



TUGAS AKHIR - SF 184801

**PENINGKATAN KONDUKTIVITAS LISTRIK LiFePO_4
SEBAGAI MATERIAL BATERAI DENGAN CAMPURAN
GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI TEMPURUNG
KELAPA TUA**

Firsta Agung Setyawan
NRP 0111144000098

Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Darminto, M.Sc

Departemen Fisika
Fakultas Sains
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2019



TUGAS AKHIR - SF 184801

**PENINGKATAN KONDUKTIVITAS LISTRIK LiFePO_4
SEBAGAI MATERIAL BATERAI DENGAN CAMPURAN
GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI TEMPURUNG
KELAPA TUA**

**Firsta Agung Setyawan
NRP 0111144000098**

**Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Darminto, M. Sc.**

**Departemen Fisika
Fakultas Sains
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2019**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



FINAL PROJECT - SF 184801

**ELECTRICAL CONDUCTIVITY INCREASE OF
 LiFePO_4 AS A MAIN MATERIAL OF BATTERY WITH
REDUCED GRAPHENE OXIDE MIXTURE FROM OLD
COCONUT SHELL**

**Firsta Agung Setyawan
NRP 0111144000098**

**Advisor
Prof. Dr. Darminto, M. Sc.**

**Department of Physics
Faculty of Sains
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya 2019**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LEMBAR PENGESAHAN

**PENINGKATAN KONDUKTIVITAS LISTRIK LiFePO_4
SEBAGAI MATERIAL BATERAI DENGAN CAMPURAN
GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI TEMPURUNG
KELAPA TUA**

TUGAS AKHIR

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

Oleh:

Firsta Agung Setyawan
NRP 0111144000098

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

Prof. Dr. Darminto, M. Sc
NIP. 19600303 198701 1 002



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

**PENINGKATAN KONDUKTIVITAS LISTRIK LiFePO_4
SEBAGAI MATERIAL BATERAI DENGAN CAMPURAN
GRAFENA OKSIDA TEREDUKSI DARI TEMPURUNG
KELAPA TUA**

Nama : Firsta Agung Setyawan
NRP : 0111144000098
Departemen : Fisika, Fakultas Sains-ITS
Pembimbing : Prof. Dr. Darminto, M. Sc.

Abstrak

Dalam penelitian ini, material katoda LiFePO_4 diberi pelapisan rGO bertujuan untuk mengetahui pengaruh pelapisan rGO terhadap nilai konduktivitas listrik telah dilakukan. Bahan dasar dari LiFePO_4 yaitu $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, Li_2CO_3 , dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ serta bahan dasar dari rGO yaitu arang tempurung kelapa tua. Sintesis LiFePO_4 dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel kemudian dilanjutkan dengan metode pencampuran mekanik untuk proses pelapisan LiFePO_4 oleh rGO. Dari hasil Uji XRD pada material LiFePO_4 telah terbentuk satu fasa, yakni olivine, sedangkan untuk sampel karbon telah terbentuk fasa rGO dengan komposisi unsur karbon dan oksigen sebagai unsur utamanya. Selanjutnya, pengujian morfologi menggunakan SEM telah menunjukkan terdapat campuran $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$, dimana partikel kecil olivine terlihat berada diatas lapisan rGO. Dalam proses pencampuran dilakukan variasi perbandingan massa antara LiFePO_4 dan rGO, yakni 85%:15% dan 70%:30% secara berurutan. Nilai konduktivitas tertinggi didapat pada perbandingan massa LiFePO_4 dan rGO sebesar 70%:30% dengan nilai $784 \times 10^{-7} \text{ S/m}$.

Kata kunci: Konduktivitas Listrik, LiFePO_4 , metode sol-gel, pelapisan rGO.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

Electrical Conductivity Increase of LiFePO₄ as a Main Material of Battery with Reduced Graphene Oxide Mixture From Old Coconut Shell

Name : Firsta Agung Setyawan
NRP : 01111440000098
Department : Physics, FIA-ITS
Advisor : Prof. Dr. Darminto, M. Sc.

