performa elektrokimia yang stabil pada kondisi terisi penuh dan memiliki kapasitas yang tinggi (170 mAh/g) serta life cycle yang lebih panjang (Xiangcheng, 2012).

Pada penelitian kali ini dititik beratkan pada pembuatan material katoda LiFePO_4 yang sedang berkembang saat ini. LiFePO_4 mempunyai keterbatasan seperti konduktivitas yang rendah ($\sim 10^{-9}$ S/cm), memiliki impedansi tinggi dan laju kapabilitas pemuatan yang rendah (Chung, 2002). Salah satu cara untuk meningkatkan konduktivitas material ini adalah dengan mereduksi ukuran partikel atau melakukan doping kation supervalent (Zhang dkk, 2012) atau melapisinya dengan carbon yang bersumber dari glukosa (Hamid dkk, 2012) polimer (Yang dkk, 2011) dan asam stearat (Huang dkk, 2009) sehingga diperoleh material komposit LiFePO_4/C penelitian kali ini dilakukan untuk mengembangkan penelitian sebekumnya agar bisa di aplikasikan pada teknologi baterai ion lithium. Variasi yang digunakan adalah fraksi komposisi karbon (0wt%, 7wt%, 9wt% dan 11wt%).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan maka dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

Bagaimana pengaruh Variasi Fraksi Karbon pada dimensi partikel material katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ fosil karena diperoleh sumber energi baru yang dapat dibangkitkan menggunakan modul termoelektrik lapisan tipis.

- 1.2.1 Bagaimana pengaruh Variasi Fraksi Karbon terhadap konduktivitas baterai berbasis material katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah yang telah disusun maka diperoleh tujuan penelitian sebagai berikut:

- 1.3.1 Mengetahui pengaruh Variasi Fraksi Karbon pada dimensi ukuran partikel katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$
- 1.3.2 Mengetahui pengaruh Variasi Fraksi Karbon terhadap konduktivitas baterai berbasis material katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$

1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat yang ingin di peroleh dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- 1.4.1 Data hasil penelitian akan memberikan informasi mengenai pengaruh Variasi Fraksi Karbon terhadap pembentukan material katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ untuk mengetahui mikrostruktur material dan konduktivitas baterai ion lithium berbasis material katoda dalam pengembangan baterai ion lithium hemat energi ke depannya.
- 1.4.2 Bagi para peneliti dapat di gunakan sebagai acuan untuk penelitian selanjutnya terkait pengembangan baterai ion lithium berbasis material katoda hingga menghasilkan penelitian yang intensif

1.5 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam Tugas Akhir ini antara lain adalah :

- 1.5.1 Bahan dasar pembentuk komposit $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ pada penelitian ini adalah Fe_2O_3 sebagai sumber Fe, SiO_2 sebagai

sumber Si , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebagai sumber ion *phosphate* , dan Li_2CO_3 sebagai sumber Li.

1.5.2 Pada penelitian kali ini di variasikan Variasi Fraksi Karbon untuk membentuk prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasinya adalah 0% , 7% , 10% dan 11%.

1.5.3 Metode yang digunakan pada penelitian ini dalah *solid-state* dengan menggunakan alat *High Energi Ball Milling*

1.5.4 LiFePO_4 dengan doping ion Si dilakukan menggunakan metode *solid-state reaction*.

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika yang dilakukan dalam penyusunan laporan tugas akhir ini terdiri dari beberapa bab, yakni:

BAB I : PENDAHULUAN

Bab ini berisi tentang latar belakang, perumusan masalah, tujuan, manfaat, batasan masalah, dan sistematika penulisan

BAB II : DASAR TEORI

Bab ini berisi tentang beberapa materi penunjang untuk melakukan penelitian ini, seperti Baterai, Prinsip Kerja Baterai, Baterai Lithium Sekunder, Baterai Ion Lithium, *Lithium Iron Phosphate* (LiFePO_4), Metode Solid-State Reaction, Pengaruh *Coating Carbon* pada Komposit Material (LiFePO_4), EIS, dan Bahan Pembentuk Prekursor. .

BAB III : METODOLOGI

Bab ini berisi tentang alat dan bahan yang digunakan, *flowchart* penelitian, dan langkah kerja.

BAB IV : HASIL DAN PEMBAHASAN

Bab ini berisi tentang penjelasan data yang diperoleh, meliputi data hasil pengujian dan pembahasan dari data yang diperoleh

BAB V : PENUTUP

Bab ini berisi tentang kesimpulan yang diperoleh dari penelitian yang telah dilakukan dan saran.

DAFTAR PUSTAKA

Daftar pustaka berisikan identitas buku, jurnal, situs web, maupun hal lain yang dijaikan referensi dalam penulisan.

LAMPIRAN

Lampiran berisikan data penelitian, biodata penulis, dan biodata dosen pembimbing.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

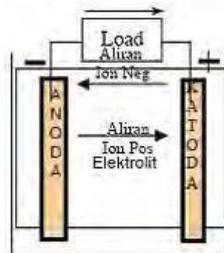
2.1 Baterai

Baterai adalah sebuah sel listrik dimana di dalamnya berlangsung proses elektrokimia yang reversibel (dapat berbalikan) dengan efisiensinya yang tinggi. Yang dimaksud dengan proses elektrokimia reversibel adalah di dalam baterai dapat berlangsung proses perubahan kimia menjadi tenaga listrik (proses pengosongan), dan sebaliknya dari tenaga listrik menjadi tenaga kimia, pengisian kembali dengan cara regenerasi dari elektroda-elektroda yang dipakai, yaitu dengan melewati arus listrik dalam arah yang berlawanan di dalam sel. Jenis sel baterai ini disebut juga Storage Battery, adalah suatu baterai yang dapat digunakan berulang kali pada keadaan sumber listrik arus bolak-balik (AC).

Tiap sel baterai ini terdiri dari dua macam elektroda yang berlainan, yaitu elektroda positif dan elektroda negatif yang dicelupkan dalam suatu larutan kimia. (Martin dkk, 2004)

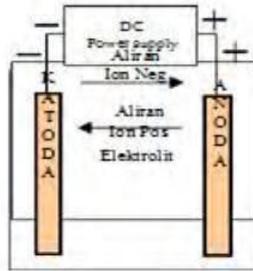
2.2 Prinsip Kerja Baterai

Proses discharge pada sel berlangsung menurut skema Gambar 2.1. bila sel dihubungkan dengan beban maka elektron mengalir dari anoda melalui beban ke katoda, kemudian ion-ion negatif mengalir ke anoda dan ion-ion positif mengalir ke katoda.



Gambar 2.1 Proses pengosongan/discharge (Martin dkk, 2004)

Pada proses pengisian menurut skema gambar 2.2 di bawah ini adalah bila sel dihubungkan dengan *power supply* maka elektroda positif menjadi anoda dan elektroda negatif menjadi katoda. Proses kimia yang terjadi adalah sebagai berikut.

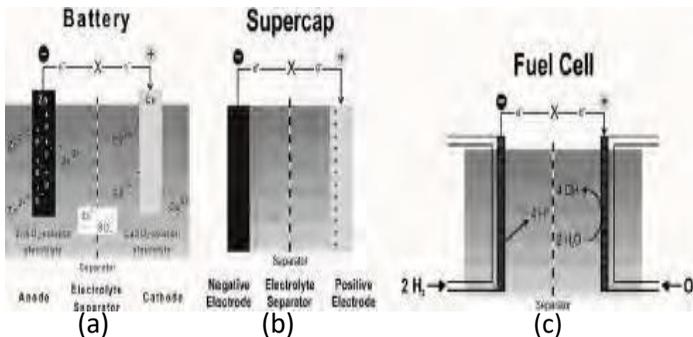


Gambar 2.2 Proses charge (Martin dkk, 2004)

Proses ini aliran elektron menjadi terbalik, mengalir dari anoda melalui *power supply* ke katoda. Ion-ion negatif mengalir dari katoda ke anoda, sedangkan ion-ion positif mengalir dari anoda ke katoda. Jadi reaksi kimia pada saat pengisian (*charging*) adalah kebalikan dari pengosongan (*discharging*). (Martin dkk, 2004)

2.3 Baterai Lithium Sekunder

Baterai lithium seperti digambarkan dalam Gambar 2.3 adalah baterai yang tersusun dari sel elektrokimia yang mampu menyimpan dan menghasilkan konversi dari reaksi kimia tidak spontan (reduksi oksidasi/redoks) menjadi energi listrik. Baterai lithium dapat dibuat sebagai baterai primer ataupun sekunder. Keduanya memiliki fungsi dan karakter yang berbeda. Sebuah baterai primer memiliki kemampuan pakai satu kali saja, satu kali discharge, sementara baterai sekunder memiliki kemampuan charge/discharge berulang-ulang.



Gambar 2.3 tiga buah sel elektrokimia yang berfungsi sebagai penyimpanan dan konversi energi listrik, (a) sel baterai, (b) supercapasitor, dan (c) sistem fuel cell. (Martin dkk, 2004)

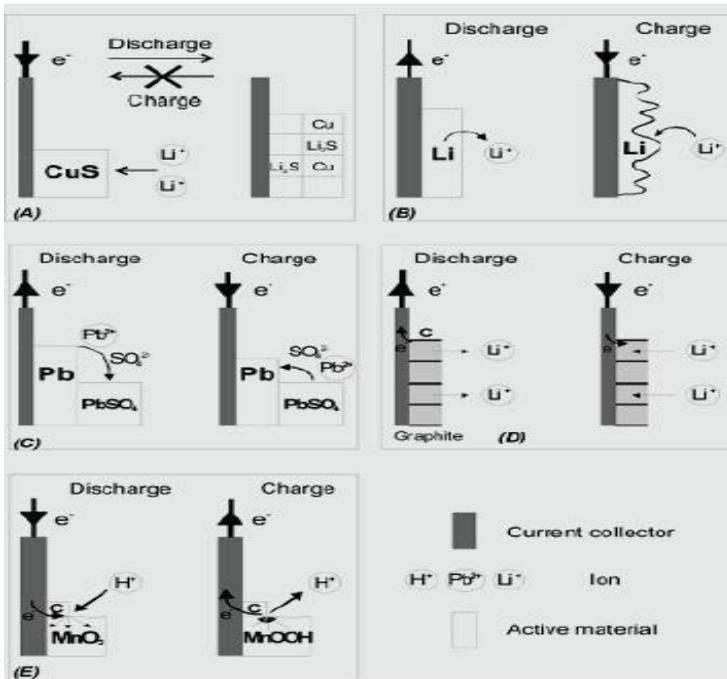
Konfigurasi dasar suatu sel baterai tunggal terdiri dari 3 bagian yaitu : elektroda anoda, elektrolit, dan elektroda katoda. Anoda adalah elektroda negatif yang berkaitan dengan reaksi oksidasi setengah sel yang melepaskan elektron ke dalam sirkuit eksternal. Katoda adalah elektroda positif dimana terjadi reaksi setengah sel lainnya, yaitu reaksi reduksi yang menerima elektron dari sirkuit luar sehingga reaksi kimia reduksi terjadi pada elektroda ini. Komponen elektrolit berfungsi sebagai material yang mampu menjadi penghubung reaksi. Karakteristik yang perlu dimiliki elektrolit adalah konduktivitas ionik yang tinggi dan sekaligus konduktivitas elektronik yang rendah sehingga mampu menghantarkan ion selama proses reaksi redoks terjadi antara elektroda positif dan elektroda negatif tanpa terjadi kebocoran arus elektron. Selain 3 komponen di atas ada satu komponen lain yang perlu diaplikasikan sebagai penjamin faktor keamanan baterai yaitu, komponen separator. Komponen ini berfungsi sebagai barrier antara elektroda untuk menjamin tidak terjadinya hubungan pendek yang bisa menyebabkan kegagalan dalam baterai. Separator dapat berupa elektrolit yang berbentuk gel, atau plastik film microporous (nano pori), atau material inert berpori yang diisi dengan elektrolit cair. Sifat listrik separator ini mampu dilewati dengan elektrolit cair. Sifat listrik separator ini mampu dilewati

oleh ion tetapi juga mampu memblokir elektron, jadi bersifat konduktif ionik sekaligus tidak konduktif elektron. Komponen elektroda umumnya tersusun dari hasil sintesa material aktif yang bersifat konduktif baik secara ionik maupun elektronik. Material aktif ini yang umumnya berbasiskan material keramik yang mampu bereaksi secara kimia menghasilkan aliran arus listrik selama baterai mengalami proses *charging* dan *discharging*.

Reaksi kimia dalam baterai sekunder bersifat *reversible*, sehingga material penyusun sel dipilih dari material yang memiliki struktur kristal dengan kemampuan '*insertion compound*' (David, 1994), yaitu material keramik yang mampu menerima dan melepaskan x koefisien ion lithium per mol A_zB_y tanpa mengalami perubahan besar atau kerusakan dalam struktur kristalnya. Persamaan dasar dari reaksi kimia yang terjadi dalam sel sekunder ditunjukkan pada persamaan (2.1) berikut ini:



Konstruksi yang berbeda terjadi pada sistem baterai lithium primer karena material yang dipilih bersifat hanya satu kali discharge dan struktur kristal dalam komponen katoda akan mengalami perubahan yang tidak reversible. Meski demikian keunggulan utama dari baterai primer adalah kapasitasnya yang jauh lebih tinggi dikarenakan bagian anodanya memakai material lithium metal, dibandingkan baterai lithium sekunder yang 'lithium'-nya terkandung dalam senyawa insersi (*insertion compound*). Namun keunggulan baterai sekunder yang mampu diisi ulang ini lebih banyak aplikasinya dalam pemakaian hampir semua perangkat elektronik portabel. Sedangkan baterai lithium primer spesial yang memiliki densitas energi tinggi lebih banyak diaplikasikan untuk tujuan khusus, seperti dalam militer yang digunakan sebagai sumber energi dala berbagai teknologi balistik.



Gambar 2.4 Skematik proses *discharge* dan *charge* yang terjadi pada elektroda baterai primer dan sekunder. (a) skematik *discharge* baterai primer, (b)-(e) skematik proses redoks dalam baterai sekunder (Martin dkk, 2004)

Baterai lithium sekunder yang beredar di pasar saat ini umumnya disebut sebagai Li-ion (LIB/lithium ion battery) yang terjadi dari karbon/grafit sebagai anoda, katoda dari lithium-cobalt oxide, dan elektrolit garam organik lithium hexafluorophosphate ($LiPF_6$) dipadu dengan ethylene carbonate-pelarut organik sebagai pencampur. Mekanisme perpindahan ion lithium yang terjadi dalam sel adalah insersi interkalasi ke dalam struktur host (Martin dkk, 2004). Mekanisme *charge/discharge* yang terjadi pada sistem baterai primer dan sekunder digambarkan pada Gambar 2.4.

Gambar 2.4. (a) memperlihatkan baterai lithium primer Li-CuS. Selama proses *discharge* terjadi dengan reaksi kimia pada CuS. Cu

digantikan oleh Li^+ dan bersegregasi dalam fasa solid pada bagian katoda. Produk yang dihasilkan Li_2S dan Cu adalah fasa stabil (permanen) sehingga tidak dapat bersifat reversible. Karena itu, reaksi kimia dalam elektroda baterai ini tidak dapat diisi dan sel dikategorikan sebagai sel primer. Pada Gambar 2.4. (b) elektroda

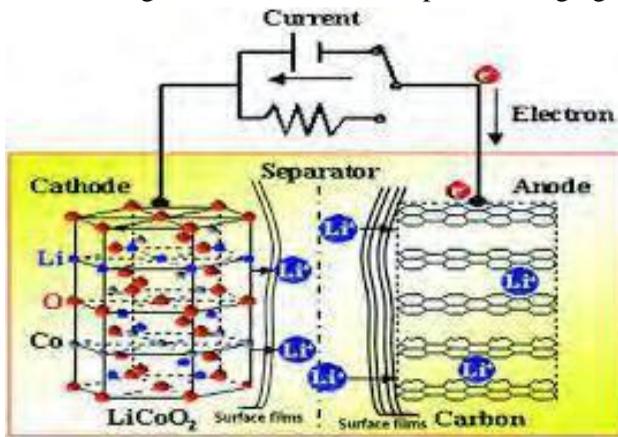
Li di-discharge mengalami proses oksidasi. Kation Li^+ masuk ke dalam larutan. Reaksi ini reversible dengan hasil Li yang mengalami redeposisi. Namun seperti kebanyakan sifat metal, redeposisi yang terjadi tidak halus, tetapi kasar, mossy, dan menumbuhkan dendritik yang mengindikasikan masalah serius pada faktor keamanan baterai (short circuit/eksploratif). Kondisi ini sangat kontras berbeda dengan yang terjadi pada sistem baterai lead acid. (c) Elektroda pada baterai Pb berupa larutan sama seperti

tipe (b) namun proses yang terjadi kation Pb^+ hanya sedikit terlarut dalam larutan asam sulfur, dan PbSO_4 mengendap (precipitation) pada permukaan elektroda. Paduan mekanisme solution-precipitation ini juga berlangsung selama proses charging, ketika PbSO_4 dilarutkan kembali dan bertransformasi menjadi Pb metalik.