Abstract

In this project, the cathode material of LiFePO₄ mixed with rGO layer, which is meant to increase electrical conductivity has been conducted. The main material of LiFePO₄ consists of FeCl₂.4H₂O, Li₂CO₃ and NH₄H₂PO₄ and the basic material of rGO powder which is made of old coconut shell. The LiFePO₄ synthesis have been done using the sol-gel method and continued with mechanical mixture for layering proses of rGO with LiFePO₄. From the XRD characterization, LiFePO₄ phase has been formed to be a single phase of olivine, while for the carbon sample the rGO phase has been formed and contains carbon and oxygen as the main elements. Further, the morphological examination using SEM has demonstrated the mixture of LiFePO₄/rGO, where the smaller rounded olivine looks to be on the rGO plate. In this mixture process the comparison and variation of LiFePO₄ mass and rGO are 85% 15% and 70%:30% orderly. The highest conductivity obtained to be 784×10^{-7} S/m for the mixture of LiFePO₄ : rGO = 70%:30%.

Key word: *conductivity value, LiFePO₄, sol-gel method, rGO layering.*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan “Alhamdulillah Robbil 'Alamin”, segala puji dan syukur penulis kepada Allah SWT atas segala karunia, rahmat, dan petunjuk-Nya sehingga berhasil menyelesaikan laporan Tugas Akhir (TA) ini dengan baik dan tanpa suatu kendala apapun. Sholawat serta salam tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW yang telah menuntun kami dari kebodohan menuju cahaya kebenaran.

Tugas Akhir (TA) ini penulis susun untuk memenuhi persyaratan menyelesaikan pendidikan strata satu dan mendapatkan gelar sarjana (S1) di Departemen Fisika FIA ITS dengan judul :

“Peningkatan Konduktivitas Listrik LiFePO_4 sebagai Material Baterai dengan Campuran Grafena Oksida Tereduksi dari Tempurung Kelapa Tua”

Penulis persembahkan kepada masyarakat Indonesia guna berpartisipasi untuk mengembangkan ilmu pengetahuan dalam bidang sains dan teknologi.

Penulis sadar bahwa dalam menyusun laporan Tugas Akhir (TA) ini tidak akan berjalan dengan baik dan selesai tanpa adanya bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Prof. Dr. Darminto, M. Sc. selaku dosen pembimbing yang telah memberi banyak bantuan, bimbingan, wawasan, pengarahan, motivasi, dan dukungan selama proses penelitian hingga akhirnya penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Keluarga besar penulis, terutama Ibu Lut Alfiah serta adik-adik tercinta Via Ayundita Setyawati, Anggun Wulandari, Fajar Prima Setia Aji yang telah memberikan doa, motivasi,

- semangat, dan dukungan yang tiada hentinya hingga akhirnya penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
3. Drs. Gontjang Prajitno selaku dosen wali yang selalu memberikan bimbingan, arahan, dan perwalian selama masa kuliah.
 4. Dr. Yono Hadi Pramono, M.Eng dan Bapak Dr.rer.nat. Eko Minarto, M.Si selaku Ketua Departemen dan Sekretaris Departemen Fisika FIA ITS yang telah memberikan kemudahan sarana kepada penulis selama masa kuliah.
 5. Seluruh jajaran dosen dan staf karyawan di Departemen Fisika FIA ITS yang telah banyak memberikan ilmu, wawasan, pengalaman, dan bantuan selama masa kuliah.
 6. Rekan seperjuangan satu tim penelitian dan bimbingan Tugas Akhir, Syaiful, Otun, Irma, Kikur, dan Anna dari 2014 serta Erik, Maya, Farhan, Cindy, Dewi, Vera, Novita dari 2015 atas bantuan, diskusi, dan kenangan selama bersama hingga terselesaikannya Tugas Akhir ini.
 7. Ketua Tim LFP/rGO, Bapak Eka Suarso atas bantuan, diskusi, wawasan, pengarahan sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
 8. Bapak Sholih, Bapak Slamet, Mas, Mbak, dan teman-teman satu laboratorium fisika material yang telah banyak membantu, mengajari, memberi pengalaman dan kenangan kepada penulis.
 9. Teman-teman satu kontrakan imajaya cilik(KIMCIL) yang telah memberikan semangat, motivasi, dan doa sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
 10. Teman-teman Persaudaran Berox yang telah memberi pengalaman, tawa, dan kenangan yang tidak pernah terlupakan oleh penulis.
 11. Segenap teman-teman Fisika Angkatan 2014 yang telah memberikan support terbaik bagi penulis. Terima kasih atas pelajaran berharga yang membuat kami menjadi sebuah keluarga.