Gambar 2.4 (d) memperlihatkan tipe reaksi elektrokimia insersi. Penyebutan insersi merujuk pada reaksi redoks padat (solid-state redox reaction) yang menyebabkan perpindahan

muatan, berkopling dengan proses perpindahan ion Li^+ dari elektrolit ke dalam struktur host padat, yaitu grafit yang memiliki sifat konduktor ionik dan elektronik. Tidak seperti tipe pergantian tempat/*displacement* (a) atau tipe elektroda larutan (b), tipe elektroda insersi memiliki kapabilitas *reversibel* yang lebih tinggi dikarenakan keuntungan adanya kombinasi kestabilan struktur kristal dan bentuk sel. Pemilihan elektroda insersi padat mensyaratkan dua sifat yang baik pada konduktivitas elektron dan konduktivitas ion. Namun, untuk material keramik yang memiliki konduktivitas elektronik rendah, seperti MnO_2 , masih dimungkinkan dipilih sebagai elektroda dengan penambahan aditif karbon sebagai matrik sehingga bahan aditif ini mampu memberikan kontak yang baik ke dalam bulk material partikel MnO_2 (Martin dkk, 2004).

Kemampuan kapasitas energi yang tersimpan dalam baterai lithium tergantung pada berapa banyak ion lithium yang dapat disimpan dalam struktur bahan elektrodanya dan berapa banyak yang dapat digerakkan dalam proses *charging* dan *discharging*, karena jumlah arus elektron yang tersimpan dan tersalurkan sebanding dengan jumlah ion lithium yang bergerak. (David, 1994). Pada proses *charging*, material katoda akan terionisasi, menghasilkan ion lithium bermuatan positif dan bermigrasi ke dalam elektrolit menuju komponen anoda, sementara elektron yang diberikan akan dilepaskan bergerak melalui rangkaian luar menuju anoda. Ion lithium ini akan masuk ke dalam anoda melalui mekanisme interkalasi seperti yang terlihat pada Gambar 2.5. saat *discharging* akan terjadi aliran ion dan elektron dengan arah kebalikan dari proses *charging*.



Gambar 2.5 Proses interkalasi ion Li^+ charging dan discharging (Candace, 2008).

Suatu material elektrokimia dapat berfungsi baik sebagai elektroda anoda maupun katoda bergantung pada pemilihan material (*material selection*) yang akan menentukan karakteristik perbedaan nilai tegangan kerja (*working voltage*) dari ke dua material yang dipilih. Potensial tegangan yang terbentuk antara elektroda anoda

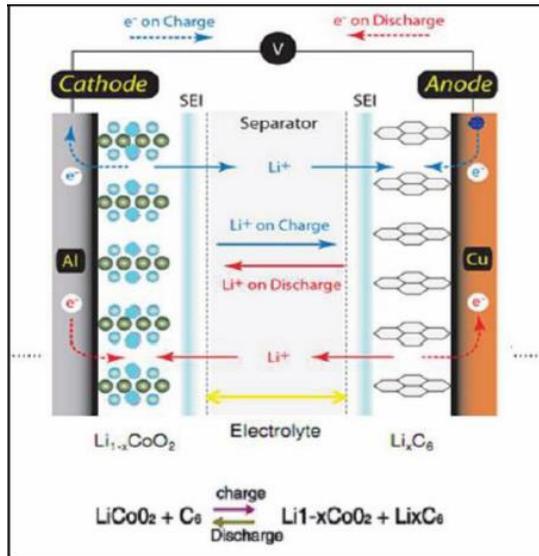
dan katoda bergantung dari reaksi kimia reduksi-oksidasi dari bahan elektroda yang dipilih.(Yan-jing Hao, et al., 2005)

2.4 Baterai Ion Lithium

Baterai Lithium adalah baterai yang tersusun dari sel elektrokimia yang mampu menyimpan dan menghasilkan konversi dari reaksi kimia tidak spontan (reduksi oksidasi/redoks) menjadi energi listrik. Baterai Lithium dapat dibuat sebagai baterai primer ataupun sekunder. Keduanya memiliki fungsi dan karakter yang berbeda. Sebuah baterai primer memiliki kemampuan pakai satu kali saja, satu kali *discharge*, sementara baterai sekunder memiliki kemampuan *charge/discharged* berulang-ulang (Subhan,2011) .

Anoda, elektrolit dan katoda merupakan 3 komponen penting dalam konfigurasi suatu sel baterai tunggal dengan 1 komponen penting lainnya yaitu separator sebagai faktor penjamin keamanan baterai (Subhan,2011).Anoda adalah elektroda negatif dari sel terkait dengan reaksi kimia oksidatif yang melepaskan elektron ke dalam sirkuit eksternal. Elektrolit adalah bahan yang menyediakan ionik murni konduktivitas antara elektroda positif dan negative dari sel. Katoda adalah elektroda positif dari sel terkait dengan reaksi kimia reduktif yang memperoleh elektron dari sirkuit eksternal. Sedangkan separator adalah penghalang antara elektroda positif dan negatif dalam sel untuk mencegah korslet listrik. Separator tersebut bisa menjadi elektrolit gel atau plastic film *microporous* atau bahan inert berpori lainnya yang diisi dengan elektrolit. Separator harus memiliki sifat *permeabel* untuk ion dan kondis inert dalam lingkungan baterai (Winter et al, 2004). Prinsip kerja baterai Lithium adalah pergerakan ion lithium. Pada saat *discharge* dan *recharge*, baterai lithium bekerja menurut fenomena interkalasi, dimana ion lithium melakukan migrasi dari katoda lewat elektrolit ke anoda atau sebaliknya tanpa terjadi

perubahan struktur kristal dari bahan katoda dan anoda (Wigayanti,2007).



Gambar 2.6 Proses interkalasi ion Li^+ charging dan discharging. Permukaan lapisan film SEI (solid electrolyte interface) terbentuk antara lapisan elektroda dengan elektrolit, membentuk lapisan berhalbatan yang membatasi kemampuan daya baterai dan juga menghasilkan panas buang dan tempat awal terbentuknya dendritik akibat litiasi (Subhan,2011).

2.5 *Lithium Iron Phosphate (LiFePO₄)*

Material aktif yang digunakan sebagai elektroda positif biasanya adalah senyawa pada logam transisi yang dapat melepaskan ion lithium dari struktur dengan cara oksidasi kation logam transisi. Logam transisi sendiri sangat penting selama interkalasi struktur material aktif tidak dapat dirubah agar memperoleh laju kapilatas tinggi dan reversibiliti tinggi. Material katoda merupakan komponen kapasitas sel baterai secara teoritik. Litium Ferro Phosphate (LiFePO_4) merupakan partikel penting

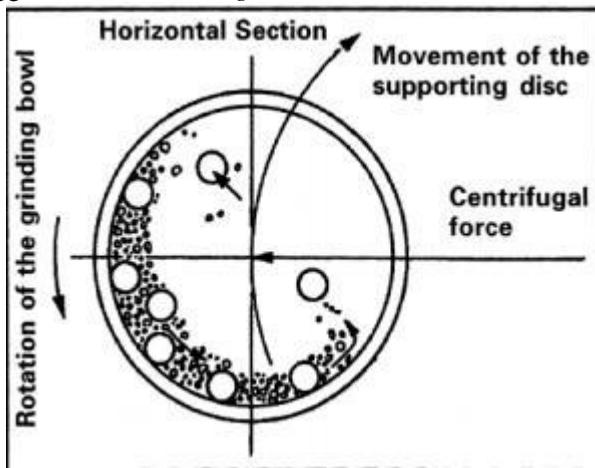
yang harus diperhatikan karena biayanya yang relatif murah, potensil discharge tinggi dengan kurva tegangan rerata 3,4 Volts dibanding Li/Li^+ , kapasitas spesifik yang besar yaitu (170 mAh/gr), kestabilan thermal yang baik ramah lingkungan dan performa siklus yang baik (Padhi,1997).akan tetapi LiFePO_4 juga mempunyai kelemahan yakni konduktivitasnya rendah yaitu berkisar ($\sim 10^{-9}$ S/cm), impedansinya tinggi serta laju kapasitasnya rendah pada baterai yang menggunakan bahan baku ini (Chung,2002). Maka dari itu agar kekurangan pada material terbut dapat dipecahkan maka dapat dilakukan doping dengan kation supervalent agar konduktivitas pada materialnya dapat meningkat dengan tingkat kristal tertentu (Yang,2003), kemudian pelapisan material LiFePO_4 dengan konduktivitas material karbon dengan prekursor organik dan dengan penataan pukuran partikel LiFePO_4 juga dapat membuat difusi lithium lebih kecil). Lithium Iron Phosphate juga merupakan material katoda yang digunakan pada sel baterai ion lithium yang mempunyai dua struktur utama yakni struktur olivine dan struktur NASICON (Natrium Super Ionic Conductor) (Delacourt,2006).

2.6 Metode *Solid-State Reaction*

Metode *solid-state reaction* adalah metode yang dilakukan dengan cara mencampurkan bahan-bahan dasar dalam keadaan padat atau serbuk tanpa menggunakan pelarut. Reaksi yang terjadi menyebabkan kemungkinan reaktan mengalami reaksi kimia tanpa menggunakan pelarut. Reaksi ini juga lebih ekonomis, ramah lingkungan sebab tidak ada pelarut yang digunakan sehingga tidak ada limbah sisa yang dihasilkan dan pastinya dapat mudah untuk dilakukan. Akan tetapi dalam sintesis dengan metode solid-state ini juga akan memperoleh struktur khusus dimana reaksi yang terjadi dalam fasa padat yang membutuhkan temperatur kalsinasi yang tinggi, waktu untuk proses pemanasan yang panjang dan dalam lingkungan atmosfer tertentu serta energi yang tinggi, semua hal tersebut bertujuan agar bahan dasar atau bahan baku keseluruhan

dapat bereaksi menjadi material katoda tanpa adanya pengotor (Torpakci,2010).

Metode *solid-state* juga biasanya digunakan untuk membentuk prekursor *Lithium Iron Phosphate*. Caranya yaitu dengan menggerus bahan dasar pembentuk dengan cara digerus menjadi satu dalam waktu yang relatif panjang dengan menggunakan mortar atau dengan *ball milling*. Hal tersebut dilakukan agar mendapatkan pencampuran secara homogen serta mendapat serbuk dengan ukuran yang sekecil mungkin. Pada penelitian kali ini digunakan *solid-state reaction* dengan menggunakan *ball milling* (Basu,2011).



Gambar 2.7 Ilustrasi pergerakan bola dan serbuk dalam *ball mill* (Basu,2011)

Dalam gambar tersebut bola yang digunakan pada proses milling bertujuan untuk memberikan beban berulang, perlakuan tersebut dilakukan agar material mengalami deformasi plastis sehingga ukuran material tereduksi. Ada dua cara dalam proses ball-milling yakni *dry milling* dan *wet milling*. Proses *dry milling* sendiri dilakukan dengan cara pencampuran serbuk tanpa pelarut apapun sedangkan proses *wet milling* pencampurannya menggunakan media pelarut dan biasanya berupa alkohol, aseton,

butanol atau yang lainnya. Proses ball milling sendiri di pengaruhi oleh *ball to powder ratio* (BPR), jenis bola, jenis media cair yang digunakan pada proses wet milling, dan kecepatan milling. Agar milling terjadi secara efektif maka digunakan kecepatan kritis dimana kecepatan tersebut disesuaikan dengan diameter bowl. Jika kecepatan *ball milling* lebih kecil dari kecepatan kritis, beban bola yang menyebabkan milling tidak akan bekerja maksimal. Kecepatan yang lebih besar dari kecepatan kritis menyebabkan bola berputar sesuai gaya sentrifugal, sehingga hanya kecepatan kritis yang menyebabkan terjadinya gerakan dan tumbukan. (Basu,2011)

2.7 Pengaruh Coating Carbon pada Komposit Material (LiFePO₄)

Lithium iron Phosphate merupakan material katoda yang berbasis keramik, dimana bahan keramik sendiri adalah material yang memiliki konduktivitas yang rendah. Olivin merupakan salah satu jenis material katoda dari LFP yang memiliki nilai konduktivitas yang rendah yaitu sekita 10^{-9} S/cm (Triwobowo,2011). Perlakuan coating atau proses coating karbon pada partikel material LFP adalah salah satu cara agar sifat elektrokimia dan performa baterai dapat meningkat. Pengcoatingan karbon sendiri memiliki beberapa keuntungan diantaranya yaitu partikel material tidak mengalami penggumpalan dan dapat tersebar secara merata, dapat meningkatkan konduktivitas elektronik beserta difusi dari baterai ion lithium, struktur porous yang terdapat pada karbon berguna untuk mencegah pertumbuhan LiFePO₄, dan mereduksi ukuran partikel. Akan tetapi penambahan karbon yang terlalu banyak dapat menyebabkan tap density sehingga *volumetric* energi density berubah menjadi rendah dan densitas energi dari baterai menjadi turun (David, 1994).

Ada beberapa macam karbon yang dapat digunakan untuk proses pengcoatingan diantaranya adalah glukosa, sukrosa, asam sitrat, PVA, Malonic Acid , Polypropylene, karbon blak, carbon nanotube. (Keivan, 2011). Dalam penelitian ini sendiri sumber

karbon yang digunakan adalah glukosa dengan berbagai macam variasi.

2.8 EIS (*Electrochemical Impedance Spectrometry*)

(R) EIS (*Electrochemical Impedance Spectrometry*) adalah sebuah teknik analisis yang digunakan untuk mempelajari sifat elektrik dari sistem elektroda-elektrolit yaitu konduktivitas. EIS telah banyak digunakan secara luas dalam bidang elektrokimia seperti pelapisan material (*coating*), baterai, sel bahan bakar (*fuel cell*) dan lainnya. Impedansi adalah ukuran penolakan terhadap arus bolak balik, satuannya adalah ohm. Jumlah seluruh hambatan serta impedansi seluruh induktor dan kapasitor yang akan memberikan jumlah penolakan yang bervariasi terhadap arus tergantung pada perubahan arus. Impedansi di lambangkan dengan simbol Z dan memiliki satuan Ohm (Ω). Impedansi dapat mengukur impedansi rangkaian atau komponen elektrik apapun. Hasil pengukurannya akan memberi informasi seberapa besar rangkaian tersebut menghambat aliran elektron (arus). Ada dua variabel berbeda yang memperlambat laju arus, yaitu resistansi atau hambatan adalah perlambatan arus yang disebabkan oleh bahan dan bentuk dari komponen. Variabel ini paling besar terdapat di resistor, meski seluruh komponen pasti memiliki setidaknya sedikit hambatan. Reaktansi (X) adalah perlambatan arus dikarenakan bidang elektrik dan magnetis yang menolak perubahan arus atau tegangan. Variabel reaktansi paling signifikan terhadap kapasitor dan induktor. Variabel resistansi dan reaktansi berkontribusi terhadap impedansi (Subhan.2011)

Konduktivitas adalah kemampuan suatu bahan (larutan, gas, atau logam) untuk menghantarkan arus listrik. Dalam suatu larutan, arus listrik dibawa oleh kation- kation dan anion-anion, sedangkan dalam logam arus listrik dibawa oleh electron-elektron.

Sehingga dapat dikatakan bahwa Konduktivitas listrik adalah ukuran dari kemampuan suatu bahan untuk menghantarkan arus listrik . Jika suatu beda potensial listrik ditempatkan pada ujung-ujung sebuah konduktor ,muatan-muatan yang bergerak akan berpindah dan menghasilkan arus listrik. Konduktivitas listrik didefinisikan sebagai ratio dari rapat arus terhadap kuat medan listrik. (Viandyas, 2014). Suatu air murni mempunyai slope yang relative besar yaitu 5.2 %.

Pengukuran konduktivitas dapat dilakukan dengan menggunakan arus listrik yang dialirkan pada dua elektroda yang dicelupkan kedalam air atau larutan kimia, dan mengukur tegangan yang dihasilkan. Selama proses ini ,kation berpindah ke elektroda negative dan anion berpindah ke elektroda positif , larutan bertindak sebagai penghantar listrik. Beberapa jenis khusus konduktivimeter menggunakan arus listrik bolak-balik (AC). Pada frekwensi optimal dengan dua elektroda aktif dan mengukur beda tegangan yang dihasilkan suatu larutan. Kuat arus dan beda tegangan digunakan untuk menghiutng hantaran listrik (*Conductance*). (Rahmawati 2008).

Perhitungan konduktivitas dilakukan dengan melakukan interpretasi dari ukuran busur. Dimana akan didapatkan nilai impedansi R_{bahan} dan R_{ion} . Nilai R_{bahan} menunjukkan karakteristik dari bahan material yang bersifat ohmik, sementara R_{ion} menunjukkan karakteristik kualitatif dari transfer ion antar elektroda. Karakteristik R_{bahan} selalu nampak pada data berfrekuensi tinggi, sementara R_{ion} teramati pada frekuensi rendah (Triwibowo 2011). Untuk mendapatkan nilai R_{tot} , maka kita harus mendapatkan $Z = 0$ dengan cara melakukan ekstrapolasi membentuk setengah lingkaran seperti gambar diatas. R_{tot} merupakan penjumlahan dari R_{bahan} dan R_{ion} . Dari nilai $Z = R_{\text{ct}}$ ini,

ini, kita dapat menentukan konduktifitas bahan dengan menggunakan persamaan :

$$= \text{---} \quad (2.2)$$

dengan R_{total} adalah Jumlah impedansi reel (ohm) , T adalah Tebal bahan (cm) , dan A adalah Luas penampang bahan (cm^2) (Rahmawati 2008).

Selain konduktivitas, parameter lain yang berhubungan dengan sifat elektrokimia dari sampel adalah rapat arus (i_0) dan koefisien difusi ion lithium (D_{Li^+}) yang masing-masing ditunjukkan oleh persamaan berikut :

$$i_0 = \text{---} \quad (2.3)$$

$$D_{Li^+} = \text{---} \quad (2.4)$$

Keterangan :

- i_0 = rapat arus (mA/cm^2)
- R = tetapan gas ideal ($8,314 \text{ J}/\text{mol}\cdot\text{K}$)
- T = suhu mutlak ($298,15 \text{ K}$)
- n = jumlah elektron per molekul yang berpindah selama proses interkalasi (untuk TiO_2 , $n = 1$)
- F = konstanta faraday ($96500 \text{ C}/\text{mol}$)
- C = konsentrasi ion lithium di dalam *bulk* ($4,37 \times 10^{-5} \text{ mol}/\text{cm}^3$)
- = koefisien Warburg ($\Omega \text{cm}^2 \text{s}^{-1/2}$)
- R_{ct} = hambatan elektrolit (Ω)
- R_e = Hambatan Ionik (Ω)
- D_{Li^+} = koefisien difusi ion lithium (cm^2/s)
- A = Luas Penampang ($2,0096 \text{ cm}^2$)
- f = Frekuensi (Hz)

Koefisien warburg () bisa didapatkan dengan menggunakan

persamaan berikut: $=++^{-1/2}$ (2.5)

2.9 Bahan Pembentukan $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$

2.9.1 *Lithium Carbonate* (Li_2CO_3)

Karakterisasi kimia dan fisika dari *lithium carbonate* diantaranya adalah memiliki titik lebur pada 720°C , serbuknya berwarna putih, dengan massa molarnya $73,89 \text{ g/mol}$, densitas sebesar $2,1 \text{ g/cm}^3$, terurai pada suhu 1200°C , indeks fraksi 1.428, bersifat *hydropscopis*, memiliki toksitas rendah serta dapat menyerap H_2O dari lingkungan. Material *lithium carbonate* ini dapat digunakan sebagai katalis dan sebagai lapisan untuk menyatukan elektroda dalam medis sebagai anti depresan dalam proses pembuatan keramik atau gelas. Bentuk kristal Li_2CO_3 adalah monoklinik. (Merck,2013)

2.9.2 *Iron (III) Oxide* (Fe_2O_3)

Besi merupakan unsur terbanyak yang ada di alam. Besi (III) oksida merupakan senyawa kimia yang terdiri dari besi dan oksigen yang memiliki fase hematite dan bersifat ferromagnetic. Hematite mengkristalisasi dalam bentuk rhombohedral dengan titik lebur 1566°C . Hematite merupakan mineral berwarna merah kecoklatan. Hematite dihasilkan dari pemanasan besi (II) oksida pada 22 temperature diatas 500°C (Wikipedia).

2.9.3 *Di-ammonium Hydrogen Phosphate* ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$)

Di-ammonium Hydrogen Phosphate memiliki sifat-sifat umum diantaranya adalah berbetuk kristal granular, densitas $1,619 \text{ g/ml}$, larut dalam air, aseton maupun alkohol, memiliki titik leleh 155°C dan memiliki berat molekul 132 g/mol . Selain itu *di-ammonium Hydrogen Phosphate* juga memiliki *bulk density* $800\text{-}1000 \text{ kg/m}^3$, tidak berbau dan memiliki kelarutan dalam air 690 g/l (20°C). (Merck,2013)

2.9.4 *Silicon Dioxide* (SiO_2)

Silicon Dioxide (SiO_2) adalah jenis selika yang mempunyai ikatan kombinasi ionik dan kovalen serta ion Si^{4+}

menempati interstisial tetrahedral O^{2-} dengan kedua oksigen dipakai bersama dengan tetrahedral tetangga. Kristal SiO_2 mempunyai rasio O/Si yaitu 2. Pada masing-masing fase mempunyai bentuk tinggi (*high*) dan rendah (*low*) yang terkait dengan pergeseran transformasi (Chiang,1997).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI

3.1 Peralatan dan Bahan

Peralatan dan bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi:

3.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan pada penelitian kali ini adalah :

- a. Neraca digital, untuk menimbang material-material yang akan dijadikan target. Neraca digital yang di gunakan memiliki ketelitian 0.01 mm.
- b. Mortar, untuk menggerus atau menumbuk material yang di gunakan agar lebih halus.
- c. Spatula,
- d. Crucible
- e. *Planetary Ball Mill*, digunakan sebagai alat untuk mencampur dan menghaluskan material yang akan dijadikan target. Tipe mesin yang digunakan yakni PM400.
- f. *Hot plate*, untuk mengeringkan serbuk yang akan dijadikan target. Suhu maksimal yang dapat digunakan pada *hot plate* ini sebesar 120 °C.
- g. *Furnace*, untuk melakukan proses kalsinasi, *sintering*, dan *annealing* target. Suhu terbesar dari *furnace* yang digunakan mencapai 1500 °C
- h. Ayakan 170 mesh, untuk memisahkan material yang sudah halus dengan material yang masih kasar.
- i. *X-Ray Diffraction (XRD)*, digunakan untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, dan fasa yang terbentuk pada sampel
- j. *Coin Cell*, digunakan untuk pengujian performa baterai
- k. *Pinset atau tweezers*, digunakan untuk merangkai baterai setengah sel didalam glove box

- l. Magnetic Stirer, digunakan untuk menghomogenkan suatu larutan dengan proses mengaduk
- m. Doctor Blade
- n. Automatic Thick Film Coater and Drying Box, digunakan untuk pelapisan slury pada Al Foil dan untuk mengeringkan lembaran katoda.
- o. Glove Box, digunakan untuk pembuatan coin cell dalam keadaan vakum.
- p. crimping

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian kali ini di klasifikasikan menjadi 2, yaitu bahan utama dan bahan pendukung. Berikut adalah rincian dari bahan-bahan tersebut :

3.1.2.1 Bahan Utama

- a. Fe_2O_3 (Sap)
- b. SiO_2 (Merck)
- c. $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$
- d. Li_2CO_3
- e. $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$
- f. Super-P
- g. DMAC
- h. Separator
- i. Elektrolit LiPF_6
- j. Metal Lithium
- k. Al Foil

3.1.2.2 Bahan Pendukung

- a. Alkohol 96%, digunakan untuk membersihkan peralatan
- b. Kertas Tisu dan kapas, digunakan untuk menyerap air atau alkohol pada peralatan yang sedang di bersihkan.
- c. Alumunium Foil, digunakan untuk sebagai alas saat melakukan proses penimbangan.

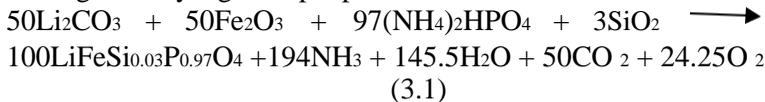
- d. Bola-bola Keramik, digunakan sebagai perlengkapan dalam proses milling.
- e. Sabun, untuk mencuci peralatan yang telah digunakan

3.2 Langkah Kerja

Langkah kerja dalam pengambilan data tugas akhir ini adalah sebagai berikut:

3.2.1 Sintesis Katoda Komposit $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4$

Dalam proses sintesis katoda komposit metode yang digunakan adalah metode *solid-state*. Tahap pertama yang dilakukan adalah menghitung stokiometri bahan-bahan yang akan digunakan yaitu Fe_2O_3 , SiO_2 , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, Li_2CO_3 . dalam penelitian kali ini dilakukan pendoppingan dengan $x=0,03$. Setelah dilakukan perhitungan stokiometri sesuai dengan persamaan 3.1 maka akan di dapatkan massa untuk masing-masing bahan yang terdapat pada tabel 3.1 di bawah ini



Tabel 3.1 Komposisi Material

Massa Li_2CO_3 (gr)	Massa Fe_2O_3 (gr)	Massa $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (gr)	Massa SiO_2 (gr)
2.34299	5.06369	8.12407	0.11416

Setelah itu bahan-bahan tersebut ditimbang menggunakan timbangan digital sesuai dengan perhitungan stokiometrinya. Tahap selanjutnya yaitu bahan digerus dengan menggunakan mortar sampai semua bahan tercampur rata dan halus. Tahap selanjutnya yakni proses ball milling selama 10 jam dengan kecepatan 150 rpm, proses ini bertujuan untuk membentuk

komposit $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4$. Dalam pemakaian ball milling ini diperlukan media pelarut berupa alkohol 96% dengan perbandingan 1:5 antara massa bola-bola zirkon dengan massa sampel. Setelah proses *milling* selesai dilakukan drying selama 1 jam dengan suhu 80°C dengan menggunakan hot plate. Dilanjutkan dengan proses kalsinasi tahap pertama untuk menghilangkan impuritas yang ada pada prekursor menggunakan tube furnace yang dialiri gas nitrogen. Proses ini dilakukan dengan suhu 450°C selama 5 jam.

3.2.2 Sintesis Katoda Komposit $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$

Setelah terbentuk prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4$ melalui proses kalsinasi, langkah selanjutnya adalah menggerus bahan menggunakan mortar agar prekursor tersebut halus dan merata. Setelah itu dilakukan proses pengcoatingan dengan menggunakan glukosa ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$) yang bertujuan untuk meningkatkan konduktivitas pada serbuk katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$. dalam proses penambahan prekursor karbon ini sendiri dilakukan variasi komposisi glukosa 7%, 10% dan 11%. Proses ini dilakukan dengan cara menimbang sampel prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ kemudian di campuran dengan variasi komposisi glukosa. Setelah itu dilakukan proses mortar untuk menghaluskan dan mencampurkan material tersebut, kemudian dilakukan proses ball milling kembali dengan perbandingan sampel:bola:pelarut adalah 1:5:5/3 selama 2 jam. Dilanjutkan dengan proses drying dengan suhu 80°C dengan menggunakan hotplate. Langkah selanjutnya yakni proses karbonasi menggunakan *tube furnace* yang dialiri gas nitrogen selama 2 jam dengan suhu 700°C . Penentuan temperatur pada kalsinasi ini dilakukan dengan melihat referensi hasil DTA/TGA sebagai analisis thermal temperatur kalsinasi yang paling baik dalam pembentukan prekursor LFP olivin adalah 700°C (Liu,2010 dan Arum, 2014) dengan *holding time* selama 10 jam. Temperatur kalsinasi ini sendiri mempunyai efek penting dalam hasil struktur dan ukuran partikel Setelah itu dilakukan penggerusan dengan

menggunakan kemudian di ayak menggunakan ayakan 170 mesh untuk memisahkan material yang sudah halus dan masih kasar.

3.2.3 Pembuatan Sel Elektroda Positif

Pada proses pembuatan sel elektroda dilakukan dengan menyiapkan bahan-bahan seperti prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$, DMAC sebagai pelarut, PVDF sebagai pengikat atau binder, Super-P sebagai sebagai bahan konduktif atau bahan elektrodanya. Kemudian prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$, PVDF, Super-P dicampurkan dengan perbandingan massa 80:10:10. Pada penelitian kali ini DMAC yang diunakan sebanyak 3,4 ml untuk 4 sampel dengan variasi komposisi fraksi karbon 0%, 7%, 9%, dan 11%. langkah selanjutnya yaitu DMAC dilarutkan kedalam DMAC secara perlahan menggunakan hotplate selama 15 menit, kemudian PVDF dilarutkan perlahan-lahan kedalam DMAC dengan menggunakan magnetic stirer hingga larut sempurna dan kemudian didiamkan selama 10 menit. Setelah itu ditambahkan Super-P sedikit demi sedikit dengan tujuan agar larutan dapat menjad homogen dengan terus diaduk selama 10 menit. Setelah itu tambahan prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ ke dalam slurry selama 30 menit. Kemudian disiapkan alumunium foil yang sudah dibersihkan dengan ethanol sebagai tempat lapisan katoda. Kemudian dilakukan pembuatan pelapisan slurry pada alumunium foil dengan menggunakan doctor blade dengan ketebalan 0,2 mm kemudian dikeringkan pada temperatur 80 derajat selama 1 jam. Setelah itu dilakukan proses assembly baterai setengah sel dengan menggabungkan lembaran katoda, separator, metal lithium dan elektrolit LiPF_6 didalam glove box dalam keadaan vakum.

3.3 Karakterisasi Sampel

Karakterisasi yang digunakan pada penelitian kali ini adalah *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Particle Size Analyzer (PSA)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)*, *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*.

3.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Identifikasi fase sampel hasil sintesis pada penelitian kali ini dilakukan dengan menggunakan pengujian difraksi sinar-x menggunakan *Diffractometer Philips X'pertama MPD* di Laboratorium Difraksi Sinar-X, Departemen Material dan Metalurgi ITS Surabaya. Karakterisasi XRD ini dilakukan untuk menganalisis komposisi fasa pada sampel. Panjang gelombang yang digunakan adalah $\text{Cu K-}\alpha_1$ adalah sebesar 1.54056 \AA . Pada penelitian ini, untuk menganalisis fasa $\text{LiFeSi}_{0.03} \text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ menggunakan sudut dari $10^\circ - 70^\circ$. Kemudian dari hasil XRD akan didapatkan fasa dari sampel dan derajat kristalinitasnya.



Gambar 3.1 X-Ray

Diffractometer 3.3.2 Particle Size Analyzer (PSA)

Karakterisasi untuk menentukan ukuran rata-rata partikel *Lithium Iron Silicate* coating carbon ($\text{Li}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$) pada sampel hasil sintesis digunakan dilakukan dengan menggunakan PSA yang ada di laboratorium fisika zat padat, departemen fisika ITS Surabaya. *Particle Size Analyzer*

(PSA) menggunakan metode Dinamyc Light Scattering (DLS) yang memanfaatkan hamburan inframerah, dimana hamburan tersebut ditembakkan oleh alat terhadap sampel sehingga sampel bereaksi menghasilkan gerak Brown atau gerak acak partikel yang sangat kecil dalam cairan akibat dari benturan dengan molekul-molekul yang ada dalam zat cair, gerak inilah yang kemudian dianalisis oleh alat dimana semakin kecil ukuran molekul maka akan semakin cepat gerakannya (Malvern Instrumen Limite,2012).

Pengujian PSA pada penelitian kali ini dilakukan dengan menggunakan metode basah dimana metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji. Hal ini dilakukan agar partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*, selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.



Gambar 3.2 Alat Particle Size Analyzer

3.3.3 *Scanning Electron Microscope (SEM-EDX)*

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengidentifikasi morfologi material aktif $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$. Pengujian dilakukan di LPPM ITS Surabaya dengan menggunakan alat Carl Zeis EVO MA10 dengan perbesaran yang digunakan adalah 1000X sampai 10.000X.

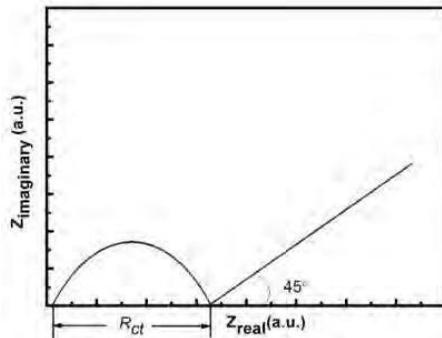


Gambar 3.3 alat Scanning Electron Microscopy

3.3.4 *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*

Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) adalah suatu metode untuk menganalisa suatu elektroda terhadap sinyal potensial AC pada amplitudo rendah (~ 10 mV) dari rentang frekuensi yang sangat lebar. AC impedance spectroscopy merupakan teknik yang sangat bagus untuk menentukan parameter kinetic dari proses elektroda termasuk di dalam elektrolit, pasivasi layer, *charge transfer*, dan Li^+ diffusion. *Charge -transfer resistance (Rct)* salah satu parameter yang penting untuk mengkarakterisasikan kuantitatif kecepatan sebuah reaksi elektroda. Biasanya, resistansi charge-transfer yang besar

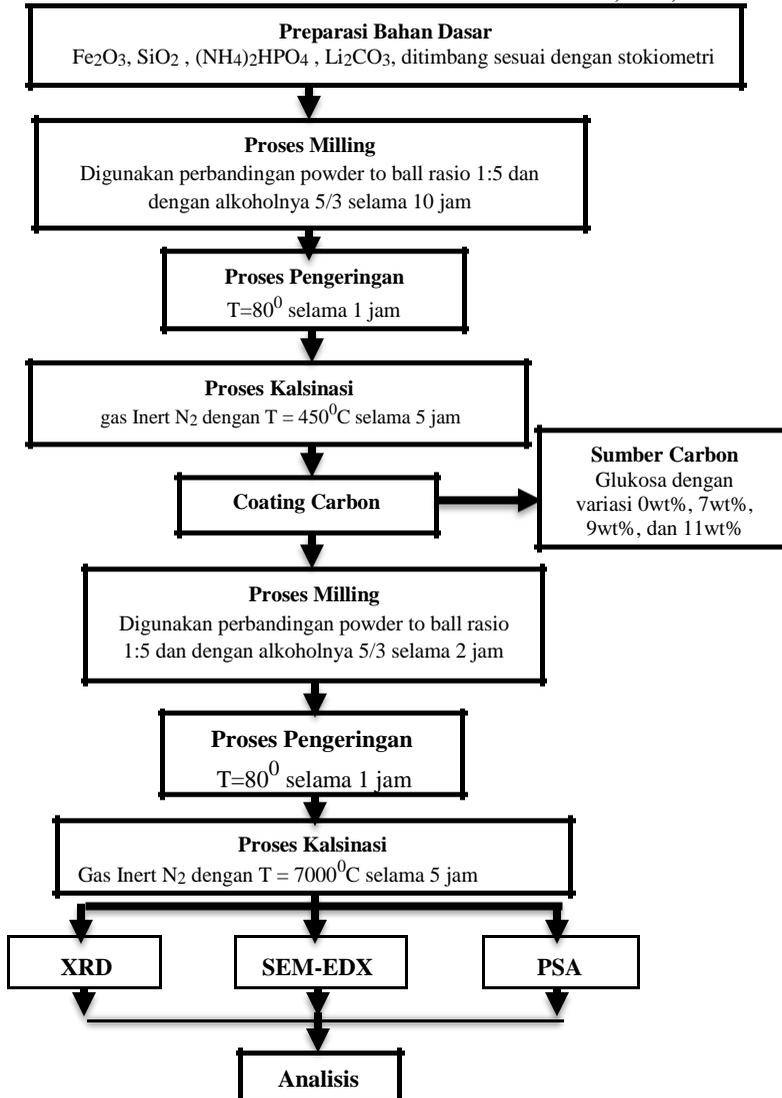
menunjukkan reaksi elektrokimia yang lambat. R_{ct} dapat dihitung dari electrochemical impedance spectroscopy dengan nilai sama dengan diameter setengah lingkaran didalam region medium-frekuensi, seperti gambar 3.12. Alat yang digunakan adalah HIOKI RM3544. Tegangan yang digunakan adalah 0.10V dengan frekuensi 0.1 sampai 10,000 Hz.