12. Semua pihak yang berkontribusi dan membantu dalam penyelesaian Tugas Akhir ini yang penulis yang tidak dapat sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari dalam penyusunan laporan ini masih terdapat kesalahan. Mohon kritik dan saran pembaca guna menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga laporan Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak dan penulis mengucapkan terima kasih yang sebanyak-banyaknya kepada semua pihak yang telah memberikan doa, dukungan, dan bantuan kepada penulis. Semoga segala bantuan, dukungan, dan doa yang diberikan kepada penulis dibalas dengan ganjaran yang sebesar-besarnya oleh Allah SWT. Aamiin Ya Robbal Alamiin.

Surabaya, Juni 2019

Penulis

Firsta Agung Setyawan

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
COVER	iii
HALAMAN PENGESAHAN	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR TABEL	xxi
DAFTAR LAMPIRAN	xxiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Penelitian	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Masalah.....	3
1.6 Sistematika Penulisan	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Grafena	5
2.2 Grafena Oksida Tereduksi (rGO).....	8
2.3 Eksfoliasi	12
2.4 Metode Sol-Gel	15
2.5 Lithium Ferro Phosphate(LiFePO ₄)	16

BAB III METODOLOGI	21
3.1 Alat dan Bahan	21
3.1.1 Alat	21
3.1.2 Bahan	21
3.2 Prosedur Penelitian	21
3.2.1 Preparasi Arang Tempurung Kelapa	21
3.2.2 Pembuatan Serbuk Arang rGO	22
3.2.3 Eksfoliasi rGO	22
3.2.4 Sintesis LiFePO ₄	23
3.2.5 Pelapisan LiFePO ₄ oleh rGO	23
3.3 Karakterisasi Material	23
3.3.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	23
3.3.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	24
3.3.3 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF) dan CHONS	24
3.3.4 <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	24
3.3.5 Konduktivitas Listrik	24
3.4 Diagram Alir Penelitian	26
3.4.1 Preparasi Arang Tempurung Kelapa Tua	26
3.4.2 Proses Eksfoliasi rGO	27
3.4.3 Sintesis LiFePO ₄	28
3.3.1 Pencampuran Mekanik	29
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN	31
4.1 Analisis Serbuk Tempurung Kelapa	31
4.2 Komposisi Unsur Serbuk Arang	31
4.3 Analisis Fasa (XRD)	34
4.4 Analisis Morfologi (SEM)	35
4.5 Analisis Distribusi Ukuran Partikel	37
4.6 Analisis Fasa LiFePO ₄	40
4.7 Uji Konduktivitas LiFePO ₄ /rGO	42
4.8 Analisa Morfologi LiFePO ₄ /rGO	44
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	49
5.1 Kesimpulan	49
5.2 Saran	49