Gambar 3.4 Contoh hasil kurva EIS dari sistem baterai ion lithium (huang,2010)

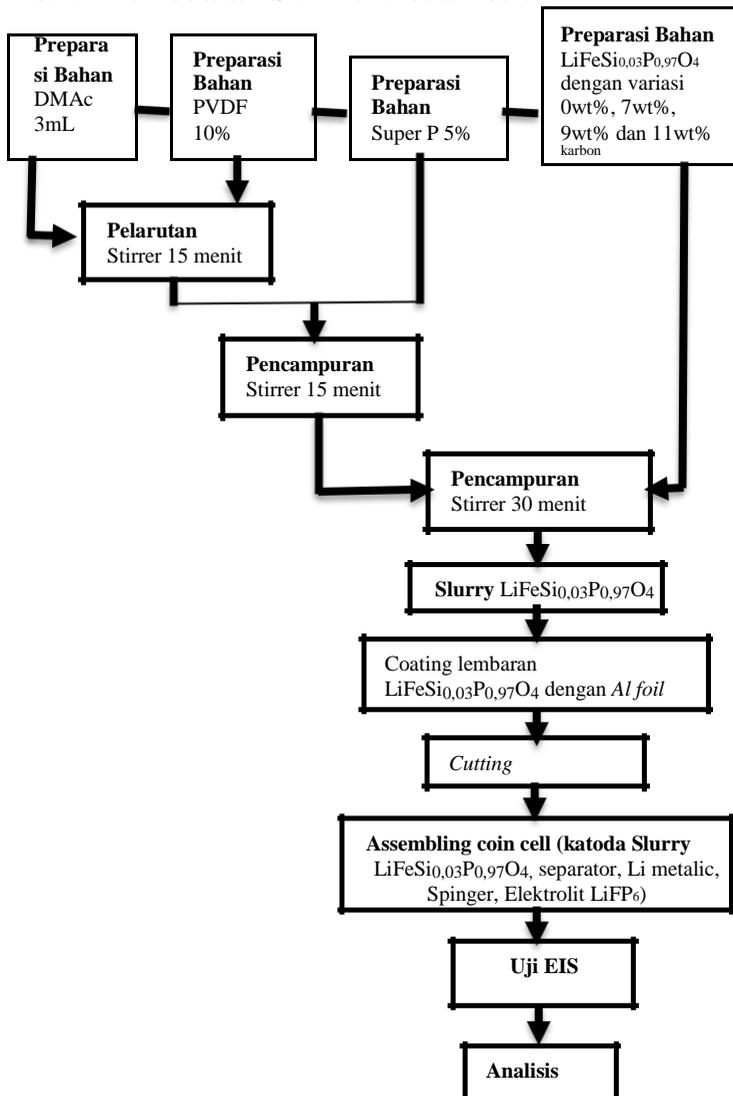
3.4 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Sintesis Material Aktif Katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4$



Gambar 3.5 Flowchart Sintesis $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$

3.4.2 Pembuatan Sel Elektroda Positif



Gambar 3.6 Flowchart Sintesis sel Elektroda Positif

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Material Katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$

Pada penelitian tugas akhir kali ini tujuan utamanya adalah membuat katoda dari bahan $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasi konsentrasi pelapis karbon konduktif untuk mendapatkan performa katoda yang terbaik. Performa tersebut sangat dipengaruhi oleh struktur geometri dan fasa dari katoda. Pada penelitian Tugas Akhir kali ini, tujuan utamanya yakni untuk membuat setengah sel baterai ion lithium atau biasa disebut elektroda positif Lithium Iron Phosphate (LFP). Pada katoda baterai ion lithium, struktur geometri dan fasa dari katoda sangat mempengaruhi performa charge/discharge baterai. Pembentukan elektroda positif pada penelitian kali ini dilakukan dengan dua tahap sintesis yang saling berkaitan. Tahap pertama adalah pembentukan katoda Lithium Iron Phosphate (LiFePO_4) dengan pelapisan karbon agar dapat meningkatkan konduktivitas material (Hamid,2012). Kemudian tahap yang kedua adalah pembentukan sel elektroda positif Lithium Iron Phosphate (LiFePO_4) yang bertujuan untuk menganalisa kinerja katoda ketika proses charge-discharge.

Pada penelitian kali ini LFP dibuat dengan metode *solid state*, dimana prosesnya dilakukan dengan menggunakan *ball milling* dalam lingkungan bebas menggunakan alkohol (*wet milling*). Bahan dasar yang digunakan untuk pembentuk mineral-mineral bahan katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/$ adalah Li_2CO_3 sebagai sumber ion Li, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebagai sumber ion PO_4 , Fe_2O_3 sebagai sumber Fe serta SiO_2 sebagai sumber ion doping Si^{4+} . Penggunaan ion tersebut digunakan untuk mendoping ion P karena keduanya memiliki ukuran dimensi dan konfigurasi elektron yang hampir sama yaitu untuk jari-jari ion Si^{4+} adalah 0,040 nm dan ion P adalah 0,031 nm sesuai dengan perhitungan stokiometri. Proses penggilingan dilakukan dengan kecepatan 150 rpm selama 10 jam. Hal tersebut dikarenakan kecepatan dan waktunya tersebut mengacu pada jurnal atau penelitian

sebelumnya cukup efektif didalam pembentukan reaksi padat melalui mekanisme *ball milling*. Agar *milling* terjadi secara efektif maka digunakan kecepatan kritis dimana kecepatan tersebut disesuaikan dengan diameter *bowl*, karena jika kecepatan *ball milling* lebih rendah dari kecepatan kritis maka proses *milling* yang dilakukan tidak merata, sebaliknya jika kecepatan *ball milling* lebih tinggi dari kecepatan kritis maka bola akan berputar sesuai dengan gaya sentrifugal nya. Oleh karena itu, hanya pada kecepatan kritislah yang akan menyebabkan gesekan dan tumbukan pada serbuk sehingga mengalami frakturasi (patahan atau retakan sehingga dapat mereduksi ukuran partikel dan meningkatkan surface area spesifik luas permukaan spesifik).

Kemudian dilakukan penggilangan sesuai dengan BPR (*Ball to Powder Ratio*) dimana bola yang digunakan adalah bola zirkonia yang berfungsi memberikan beban yang berulang pada saat proses *ball milling* berlangsung sehingga menyebabkan material mengalami deformasi plastis agar ukuran partikelnya tereduksi. Densitas dari bola zirkonia sendiri adalah 5,7 gram/cm³ dimana nilainya diatas dari nilai densitas lithium iron phospahte yakni 3,6 gr/cm³. Sehingga perbandingan massa sampel : masa bola zirkonia adalah 1:5 dengan media pencampur berupa alkohol sebesar 5/3 dari massa sampel, dimana nilai tersbut diatas nilai perbandingan idealnya yaitu 1:4. (Basu,2011)

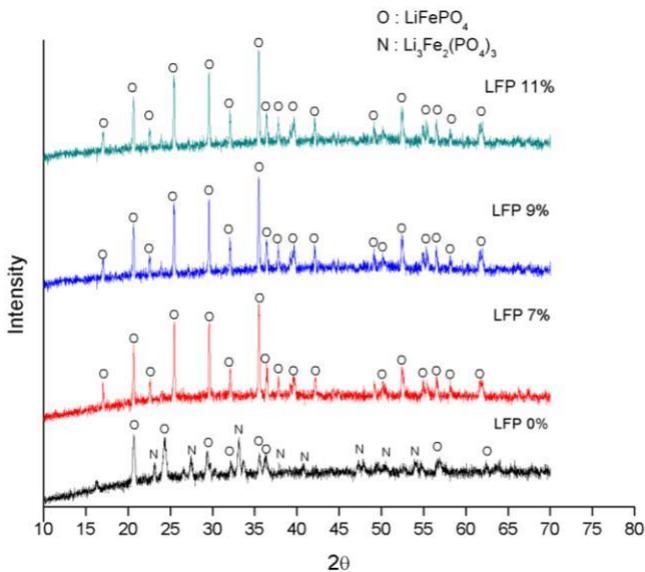
Setelah proses *ball milling* , prekursor LiFePO₄ di kalsinasi dengan suhu rendah yakni 450⁰ C untuk menghilangkan senyawa-seyawa impuritas yang tidak diinginkan sehingga mampu bertransformasi membentuk LFP yang homogen. Kemudian dilakukan pengcoatingan dengan variasi fraksi karbon yaitu 7%, 10% dan 11%. Pelapisan karbon ini sendiri dilakukan dengan menggunakan glukosa sebagai sumber karbonnya yang bertujuan agar meningkatkan nilai konduktivitas material LFP tersebut. Proses pelapisan karbon sendiri dilakukan dengan *ball milling* serta kecepatan dan perbandingan BPR yang sama dngan proses pembuatan prekursor LFP, kemudian dilakukan proses kalsinasi kembali dengan suhu tinggi yakni 700⁰C dengan waktu penahan 2

jam didalam lingkungan gas nitrogen. Proses kalsinasi ini sendiri bertujuan untuk mengkarbonisasi glukosa serta sebagai proses pembentuka fasa LiFeSiPO_4 .

4.2 Analisa Sintesis $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$

4.2.1 Analisa Fasa berdasarkan Pola Difraksi Sinar-X

Identifikasi fasa pada beberapa sampel lifesipo/c hasil penelitian dengan variasi konsentrasi karbon konduktif menggunakan XRD hasil spektrumnya dapat di tunjukkan pada gambar



Gambar 4.1 Analisa puncak fasa difraksi

Dari gambar spektrum XRD diatas terlihat puncak-puncak fasa yang terbentuk, khususnya puncak-puncak utama sebelum dan setelah proses pelapisan memiliki kualitatif bentuk yang hampir sama. Puncak-puncak tersebut terdiri dari material katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4$ dan $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ yang di identifikasi

dengan jangkauan sudut 2θ . Untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk pada prekursor LFP akibat pengaruh temperatur saat proses kalsinasi maka dilakukan karakterisasi sampel menggunakan X-ray Diffraction (XRD). Untuk memperoleh puncak difraksi tersebut pada prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4$ dan $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ tersebut diidentifikasi dengan jangkauan sudut 2θ 20° - 70° . Kemudian data hasil uji XRD akan dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif. Pada proses identifikasi fasa yang secara kualitatif dilakukan dengan menggunakan *software* Match!2 dengan cara mencocokkan posisi-posisi puncak yang terukur dengan *database*. Dari analisis tersebut menunjukkan bahwa adanya penurunan intensitas puncak difraksi seperti pada gambar 4.1. Hal tersebut dapat diindikasikan bahwa semakin banyak penambahan komposisi fraksi karbon maka intensitas puncak difraksi akan semakin menurun, dikarenakan semakin tebalnya komposisi karbon pada partikel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ yang dapat menghalangi daya tembus difraksi sinar-X. Semakin banyak karbon maka besar daya tembus sinar-Xnya semakin kecil dikarenakan akan mengenai karbon yang memiliki pola difraksi amorf dibandingkan LFP yang memiliki pola difraksi kristalin.

Dari analisis pola difraksi menggunakan *software* Match!2 menunjukkan bahwa terbentuknya fasa olivine ($\text{LiFe}(\text{PO})_4$) dengan struktur kristal orthorombik, dengan space group Pnma pada semua sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasi persentase fraksi karbon sesuai dengan *database* PDF2 dengan nomer PDF #00-081-1173. Sedangkan pada sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4$ terbentuk 2 fasa yakni fasa olivine ($\text{LiFe}(\text{PO})_4$) yang mempunyai struktur fasa orthorombik dan fasa nasicon ($\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO})_3$) yang mempunyai struktur fasa rhombohedral dengan space group pcan dengan *database* pada PDF2 dengan nomer PDF#00-078-1465. Adanya fase Nasicon tersebut diindikasikan karena reaksi LFP/C saat dilakukan kalsinasi dengan menggunakan furnace gas inert. Saat terjadinya pelapisan karbon konduktif terhadap LFP menyebabkan tereduksinya konsentrasi oksigen pada lingkungan partikel LFP, sehingga interaksi antara karbon dan oksigen terbatas hanya di

partikel tersebut. Sedangkan pada partikel yang tidak terlapisi karbon konduktif konsentrasi oksigennya lebih banyak dari yang terlapisi karbon sehingga pada saat kalsinasi setelah membentuk fasa olivin, oksigen-oksigen yang banyak tadi cenderung membentuk fasa sekunder yaitu fasa nasicon.

Analisa data pola difraksi secara kuantitatif dilakukan dengan menggunakan software rietica yang bertujuan untuk mengetahui presentasi fasa yang terbentuk. Analisis tersebut dilakukan dengan menggunakan kode CIF 1529151 untuk fasa olivine dengan parameter kisinya adalah $a=10,294 \text{ \AA}$, $b=5,986 \text{ \AA}$, $c=4,675 \text{ \AA}$ dan volume sel sebesar $288,10 \text{ \AA}^3$ dan CIF 7222176 untuk fasa Nasicon dengan parameter kisinya adalah $a=b=8.3009 \text{ \AA}$, $c=22.5020 \text{ \AA}$ dan volume sel sebesar $V=1342.77 \text{ \AA}^3$. Dari analisa tersebut diperoleh nilai parameter kisi dan volume sel pada masing-masing sampel yang dapat di lihat pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Tabel parameter Kisi dan Volume Cell pada $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$

Sampel (wt%)	Parameter Kisi (\AA)					Volume cell (\AA^3)	
	olivine			nasicon		olivine	Nasicon
	a	b	c	A=b	c		
0	10.012	6.173	4.654	8.548	20.907	287.651	1322.96
7	10.330	6.007	4.691	-	-	291.139	-
9	10.330	6.008	4.691	-	-	291.240	-
11	10.328	6.005	4.691	-	-	291.021	-

Dari tabel 4.1 dapat diketahui bahwa semakin banyak fraksi karbon yang ditambahkan nilai parameter kisi dari sampel mengalami fluktuatif dan cenderung sama, hal ini mengindikasikan bahwa *penambahan fraksi karbon pada prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ tidak mempengaruhi nilai parameter kisi*. Hal tersebut juga terjadi pada nilai volume cell yang berada disekitar 291 \AA^3 sehingga dapat disimpulkan bahwa penambahan fraksi karbon juga tidak mempengaruhi nilai volume cell. Hal tersebut sesuai dengan hasil penelitian yang telah dilakukan oleh (Zheo,2017), bahwa LFP/C-0,03 (LiFePO_4) dengan konsentrasi doping ion Si $X=0,03$ dan pelapisan karbon) memiliki nilai

parameter kisi $a=10,327 \text{ \AA}$, $b=6,006 \text{ \AA}$, $c=4,693 \text{ \AA}$, dan volume cell sebesar $291,173 \text{ \AA}^3$. Jika percobaan yang telah dilakukan oleh (Zheo,2017) dibandingkan dengan nilai parameter kisi pada tabel 4.1 memiliki parameter kisi dan volume cell yang mendekati sama sehingga pendopingan yang dilakukan pada penelitian ini dapat dikatakan berhasil.

Tabel 4.2 Fraksi Berat Relatif Sampel Komposit $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$

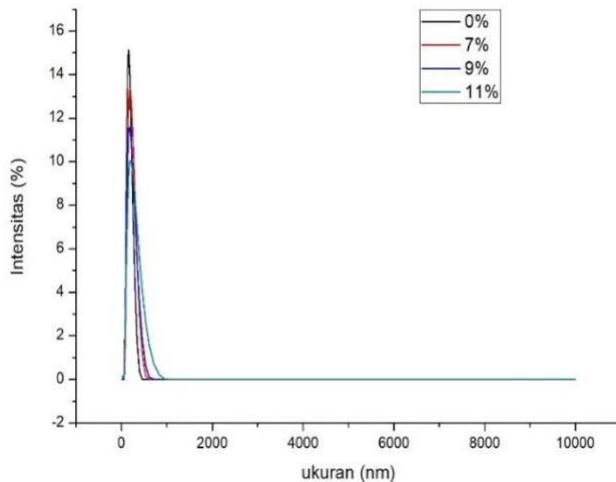
Sampel (wt%)	Olivine (LiFePO_4)	Nasicon ($\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$)
0	47.36	52.64
7	100	-
9	100	-
11	100	-

Pada tabel 4.2 menunjukkan bahwa fraksi berat dengan struktur olivin terbentuk pada semua sampel, sementara fasa sekunder berupa fasa Nasicon terbentuk pada sampel dengan variasi 0wt% dengan beaar fraksi berat Olivine adalah 47,36 sedangkan Nasicon 52,64. Adanya prosentase fasa lain tersebut disebabkan oleh beberapa faktor antara geometri surface area, dan konsentrasi oksigen dalam keadaan vakum saat kalsinasi.

4.2.2 Analisa Distribusi ukuran partikel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4$ dan $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan PSA

Identifikasi ukuran partikel dilakukan menggunakan PSA untuk mendapatkan ukuran partikel secara kuantitatif. Metode yang digunakan merupakan Dinamic Light Scattering (DLS). DLS merupakan pengukuran ukuran partikel yang dilakukan dengan cara menembakkan cahaya ke sampel, kemudian ketika cahaya menabrak suatu material maka medan listrik dari cahaya menginduksi polarisasi osilasi elektron dalam molekul. Molekul akan menghasilkan sumber cahaya sekunder dan kemudian menghamburkan cahaya. Pergeseran frekuensi, sudut distribusi, polarisasi dan intensitas cahaya yang tersebar ditentukan oleh ukuran, bentuk dan interaksi molekul dalam materi hamburan. Pada penelitan ini media pendispersi yang digunakan adalah alkohol.

Data dari pengujian tersebut kemudian diidentifikasi menggunakan software zetasizer Nano ZS yang dapat dilihat pada gambar 4.2. Semakin sempitnya lebar puncak dari grafik PSA maka grafik tersebut semakin baik, karena ukuran lebar puncak mengindikasikan persebaran rata-rata ukuran partikel. Jadi semakin sempit lebar puncak maka distribusi ukuran partikel semakin homogen.



Gambar 4.2 distribusi ukuran rata-rata partikel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$

Berdasarkan gambar 4.2 di atas diketahui bahwa semakin banyak penambahan jumlah fraksi karbon, maka semakin lebar grafik yang dihasilkan. Hal tersebut mengindikasikan tidak homogenya ukuran partikel pada serbuk.

Tabel 4.3 Nilai distribusi rata-rata ukuran partikel pada pengujian PSA $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$

Sample (wt%)	Ukuran Partikel (nm)
LFP 0	173,7
LFP/C 7	169,0
LFP/C 9	152,1
LFP/C 11	178,1

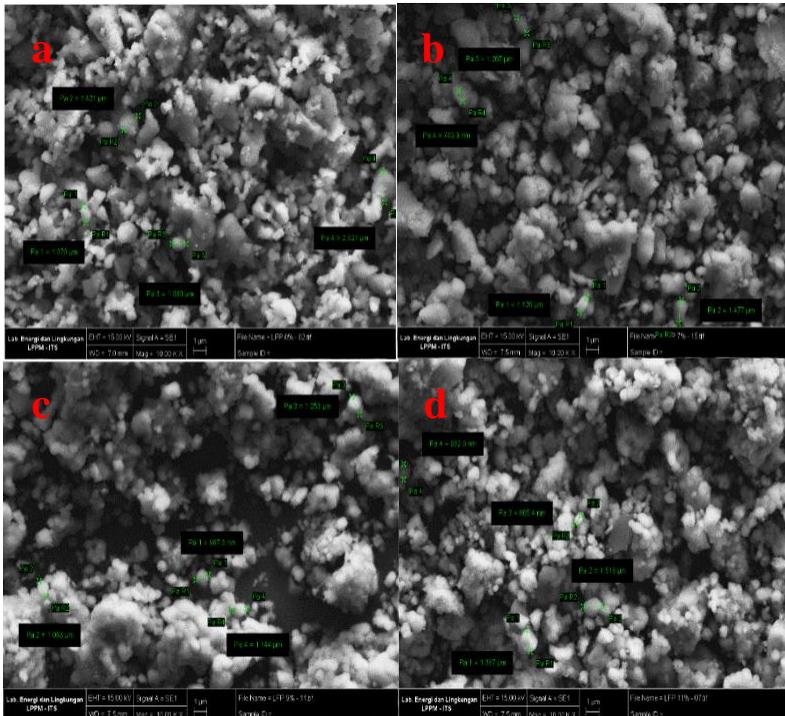
Berdasarkan tabel 4.2 juga menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah fraksi karbon yang ditambahkan maka ukuran partikel tersebut mengalami penurunan ukuran partikel hal tersebut sesuai dengan prinsip penambahan coating carbon yang dapat menyebabkan tereduksinya ukuran partikel (triwibowo, 2002). Tetapi, berdasarkan hasil uji PSA pada penambahan fraksi karbon 11wt% mengalami peningkatan ukuran partikel hal tersebut dikarenakan terjadinya proses aglomerasi pada sampel saat penggilingan berlangsung yang mengakibatkan distribusi ukuran partikelnya menjadi semakin besar.

4.2.3 Analisa Morfologi dan Distribusi Ukuran Partikel dengan SEM

Pengamatan morfologi dan distribusi partikel secara kualitatif pada partikel komposit LFP/C dilakukan dengan menggunakan SEM. Pengamatan ini dilakukan dengan perbesaran 20.000x agar distribusi morfologi dari LFP terlihat lebih jelas.

Pengujian dilakukan karena performa katoda pada $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor salah satunya adalah struktur kristal, dimensi partikel, dan kehomogenan partikel. Material katoda $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ merupakan material komposit yang terdiri dari LFP penguat dan karbon sebagai matriksnya bila ditinjau dari perebaran distribusi LFP pada material katoda. Karbon adalah material yang dapat

meningkatkan konduktifitas elektronik, serta dapat mencegah pertumbuhan partikel LFP sehingga tidak berkembang menjadi lebih besar. selama proses pemanasan serta dapat bertindak sebagai agen pereduksi untuk meminimalisir oksidasi Fe^{2+} menuju Fe^{3+} selama proses sintering dan dengan demikian unsur oksigen yang masuk lebih terbatas.



Gambar 4.3 Distribusi Ukuran Partikel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (a) 0wt%, (b) 7wt%, (c) 9wt% dan (d) 11wt% dengan menggunakan SEM

Dapat dilihat pada tabel 4.3 distribusi ukuran partikel berbeda-beda dan bersifat fluktuatif. Dalam tabel tersebut juga dapat dilihat perubahan distribusi ukuran partikel yang semakin sedikit sesuai dengan pertambahan fraksi karbon pada prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ hal ini dapat menunjukkan bahwa pelapisan karbon pada prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ berhasil, akan tetapi pada sampel dengan coating 11wt% mengalami peningkatan ukuran partikel, hal ini mengindikasikan bahwa sampel tersebut mengalami aglomerasi saat proses penggilingan. Dan dari hasil SEM dapat dilihat bahwa masih banyak terdapatnya material yang ukurannya

besar. Karena partikel yang lebih kecil cenderung menempel satu sama lainnya atau mengalami aglomerasi. Hal ini kemungkinan besar diakibatkan oleh adanya karbon yang menjadi coating yang tidak merata pada material sehingga menyebabkan aglomerasi. Hal lain yang dapat menyebabkan terjadinya aglomerasi adalah pada perlakuan penggilingan yang dilakukan dengan penumbukan sampel sebelum dikalsinasi dengan tekanan yang berbeda, sehingga pada saat dilakukan pemanasan, ukuran butir akan semakin membesar. Apabila pada proses penghalusan sebelumnya material tidak dihaluskan secara merata dengan tekanan yang sama pada semua bagian material, maka partikel yang berukuran besar didalam material tersebut akan bersentuhan dengan butir-butir kecil disekitarnya pada saat proses pemanasan. Hal ini akan berimbas semakin membesarnya ukuran rata-rata butir dalam material tersebut

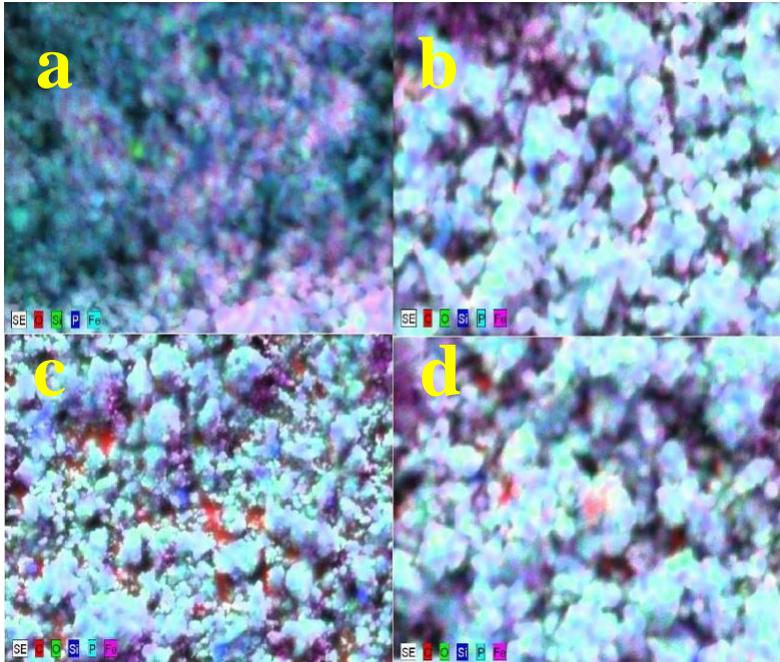
Tabel 4.4 Nilai distribusi rata-rata ukuran partikel pada pengujian SEM
LiFeSi_{0.03}Po_{0.97}O₄/C

Sample (wt%)	Ukuran Partikel (nm)
LFP 0	1400,5
LFP/C 7	1153,475
LFP/C 9	1116.825
LFP/C 11	1133.325

Dari tabel 4.3, distribusi rata-rata dari ukuran partikel yang dihasilkan oleh pengujian SEM dan PSA berbeda. Hal tersebut dapat terjadi karena pada Pengujian SEM tidak menggunakan media pelarut sehingga partikel yang dilihat membentuk aglomerasi. Sedangkan pada pengujian PSA, prekursor dilarutkan dalam alkohol dikarenakan pada proses pengujian PSA dalam bentuk koloid yang dilakukan dengan menggunakan alat

Ultrasonic Cleaner. Pelarutan prekursor tersebut menyebabkan ukuran partikel yang awalnya mengumpul akan terpecah. Selain itu penggunaan Ultrasonic Cleaner sendiri dapat memecah material yang beraglomerasi dengan cara digetarkan. Partikel yang digetarkan akan saling menumbuk satu dan lainnya sehingga menyebabkan terdispersinya partikel pada media penyampurs. Prekursor yang beraglomerasi akan terpecah menjadi

partikel yang berukuran lebih kecil. Dan dari dua pengujian tersebut dapat disimpulkan bahwa pengujian PSA memiliki keakurat dari segi individual partikel yang lebih tinggi dibandingkan dengan pengujian SEM, sehingga didapatkan bahwa semakin banyak penambahan fraksi berat karbon maka ukuran partikel akan semakin kecil.



Gambar 4.4 Hasil Mapping $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (a) 0wt%, (b) 7wt%, (c) 9wt% dan (d) 11wt% dengan menggunakan SEM

Dari hasil pengujian EDX pada tabel 4.4 dapat dilihat bahwa adanya persebaran karbon pada setiap material mempengaruhi karakteristik material tersebut. Pada prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasi fraksi karbon 7wt% dapat dilihat bahwa sampel tersebut terlapisi warna merah tidak merata. Warna merah yang melapisi sampel tersebut adalah menunjukkan persebaran karbon pada sampel tersebut. Persebaran warna merah tidak merata sehingga banyak terjadi aglomerasi. Untuk material

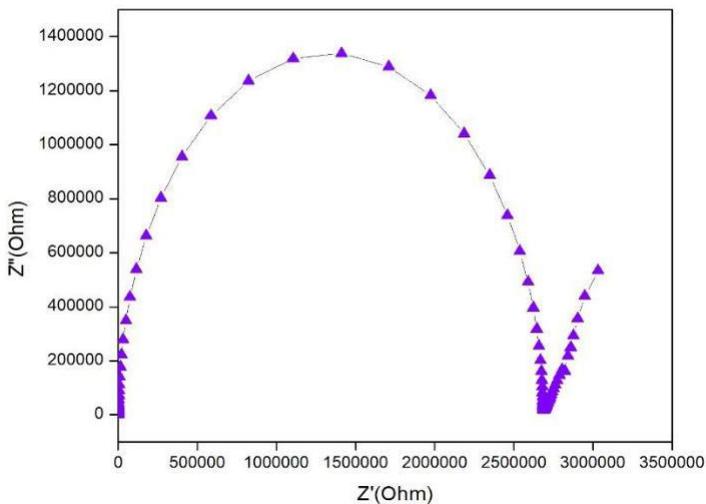
LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C dengan variasi 9w% persebaran karbonnya cukup merata, perebaran karbon yang menghalangi interaksi antar partikel LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C yang menyebabkan partikel tersebut tidak memiliki kesempatan untuk mengalami proses aglomerasi sehingga ukuran partikelnya semakin membesar. Sedangkan pada material LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C dengan variasi fraksi karbon 11wt% persebaran karbonnya hanya terdapat pada daerah tertentu saja, hal tersebut terjadi karena semakin banyak penambahan karbon akan menyebabkan karbon tersebut mengalami penggumpalan dan hanya tersebar di daerah tertentu saja. Penggumpalan karbon tersebut akan mengakibatkan adanya daerah resistif, sehingga mengganggu terhambatnya pergerakan ion lithium. Terhambatnya pergerakan ion lithium ini menyebabkan nilai konduktivitas pada prekursor akan menurun. Pada pengujian SEM-EDX terdapat pula presentase unsur Si dan unsur Fe. Adanya prosentase dua unsur tersebut membuktikan bahwa pendopongan yang dilakukan pada material LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C. Hal tersebut juga dapat dibuktikan dengan persebaran warna biru sebagai unsur Si dan warna ungu menandakan persebaran Fe yang merata pada permukaan. Hubungan SEM dengan konduktivitas listrik sendiri adalah saat kandungan karbon merta pada permukaan, sifat alami karbon yang banyak mengandung elektrostatik akan menghasilkan medan listrik. Adanya ion Li yang melalui medan listrik akan mengalami gaya coloumb. Gaya Coloumb sendiri dapat mempercepat pergerakan muatan ion lithium yang berada pada lapisan karbon yang merata sehingga ion lithium akan mudah bergerak. Namun jika pelapisan karbon tidak merata maka pergerakan ion lithiumnya akan terhambat.