DAFTAR PUSTAKA	51
LAMPIRAN	55
BIODATA	63

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 (a) Susunan Atom Karbon pada Grafena (b) Skema Ikatan.....	6
Gambar 2.2 Alotrop Karbon (a) Graphene (b) Fullerenes (c) Nanotubes dan (d) Grafit.....	7
Gambar 2.3 Proses pembuatan rGO dari Grafit.....	8
Gambar 2.4 Pola difraksi (a) rGO tempurung kelapa 400°C dan (Nugraha, 2014) (b) GO dan rGO (Fu, et al., 2013)	10
Gambar 2.5 Spektrum Grafik FTIR Serbuk Arang Tempurung Kelapa dengan Pemanasan 400°C (Nugraheni, et al., 2015)	11
Gambar 2.6 Kurva <i>Fitting</i> Spektroskopi Raman dari Arang Tempurung Kelapa (Prasetya <i>et al.</i> , 2015).....	12
Gambar 2.7 Mekanisme Eksfoliasi	14
Gambar 2.8 (a) SEM grafit (b) SEM GO (c) SEM rGO (d) TEM rGO	15
Gambar 2.9 Struktur Kristal LiFePO ₄	18
Gambar 2.10 Struktur Kristal dari (a) LiFePO ₄ dan (b) FePO ₄	18
Gambar 2.11 Proses <i>charge-discharge</i> pada LiFePO ₄	19
Gambar 3.1 Diagram Alir Pembuatan serbuk rGO Tempurung Kelapa Tua.....	26
Gambar 3.2 Flowchart Eksfoliasi rGO.....	27
Gambar 3.3 Flowchart Sintesis LiFePO ₄	28
Gambar 3.4 Flowchart Pelapisan LifePO ₄ oleh rGO	29

Gambar 4.1 Hasil uji XRF Arang Tempurung Kelapa Tua.....	32
Gambar 4.2 Pola XRD rGO Arang Tempurung Kelapa Tua.....	34
Gambar 4.3 Morfologi Arang Tempurung Kelapa Tua (kiri) perbesaran 1000X dan (kanan) perbesaran 500x	35
Gambar 4.4 Hasil SEM-EDX rGO dengan perbesaran 500x	36
Gambar 4.5 Distribusi Ukuran Partikel rGO dari Tempurung Kelapa Tua dengan Varias Perbandingan Mol pada Temperatur 400°C	38
Gambar 4.6 Pola Difraksi XRD LFP setelah Kalsinasi 750°C	41
Gambar 4.7 (a) Sem pada perbandingan $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ 70%:30%. (b) Sem pada perbandingan $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ 85%:15%. (c) Sem LFP/Graphene(Chen, 2017).....	44-45
Gambar 4.8 (a) EDX pada perbandingan $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ 70%:30% (b) EDX pada perbandingan $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ 85%:15%	46

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbandingan antara berbagai jenis baterai	17
Tabel 2.2	Data struktur kristal LiFePO_4	17
Tabel 4.1	Komposisi Unsur Arang Tempurung Kelapa Tua	33
Tabel 4.2	Hasil Analisis dengan perangkat lunak <i>Rietica</i>	41
Tabel 4.3	Hasil Uji Konduktivitas $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$	43

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Hasil Uji SEM-EDX LFP/rGO	55
Lampiran 2 Hasil Konduktivitas Listrik.....	61

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Baterai litium memiliki kriteria yang dibutuhkan sebagai media penyimpanan energi untuk perangkat elektronik portabel, di antaranya memiliki kapasitas dan kepadatan energi yang besar, potensi elektrokimia yang tinggi, tahan lama dan dapat diisi ulang (*rechargeable*). Komponen baterai litium terdiri dari katoda, anoda, elektrolit dan separator. Material katoda yang telah digunakan di antaranya LiMn_2O_4 , LiCoO_2 dan LiFePO_4 . Dari beberapa material katoda tersebut, LiFePO_4 sangat menjanjikan sebagai material katoda baterai litium dikarenakan memiliki kapasitas teoritis sekitar 170 mAh/g, energi spesifik 0,59 Wh/g, densitas 3,60 g/cm³, potensial 3,5 V, harga murah, tidak beracun dan ramah lingkungan (Wu, Ren, and Li 2011).

Pengembangan karakteristik LiFePO_4 terus dilakukan karena memiliki konduktivitas listrik yang rendah sekitar 10^{-9} - 10^{-10} S/cm dan laju difusi yang lambat 10^{-12} - 10^{-14} cm²/s. Adapun langkah-langkah yang dapat dilakukan untuk mengatasi kekurangan dari LiFePO_4 yaitu dengan mereduksi ukuran partikel sehingga jarak lintasan difusi ion litium menjadi pendek. LiFePO_4 dengan berukuran nanometer dapat meningkatkan kinerja elektrokimia (Satyavani, Srinivas Kumar, and Subba Rao 2016).