Tabel 4.5 Hasil EDX Material Komposit Katoda LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C

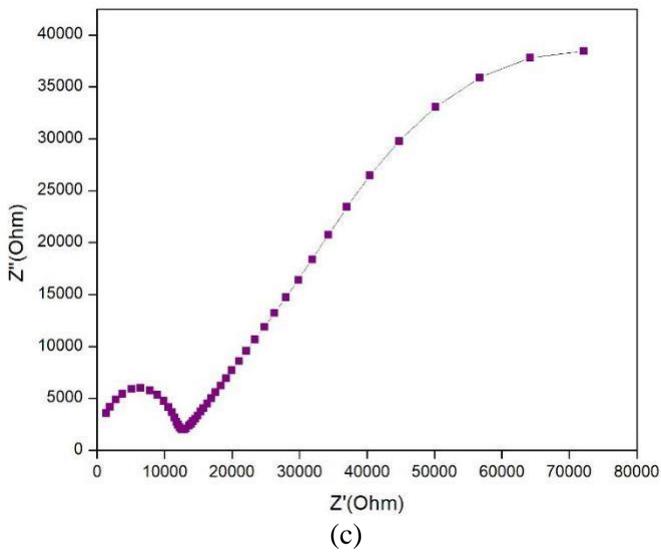
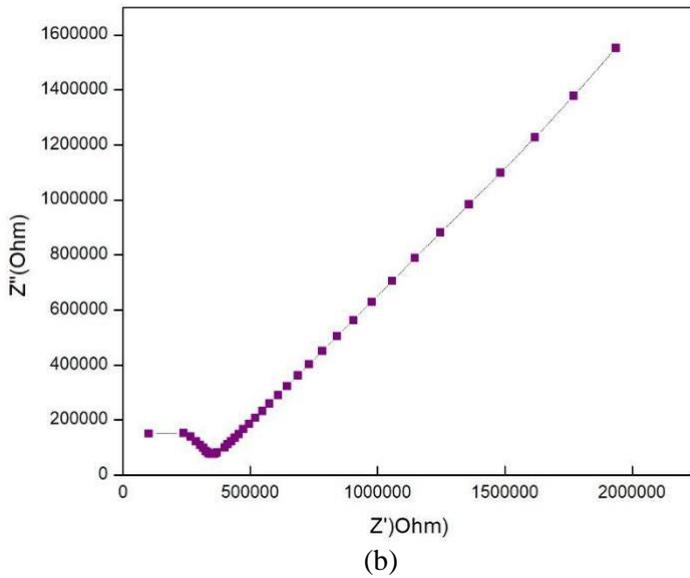
FRAKSI KARBON (wt%)	%ATOMIC				
	O	Fe	P	Si	C
LFP 0	58.88	23.04	18.06	0.02	-
LFP/C 7	60.14	17.46	17.28	0.17	4.95
LFP/C 9	57.16	12.33	11.76	0.07	18.68
LFP/C 11	57.94	17.20	17.27	0.04	7.62

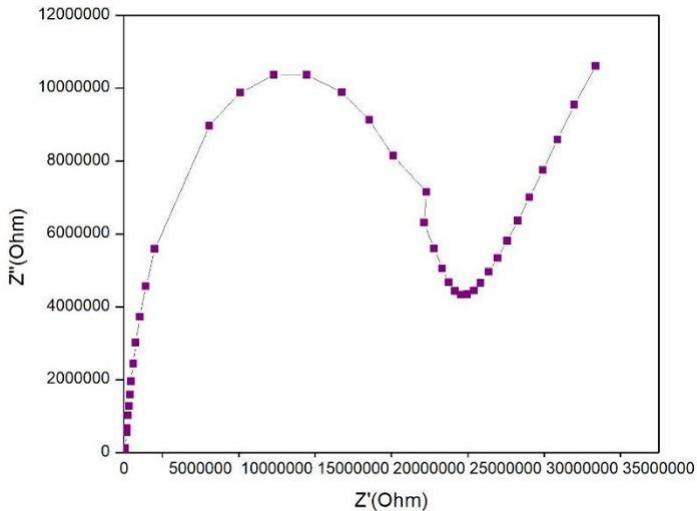
Pada sampel 11% mengalami penurunan persentase carbon, hal tersebut menunjukkan bahwa pengambilan zonasi saat pengambilan analisis data sem yang tidak merepresentasikan keseluruhan keadaan coating carbonnya. Akan tetapi, dari data keseluruhan variabel karbon menunjukkan kecenderungan peningkatan karbon pada sampel tersebut.

4.3 Uji Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) Untuk mengetahui nilai impedansi sampel dilakukan dengan menggunakan *Uji Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) dengan signal C kecil sebesar 20 mV dan tegangan bias DC lebih dari 3V agar dapat membentuk pola busur semi setengah lingkaran (Subhan,2011). Hasil pengujian direpresentasikan dalam plot nyquist yang menjelaskan hubungan antara impedansi real (Z_{real}) dan impedansi imajiner (Z_{im}).



(a)





(d)

Gambar 4.5 Grafik nilai konduktivitas material $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{Po}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (a) 0wt% (b) 7wt% (c) 9wt% (d) 11wt%

Dalam plot nyquist terdapat pola setengah lingkaran (semicircle) yang merepresentasikan adanya hambatan elektrolit (R_e) karena reaksi elektrokimia pada elektrolit dimana dalam keadaan tertentu akan terbentuk double-layer antara elektrolit dan permukaan material aktif. Pola garis lurus (straight line) merepresentasikan proses difusi ion lithium kedalam bulk materialelektroda. Pola yang digunakan sebagai acuan dari kemampuan elektroda dalam menyimpan ion lithium untuk penggunaannya pada baterai ion lithium. Titik awal pola semicircle merupakan hambatan elektrolit (R_e) dan jarak dari titik R_e ke titik akhir pola semicircle merupakan hambatan charge transfer (R_{ct}). Ukuran lebar dari R_{ct} menentukan nilai konduktivitas listrik sebuah baterai. Semakin sempit ukuran semicircle maka nilai konduktivitasnya semakin tinggi. Hal ini dikarenakan total hambatannya (impedansi) semakin kecil seiring dengan semakin sempitnya pola semicircle tersebut. Dari gambar 4.5 dapat dikathui bahwa diameter semicircle masing-masing material berbeda-beda.

Diameter semicircle ini menunjukkan sifat resistif suatu material. Apabila diameter prekursor semakin besar, maka nilai konduktifitas ioniknya akan menurun. Karena hambatan arus yang besar akan membuat berjalannya elektron yang melambat. Dalam prekursor LFP ini dapat dilihat pada tabel 4.5 bahwa konduktifitas ionik terbesar adalah $3,53739 \times 10^{-6}$ S/cm sedangkan yang paling kecil adalah $0,07032 \times 10^{-6}$ S/cm. Dalam pengujian EIS selain untuk menentukan konduktifitas ionik, juga dapat mengetahui adanya difusi ion pada proses interkalasi-deinterkalasi lithium yang ditunjukkan dengan garis lurus sehingga baterai akan mampu menyimpan ion lithium.

Tabel 4.6 Nilai konduktifitas dan distribusi ion Li^+

Sampel	$D_{\text{Li}^+} (10^{-18} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1})$	$\sigma_e (10^{-7} \text{ S cm}^{-1})$	$\sigma_i (10^{-6} \text{ S cm}^{-1})$	$i^0 (10^{-6} \text{ mA/cm}^2)$
LFP 0%	0,001	0,018	2,588	0,009
LFP 7%	$1,58 \times 10^{-6}$	0,002	0,047	0,001
LFP 9%	1,95	3,518	3,537	1,885
LFP11%	$9,38 \times 10^{-7}$	0,133	0,070	0,071

Proses difusi ion lithium merupakan pergerak bebas ion dari kisi satu ke kisi yang lainnya. Semakin tinggi nilai difusi ion lithium menandakan bahwa performa elektrokimia akan meningkat. Difusi ion lithium di pengaruhi oleh beberapa faktor salah satunya yaitu akibat proses kalsinasi. Pemberian temperatur pada proses kalsinasi dapat memberikan energi aktivasi pada atom penyusun bahan tersebut, sehingga dengan adanya energi aktivasi menyebabkan atom-atom penyusun dari bahan tersebut melepaskan ikatannya dan bergerak ke posisi baru atau berpindah ke kisi lainnya. Dari tabel 4.6 dapat diketahui nilai difusi ion tertinggi terdapat pada sampel LFP dengan variasi fraksi karbon 9% wt yaitu $1,95 \times 10^{-18} (\text{cm}^2 \text{ s}^{-1})$, sedangkan untuk nilai difusi ion terendah terdapat pada material LFP dengan variasi fraksi karbon 11% wt yaitu $9,38 \times 10^{-25} (\text{cm}^2 \text{ s}^{-1})$. Semakin besar nilai difusi ion akan meningkatkan nilai konduktifitas, karena ion litium yang bergerak bebas akan mudah mengakami interkalasi sehingga performa baterai akan meningkat. Dari pengujian ini juga

didapatkan besar rapat arus. Rapat arus pada baterai merupakan parameter untuk menunjukkan reversibilitas elektroda. Rapat arus terbesar terdapat pada sampel variasi 11%wt yaitu $1,88461 \times 10^{-6}$ (mA/cm²) sedangkan yang terkecil adalah pada sampel variasi 0%wt yaitu $9,5300310^{-9}$ (mA/cm²). Semakin besar nilai rapat arus dari suatu material maka semakin besar juga nilai transfer elektronnya. Dan dari hasil pengujian EIS juga diketahui semakin tinggi nilai difusi ion lithium dan kerapatan arus maka nilai konduktivitas juga akan semakin tinggi. Dari sampel tersebut konduktivitas tertinggi terdapat pada sampel dengan variasi doping 9%wt yaitu $3,518 \times 10^{-7}$ S cm⁻¹. Nilai konduktivitas tersebut dipengaruhi oleh jumlah kandungan karbon yang merata pada permukaan, sifat karbon yang mengandung elektrostatik akan menghasilkan medan listrik. Adanya ion Li yang melalui medan listrik akan mengalami gaya coulomb. Gaya Coulomb ini mempercepat adanya pergerakan muatan ion lithium yang berada pada lapisan karbon yang merata sehingga ion lithium akan mudah bergerak.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Hasil uji menunjukkan bahwa semakin banyak fraksi karbon semakin mengecilkan ukuran partikel. Akan tetapi pada sampel 11 persen mengalami kenaikan ukuran partikel karna terjadinya aglomerasi.
2. Hasil Uji Konduktifitas dengan menggunakan EIS menunjukkan bahwa nilai konduktivitas pada prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasi fraksi karbon 0wt% sebesar $0,018 \times 10^{-7}$ S/cm, $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasi fraksi karbon 7wt% sebesar $0,002 \times 10^{-7}$ S/cm, $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasi fraksi karbon 9wt% sebesar $3,518 \times 10^{-7}$ S/cm, $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasi fraksi karbon 11wt% sebesar $0,133 \times 10^{-7}$ S/cm. Dengan nilai konduktifitas tertinggi pada prekursor $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ dengan variasi Fraksi karbon 9wt%..

Saran untuk penelitian termoelektrik menggunakan lapisan tipis berikutnya yakni:

1. Pada saat proses penumbukan sebelum kalsinasi harusnya dilakukan dengan tekanan yang cukup konstan pada setiap sampel dan durasi penghalusannya sama.
2. Sebaiknya dilakukan pengujian TEM agar lebih jelas struktur morfologi prekusornya seperti apa dan lebih diketahui distribusi ukuran partikelnya lebih jelas.
3. Perlu dilakukan uji performa baterai seperti CV (Cyclic Voltametry) dan CD (Charge-Discharge).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- A. Subhan, "Fabrikasi dan Karakterisasi Li₄Ti₅O₁₂ Untuk bahan Anoda Baterai Lithium Keramik," Tugas Akhir, Universitas Indonesia, Jakarta, 2011.
- Allison-Bruce, S.A., dan Abumere, O.E. 2015. "*Microwave Assisted Hydrothermal Synthesis of LiFePO₄/C Composite Cathode Material for Lithium-Ion Batteries*". Department of Physics, University of Port Harcourt. Port Harcourt.
- Basu, B and Balani, K. "Advanced Structural Ceramic" Willey., New York. 2011.
- Candace K. Chan, et.al, High-performance lithium battery anodes using silicon nanowires, J. Nature publishing, 2008
- Chiang, Y.M., P. Birnie, Dunbar, Kingery, D. W. 1997. *Physical Ceramics, Principles for Ceramic Science and Engineering*, New York: John Willey and Sons, Inc.
- Chung, S. Y., Bloking, J. T. and Chiang, Y. M.,(2002): Electronically conductive phosphoolivines as lithium storage electrodes, Nature Materials, No.1,pp.123128.
- D. M. Winter and D. R. J. Brodd, "What Are Batteries, Fuel Cells, and Supercapacitors?," *Chemical Reviews*, vol. 104, no. 10, pp. 4245-4269, 2004.
- David Linden, Handbook of Batteries, Mc Graw Hill, Second Edition, 1994.
- Delacourt, C., Poizot, P., Levasseur, S. and Masquelier, c.,(2006): Size effect on carbonfree LiFePO₄ powders, Electrochemical and Solid State Letters, No.9,pp.A352A355
- E. M. Wigayati, "Preparasi dan Karakterisasi Struktur Kristal Li(1+x)Mn₂O₄," pp. 103-106, 2007.
- H, Wiggers, Hamid, N. A., Wennig, S., Hardt, S., Heinzl, A., Schulz, C, 2012, "*High-capacity Cathodes for Lithium-Ion Batteries from Nanostructured LiFePO₄ Synthesized by*

- Highly-Flexible and Scalable Flame Spray Pyrolysis*”,
Journal of Power Sources, Vol. 216, pp. 76-83.
- Hong, K.S., C.W. Ahn, M.G. Ha, 2010, “*Improvement of the Electrochemical Properties in Nano-sized Al-2O₃ and AlF₃-coated LiFePO₄ Cathode Materials*”, Defect and Diffusion Forum, Vol. 297301, pp 906-911, Switzerland.
- Huang Y., Ren, H., Peng, Z., Zhou, Y., (2009), "Synthesis of LiFePO₄/Carbon Composite from nano-FePO₄ by a Novel Stearic Acid Assisted Rheological Phase Method", *Electrochimia Acta*, Vol. 55, hal. 311-315.
- K. Meilia, "Pembuatan Lembaran Katoda LiFe_{0.7}Mn_{0.2}Ni_{0.1}PO₄/C Dengan Variasi Suhu Pengeringan," Tugas Akhir, Universitas Sumatra Utara, Medan, 2015.
- Mandi et al., 2014. Preparation and Electrochemical Performance of La³⁺ and Fco-Doped Li₄Ti₅O₁₂ anode material for lithium – ion batteries. *Journal of Power Sources*, 263 (2014) : 296 – 303.
- Martin Winter, Ralph J Brodd, What Are Batteries, Fuel Cells, and Supercapacitors?, *Chem. Rev.* 104 (2004).
- Padhi, A.K., Nanjundaswamy, K.S. and Goodenough, J. B.,(1997): Phosphoolivine as Positive Electrode Materials for Rechargeable Lithium Batteries, *Journal of Electrochemical Society*, No.144,pp.11881194.
- Rahmawati, Fitria. 2008. “Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS).” (I):2008.
- Rao, M. C. 2013, “*Improving Electrochemical Performance of Lithium-Ion Batteries using LiMn₂O₄ Cathodes*”, *J. Chem. Bio, Phy. Sci. Sec.C*, 1:00-00.
- Reimers, J.N., dan J.R. Dahn, 1992, *J. Electrochem. Soc.* Vol. 139 p. 2091.
- Sergi, F., A. Arista, G. Agnello, dkk. 2016. “*Characterization and Comparison Between Lithium Iron P Phosphate and Lithium-Polymers Batteries.*”

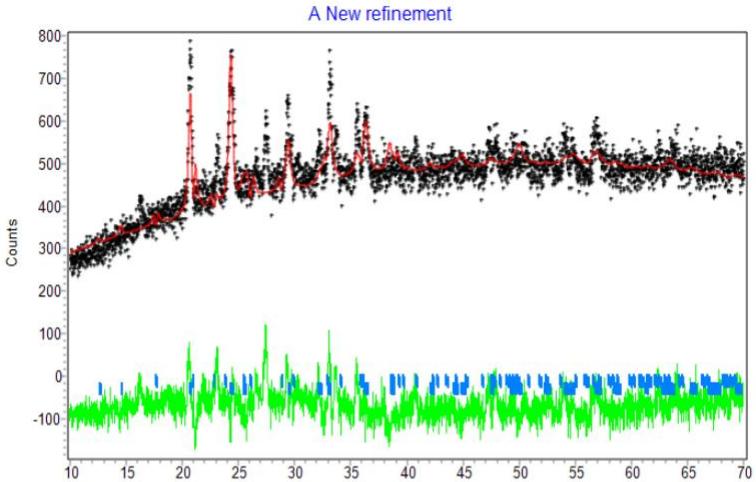
- Sun, Xiangcheng, Kai Sun, 2012, “*Controlled Preparation and Surface Structure Characterization of Carbon-Coated Lithium Iron Phosphate and Electrochemical Studies as Cathode Materials for Lithium Ion Battery*”, International Journal of Materials and Chemistry, Vol.5, pp. 218-224, Canada.
- Topracki, O., Topracki, H,A,K., Ji,L., Zhang, X., "*Fabrication and Elektrochemical Characteristic of LiFePO₄ Powdes for Liythium-Ion Batteries*", Journal Powder and Particle, Vol 28 : 311-18.2010.
- Triwibowo,2011."Rekayasa Bahan $\text{Li}_x\text{TiMn}_y\text{Fe}_x(\text{PO}_4)_3$ sebagai katoda Solid Promer Battery (SPB) Lithium". Universitas Indonesia : Depok.
- Viantyas, Dita and Mochamad Zainuri. 2014. “Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Konduktivitas Listrik Pada $\text{Li}_{1.3}\text{Ti}_{1.7}\text{Al}_{0.3}(\text{PO}_4)_3$ (LTAP) Dengan Menggunakan Bahan Elektrolit Padat Metode Liquid Mixing.” Jurnal Sains Dan Seni Pomits 3(2):44–49
- Yan-jing Hao, et al., Synthesis by citric acid sol-gel method and electrochemical properties of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ anode material for lithium-ion battery, Materials Chemistry and Physics, 94 (2005)
- Yang, K., Lin, Z., Hu, X., Deng, Z., Suo, J., (2011), "Preparation and Electrochemical Properties of a LiFePO_4/C Composite Cathode Material by a Polymer- Pyrolysis - Reduction Method", Electrochimia Acta, Vol.56, hal. 2941-2946.
- Zhang, Y., Huo, Q., Du, P., Wang, L., Zhang, A., Song, Y., Lv, Y., Li, G., (2012), "Advances in New Cathode Material LiFePO_4 For Lithium Ion Batteries", Synthetic Metals, Vol.162, hal.1315-1326

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

Lampiran A

Penghalusan dengan Metode Rietveld Menggunakan Software Rietica

1. Hasil Rietica sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$



```

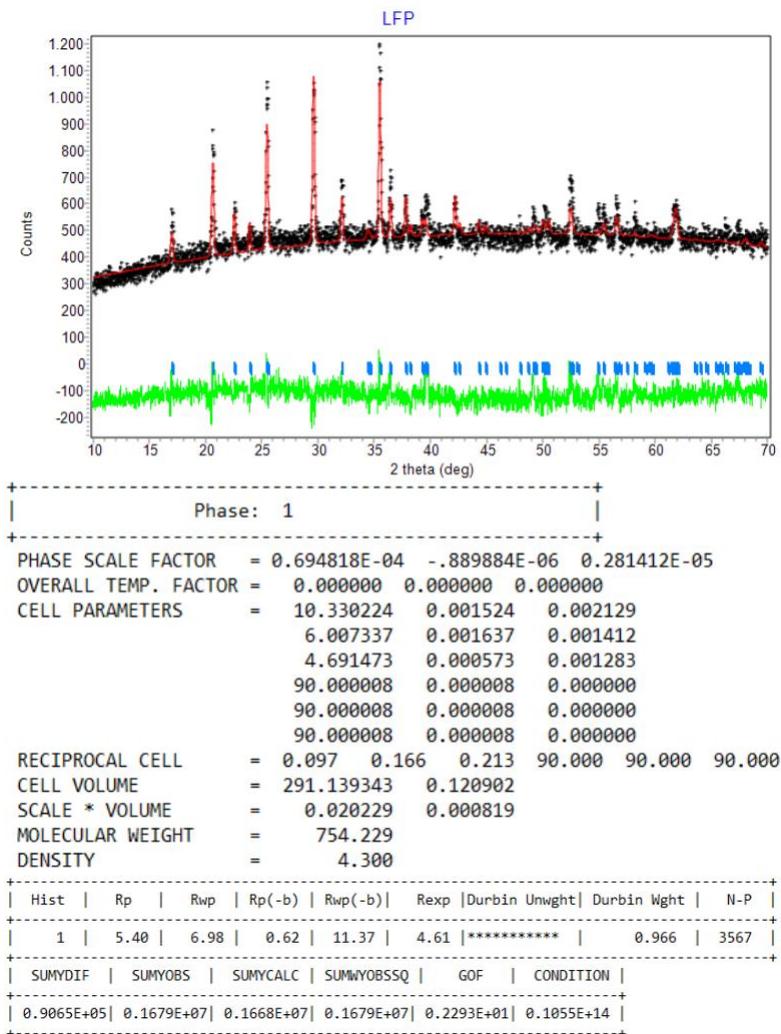
+-----+
|                                     |
|                                     |
+-----+
Phase: 1
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.552522E-04 0.193606E-04 0.596600E-05
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 10.016629 -0.026670 0.013467
                  6.164999 0.007799 0.011694
                  4.661004 -0.004897 0.007249
                  90.000008 0.000008 0.000000
                  90.000008 0.000008 0.000000
                  90.000008 0.000008 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.100 0.162 0.215 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 287.828644 0.805120
SCALE * VOLUME = 0.015903 0.001718
MOLECULAR WEIGHT = 754.920
DENSITY = 4.353
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  Is/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*Is/R = 8196.00
  
```

```

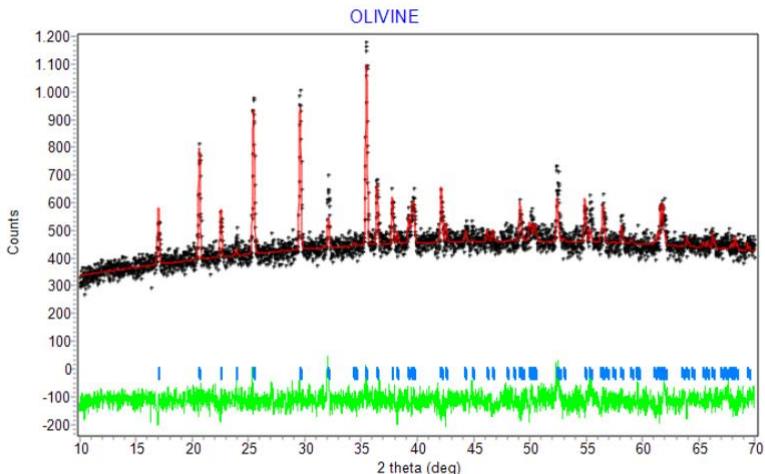
+-----+
|           Phase: 2           |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.604662E-05  0.104357E-05  0.291319E-06
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000  0.000000  0.000000
CELL PARAMETERS    = 8.549259  -0.003341  0.008492
                   = 8.549258  -0.003342  0.008492
                   = 20.871305  0.002806  0.034835
                   = 90.000008  0.000008  0.000000
                   = 90.000008  0.000008  0.000000
                   = 120.000008  0.000008  0.000022
RECIPROCAL CELL    = 0.135  0.135  0.048  90.000  90.000  60.000
CELL VOLUME        = 1321.104370  2.882019
SCALE * VOLUME     = 0.007988  0.000385
MOLECULAR WEIGHT   = 2503.018
DENSITY            = 3.145
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  1s/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*1s/R = 13650.0

```

DERIVED BRAGG R-FACTOR= 3.64

2. Hasil Rietica sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (Coating 7%)

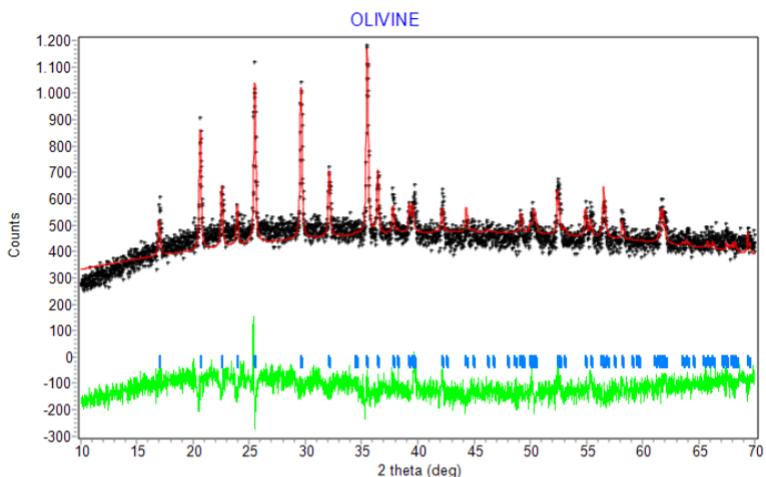
DERIVED BRAGG R-FACTOR= 4.40

3. Hasil Rietica sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (Coating 9%)

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
Phase: 1
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.812953E-04 -.625337E-06 0.177047E-05
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 10.330760 0.000060 0.001135
                  6.008503 0.000103 0.000665
                  4.691760 0.000060 0.000502
                  90.000008 0.000008 0.000000
                  90.000008 0.000008 0.000000
                  90.000008 0.000008 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.097 0.166 0.213 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 291.228821 0.055077
SCALE * VOLUME = 0.023676 0.000516
MOLECULAR WEIGHT = 754.229
DENSITY = 4.299
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 4.50 | 5.71 | 0.45 | 7.90 | 4.70 | ***** | 1.460 | 3566 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.7261E+05 | 0.1614E+07 | 0.1608E+07 | 0.1614E+07 | 0.1477E+01 | 0.9397E+13 |
+-----+
DERIVED BRAGG R-FACTOR= 3.74

```

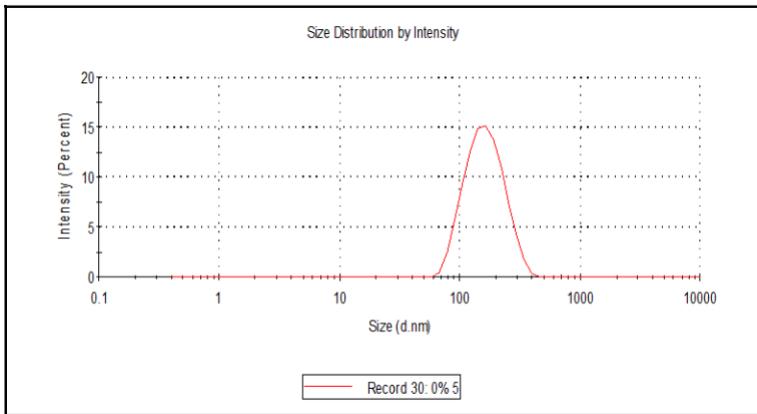
4. Hasil Rietica sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (Coating 11%)

Phase: 1										
PHASE SCALE FACTOR	=	0.115246E-03		-0.456215E-06		0.281137E-05				
OVERALL TEMP. FACTOR	=	0.000000		0.000000		0.000000		0.001776		
CELL PARAMETERS	=	10.328336		0.000035		0.001776				
		6.005861		-0.000039		0.000913				
		4.691581		-0.000419		0.000915				
		90.000008		0.000008		0.000000				
		90.000008		0.000008		0.000000				
		90.000008		0.000008		0.000000				
RECIPROCAL CELL	=	0.097	0.167	0.213	90.000	90.000	90.000			
CELL VOLUME	=	291.021362		0.087627						
SCALE * VOLUME	=	0.033539		0.000818						
MOLECULAR WEIGHT	=	754.229								
DENSITY	=	4.302								
Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P		
1	6.01	7.57	0.71	9.86	4.64	*****	0.899	3564		
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMYOBSQ	GOF	CONDITION					
0.9963E+05	0.1657E+07	0.1649E+07	0.1657E+07	0.2666E+01	0.6013E+13					
DERIVED BRAGG R-FACTOR=		2.42								

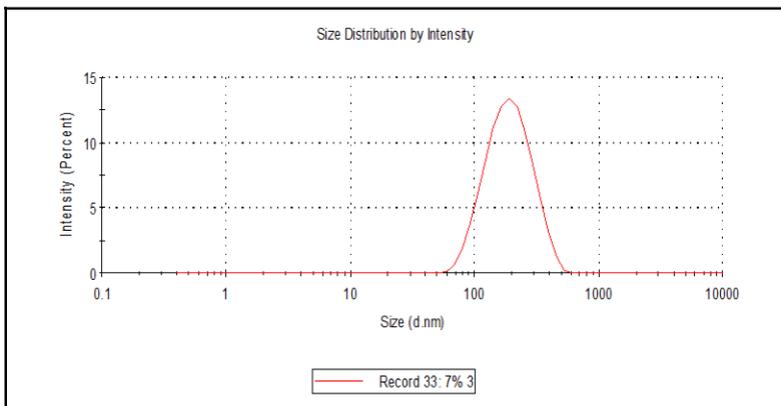
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

Lampiran B Data Grafik PSA

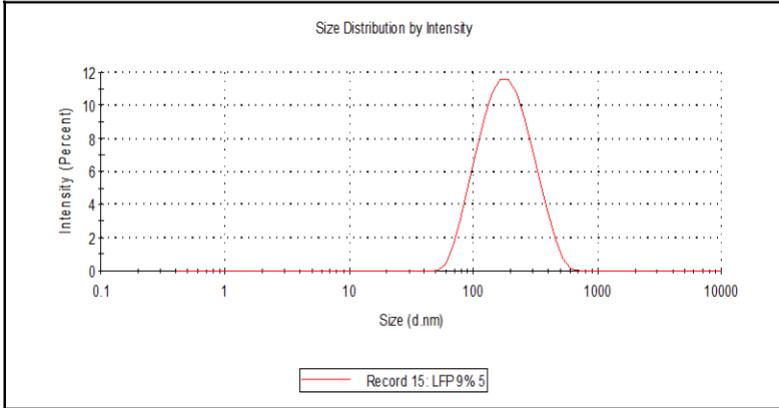
1. Grafik PSA $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (Tanpa Coating)



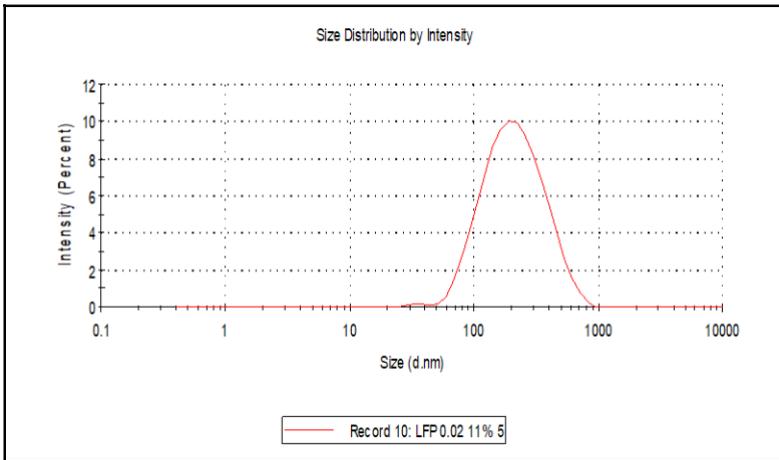
2. Grafik PSA $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ (Coating 7%)



3. Grafik PSA LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C (Coating 9%)



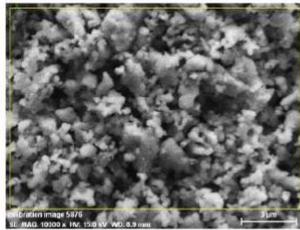
4. Grafik PSA LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C (Coating 11wt%)



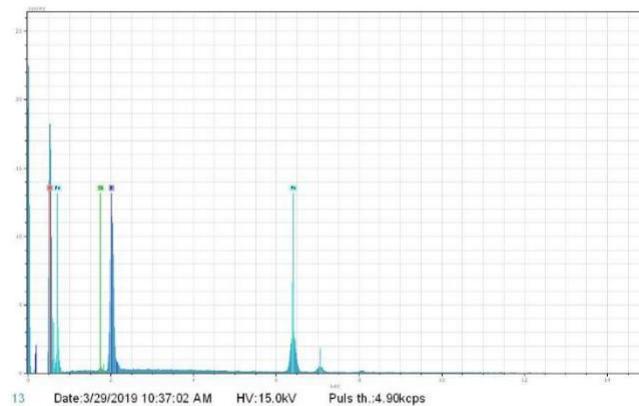
Lampiran C Data Hasil Pengujian SEM-EDX

1. Data SEM-EDX LiFeSi_{10.03}P_{0.97}O₄/C (Tanpa Coating)

LFP 0%

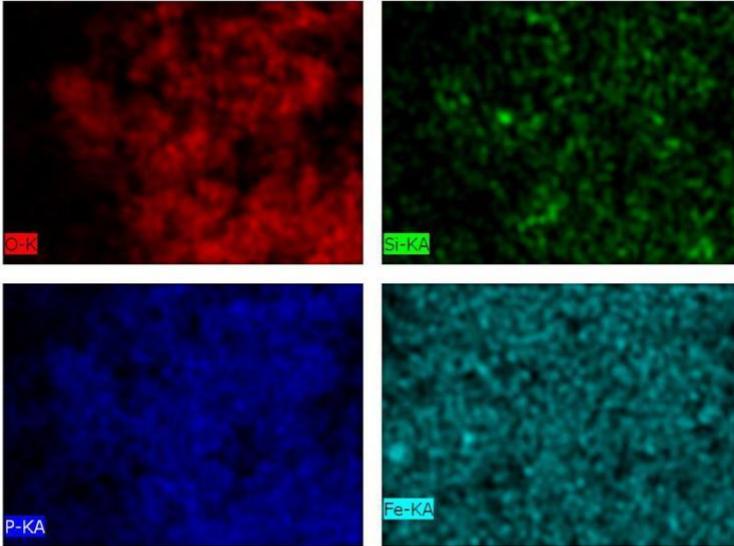


calibration image 5870 Date: 3/29/2019 10:36:12 AM Image size 512 x 884 Mag: 10000x HV: 15.0kV



13 Date: 3/29/2019 10:37:02 AM HV: 15.0kV Puls th: 4.90kcps

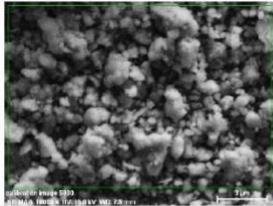
E1	AN	Series	unn.	C	norm.	C	Atom.	C	Error
			[wt.%]	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[at.%]		[%]
Fe	26	K-series	43.44	46.15	23.04	1.3			
O	8	K-series	31.80	33.78	58.88	3.7			
P	15	K-series	18.88	20.05	18.06	0.7			
Si	14	K-series	0.02	0.02	0.02	0.0			
Total:			94.13	100.00	100.00				



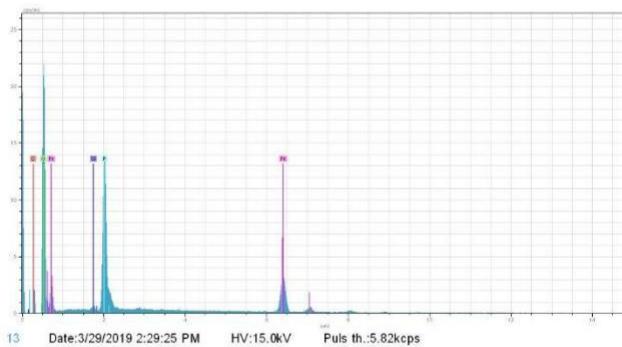
O-K, Si-KA, P-KA, Fe-KA Date:3/29/2019 10:39:22 AM
Image size:499 x 345
Mag:10000x
HV:15.0kV

2. Data SEM-EDX LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C (Coating 7%)

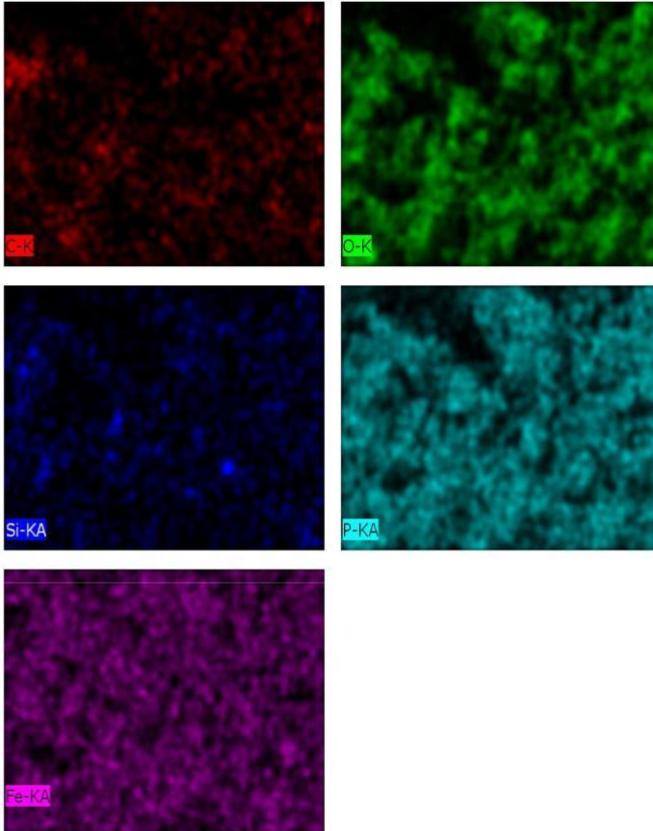
LFP 7%



calibration image 5880Date:3/29/2019
2:28:58 FImage size:512 x
384Mag:10000xHV:15.0kV



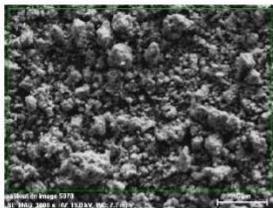
El	AN	Series	unn. [wt. %]	C norm. [wt. %]	C Atom. [at. %]	C Error [%]
Fe	26	K-series	35.70	38.44	17.46	1.1
O	8	K-series	35.22	37.93	60.14	4.1
P	15	K-series	19.59	21.10	17.28	0.8
C	6	K-series	2.18	2.35	4.95	0.4
Si	14	K-series	0.17	0.19	0.17	0.0
Total:			92.86	100.00	100.00	



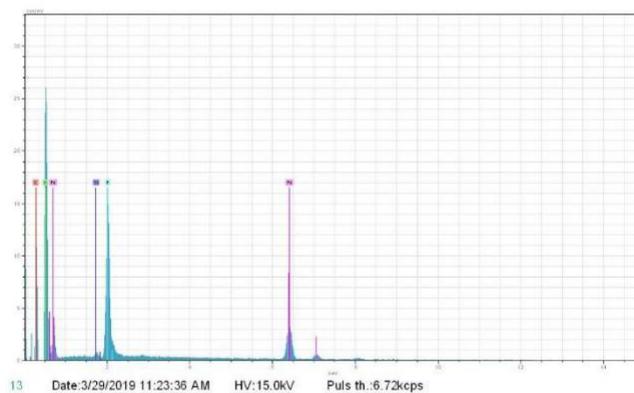
C-K, O-K, Si-KA, P-KA, Fe-KA Date: 3/29/2019 2:31:22 PM
Image size: 499 x 345
Mag: 10000x
HV: 15.0kV

3. Data SEM-EDX LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C (Coating 9%)

LFP 9%



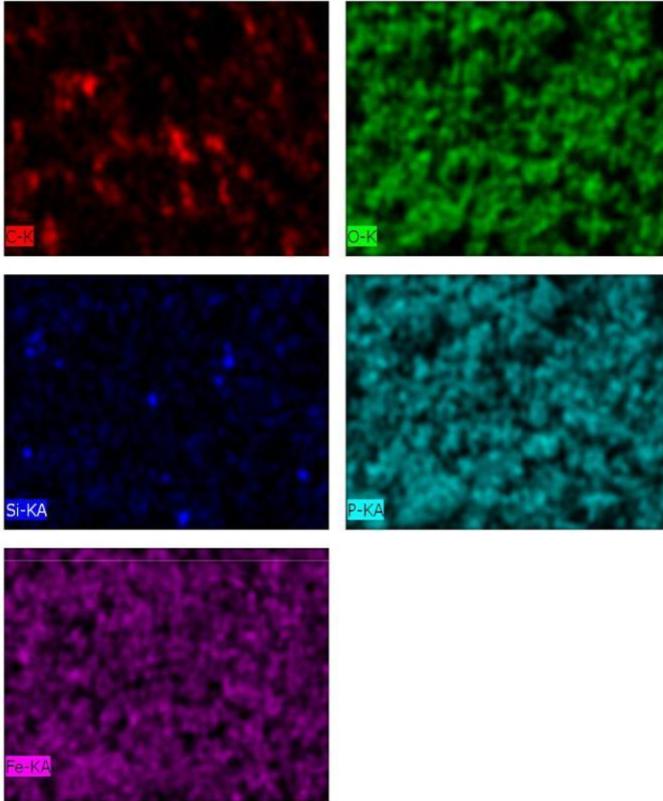
calibration image 5878 Date: 3/29/2019
11:22:44 AM Image size: 512 x
384 Mag: 3000x HV: 15.0kV



El	AN	Series	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
			[wt. %]	[wt. %]	[at. %]	[%]
O	8	K-series	39.48	41.68	57.16	4.7
Fe	26	K-series	29.73	31.39	12.33	0.9
P	15	K-series	15.73	16.61	11.76	0.6
C	6	K-series	9.69	10.23	18.68	1.3
Si	14	K-series	0.08	0.08	0.07	0.0
Total:			94.70	100.00	100.00	

3/29/2019

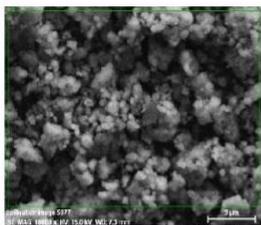
7. Page



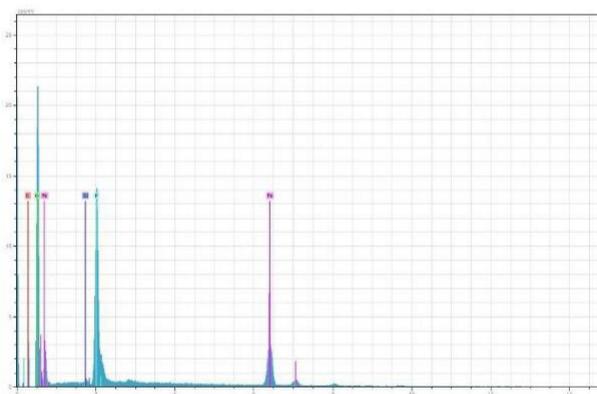
C-K, O-K, Si-KA, P-KA, Fe-KA Date:3/29/2019 11:25:02 AM
Image size:499 x 345
Mag:3000x
HV:15.0kV

4. Data SEM-EDX LiFeSi_{10.03}P_{0.97}O₄/C (Coating 11wt%)

LFP 11%

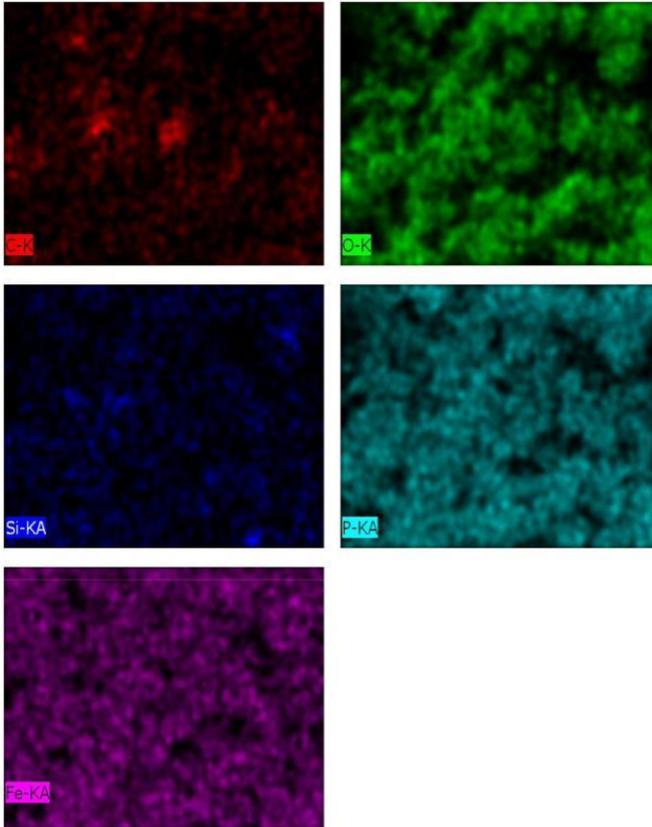


calibration image 5877 Date: 3/29/2019
 11:00:40 AM Image size: 512 x
 384 Mag: 10000x HV: 15.0kV



13 Date: 3/29/2019 11:01:09 AM HV: 15.0kV Puls th.: 5.95kcps

El	AN	Series	unn.	C	norm.	C	Atom.	C	Error
			[wt.%]	[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]	[%]	[%]
Fe	26	K-series	35.15	38.22	17.20	1.1			
O	8	K-series	33.92	36.89	57.94	4.1			
P	15	K-series	19.51	21.21	17.21	0.8			
C	6	K-series	3.35	3.64	7.62	0.6			
Si	14	K-series	0.04	0.04	0.04	0.0			
Total:			91.96	100.00	100.00				

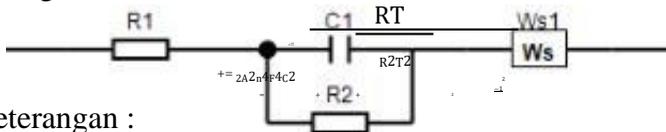


C-K, O-K, Si-KA, P-KA, Fe-KA Date: 3/29/2019 11:02:45 AM
Image size: 499 x 345
Mag: 10000x
HV: 15.0kV

LAMPIRAN D
Hasil uji EIS dari Material LiFePO₄/C dengan Variasi
fraksi karbon (wt%)

Sampel (wt%)	Ketebalan	Re (Ohm)	Rct (Ohm)	Zre (Ohm)
0	0,0096359	1853,1	2695400	2760116,129
7	0,0096359	101450	22470000	848312,2222
9	0,0096359	1355,5	13630	27204,54839
11	0,0096359	68184	360860	22470000

Pada penelitian kali ini, rangkaian listrik yang digunakan atau gambarab ekivalennya adalah sesuai pada gambar dibawah ini



Keterangan :

i^0 = rapat arus (mA/cm^2)

R = tetapan gas ideal ($8,314 \text{ J}/\text{mol}\cdot\text{K}$)

T= suhu mutlak ($298,15 \text{ K}$)

n= jumlah elektron per molekul yang berpindah selama proses interkalasi (untuk TiO_2 , $n = 1$)

F = konstanta faraday ($96500 \text{ C}/\text{mol}$)

C = konsentrasi ion lithium di dalam *bulk* ($4,37 \times 10^{-3}$ mol/cm³)

= koefisien Warburg ($\Omega \text{cm}^2 \text{s}^{-1/2}$)

R_{ct} = hambatan elektrolit (Ω)

R_e = Hambatan Ionik (Ω)

D_{Li+} = koefisien difusi ion lithium (cm²/s)

A = Luas Penampang (2,0096 cm²)

f = Frekuensi (Hz)

A. Konduktifitas Listrik (S/cm)

▪ Sampel LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C variasi 0wt% _____

$$= \frac{2,0096 \times 10000}{2,0096 \times 2247000} \times \frac{0,0096251}{0,0096251} = 2,587520541 \times 10^{-6} (\text{S/cm})$$

▪ Sampel LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C variasi 7wt% _____

$$= \frac{2,0096 \times 10000}{2,0096 \times 2247000} \times \frac{0,0096251}{0,0096251} = 2,587520541 \times 10^{-6} (\text{S/cm})$$

▪ Sampel LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C variasi 9wt% _____

$$= \frac{2,0096 \times 10000}{2,0096 \times 2247000} \times \frac{0,0096251}{0,0096251} = 3,537391601 \times 10^{-6} (\text{S/cm})$$

▪ Sampel LiFeSi_{0.03}P_{0.97}O₄/C variasi 11wt% _____

$$= \frac{2,0096 \times 10000}{2,0096 \times 2247000} \times \frac{0,0096251}{0,0096251} = 0,070323453 \times 10^{-6} (\text{S/cm})$$

B. Rapat Arus (i^0)

➤ Sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 0wt%

$$i^0 = \frac{8,314 \times 298,15}{0,00953 \times 10^{-6} \text{ (mA/cm}^2\text{)}}$$

➤ Sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 7wt%

$$i^0 = \frac{8,314 \times 298,15}{0,001143 \times 10^{-6} \text{ (mA/cm}^2\text{)}}$$

➤ Sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 9wt%

$$i^0 = \frac{8,314 \times 298,15}{1,884611 \times 10^{-6} \text{ (mA/cm}^2\text{)}}$$

➤ Sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 11wt%

$$i^0 = \frac{8,314 \times 298,15}{0,071183 \times 10^{-6} \text{ (mA/cm}^2\text{)}}$$

C. Koefisien Warburg :

Sehingga,

$$= 0,792465$$

- Sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 0wt%

$$= (2760116,129 - (1853,1 + 2695400)) \times 0,792465$$

$$= 622637$$
- Sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 7wt%

$$= (848312,2222 - (101450 + 22470000)) \times 0,792465$$

$$= -17038772$$
- Sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 9wt%

$$= (27204,54839 - (1355,5 + 13630)) \times 0,792465$$

$$= 15329$$
- Sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 11wt%

$$= (22470000 - (68184 + 360860)) \times 0,792465$$

$$= 22129998$$

D. Difusi Ion Lithium (Cm^2/S)

- ❖ Sampel $\text{LiFeSi}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 0wt%

$$R^2T^2$$

$$= 2,2 \times 10^{-4} \text{ e}^4 \text{ c}^2$$

$$= 0,001184944 \times 10^{-18} \text{ Cm}^2/\text{S}$$

❖ Sampel $\text{LiFeSiO}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 7wt%

$$= 1,58231 \times 10^{-24} \text{ Cm}^2/\text{S}$$

❖ Sampel $\text{LiFeSiO}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 9wt%

$$= 1,954956142 \times 10^{-18} \text{ Cm}^2/\text{S}$$

❖ Sampel $\text{LiFeSiO}_{0.03}\text{P}_{0.97}\text{O}_4/\text{C}$ variasi 11wt%

$$= 9,38006 \times 10^{-25} \text{ Cm}^2/\text{S}$$

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

Cara Fitting EIS Menggunakan Software Cs Studio 5

1. Buka Aplikasi Cs Studio 5
2. Kemudian Pilih MENU Tools dan pilih EIS Analysis
3. Setelah itu akan ada tampilan new tab dan pilih open file dengan simbol



4. Cari file hasil output pengujian kemudian klik tanda OK.
5. Setelah itu akan muncul hasil pengujian EIS
6. Pada tampilan fitting dirubah menu “No Active Data” dengan file hasil pengujian kita.
7. Lakukan penghapusan data jika grafik yang didapatkan tidak bagus dengan cara memilih menu “Tools” kemudian pilih menu delete data sesuai dengan yang kita inginkan
8. Pilih menu Quick Fit pada tampilan fitting untuk menentukan besar nilai kapasitor, resistor dan hambatan
9. Klik menu Equivalent Circuit untuk membuat rangkaian listriknya.
10. Klik menu New Model
11. Kemudian klik kanan untuk membuat circuit secara paralel dan seri dan apa saja yang akan dimasukkan
12. Setelah itu run data dan akan didapatkan grafik fitting sesuai yang kita inginkan .

BIODATA PENULIS



Penulis dikenal dengan nama Puri Olyvia Swastika berasal dari kota Surabaya. Penulis merupakan anak pertama dari tiga bersaudara yang dilahirkan di Surabaya, 7 maret 1997.

Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Al-Manar, SD Al-Manar, SMP Negeri 14 Surabaya dan SMA Negeri 11 Surabaya. Pada tahun 2015, penulis diterima sebagai mahasiswa Departemen Fisika

Fakultas Ilmu Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Dalam bidang non akademik penulis pernah mengikuti organisasi Physics Summit Departemen Fisika tahun 2016-2017. Kemudian penulis juga pernah mengikuti VSNMC (Victory Sepuluh Nopember Marching Corps) tahun 2016-2017. Selanjutnya penulis juga pernah mengikuti beberapa kepanitiaan seperti 5Th dan 5Th Physics Summit HIMASIKA ITS, panitia SPORTIF BEM-FMIPA. Aktifitas lainnya yang pernah dilakukan penulis adalah sebagai asisten Laboratorium Fisika Dasar I.