Metode yang bisa digunakan dalam sintesis LiFePO_4 di antaranya yaitu metode *solid state reaction*, hidrotermal, sol-gel, kopresipitasi, solvotermal, *microwave processing* dan karbotermal. Pemilihan metode yang akan digunakan dapat dilihat berdasarkan biaya pembuatan, tingkat kesulitan dan keamanan, limbah yang dihasilkan dan karakteristik hasil yang didapatkan. Metode sol-gel paling banyak digunakan karena memiliki banyak keuntungan, yakni dapat mengontrol morfologi dan ukuran partikel sehingga menghasilkan partikel yang homogen dan kemurnian fasa yang tinggi. Selain itu metode ini juga menggunakan temperatur yang relatif lebih rendah dibandingkan

dengan metode serbuk keramik tradisional dan dapat mengontrol struktur dan ukuran dari material yang berskala nanometer dimulai dari awal sintesis(Jugović and Uskoković 2009). Parameter reaksi seperti temperatur, waktu, pH, pelarut, prekursor, konsentrasi dan lain-lain merupakan faktor penting dalam pembentukan dan morfologi (ukuran partikel, bentuk, ukuran pori, porositas) dari serbuk yang didapatkan(Satyavani, Srinivas Kumar, and Subba Rao 2016).

Grafena memiliki banyak sifat yang diinginkan dan aplikasi yang menajjikan. Jangkauan panjang dari konjugasi π pada grafena menghasilkan sifat fisik dan kimia yang luar biasa seperti salah satunya konduktivitas listrik yang baik (10^7 m^{-1}). Dengan sifat ini, menjadikan grafena sebagai basis ideal untuk berbagai aplikasi, yaitu perangkat listrik, biosensor, transistor, superkapasitor, *organic light emitting diodes* (OLEDs), baterai sekunder lithium, *photodetectors*, dan *fuel cells* (Yadav and Dixit, 2017).

Reduced Graphene Oxide (rGO) merupakan salah satu turunan dari grafena. rGO didapat dari hasil pengurangan atom-atom oksigen dan hydrogen dari GO. Dikarenakan rGO memiliki sifat yang mirip dengan grafena, oleh sebab itu rGO dapat bertindak sebagai pengganti grafena (Atkins, 2005). Penelitian sebelumnya telah melakukan pelapisan rGO pada LiFePO_4 dengan variasi massa 67% LiFePO_4 dan 33% rGO dapat meningkatkan konduktivitas LiFePO_4 yang semula berorde $10^{-8} \text{ S cm}^{-1}$ menjadi orde $10^{-4} \text{ S cm}^{-1}$. Maka dapat diambil hipotesa bahwa pelapisan rGO pada LiFePO_4 dapat meningkatkan konduktivitas serta pelapisan rGO telah terbentuk sempurna dengan metode pencampuran mekanik(Laila, 2018).

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan yang akan dibahas pada penelitian ini yaitu bagaimana pengaruh dari pelapisan grafena oksida tereduksi (rGO) terhadap morfologi dan nilai konduktivitas listrik pada material katoda LiFePO_4 .

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian tugas akhir ini antara lain adalah:

1. Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini adalah rGO dari tempurung kelapa tua yang telah dibakar dan difurnace pada temperature 400°C selama 5 jam dan bahan dasar dari LiFePO₄ menggunakan bahan sintesis dengan Fe bersumber dari FeCl₂.4H₂O, Li bersumber dari Li₂CO₃ serta PO₄ bersumber dari NH₄H₂PO₄.
2. Perbandingan LiFePO₄ : rGO yang digunakan yakni 85%:15% dan 70%:30%.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh dari pelapisan grafena oksida tereduksi (rGO) terhadap morfologi dan nilai konduktivitas listrik pada material katoda LiFePO₄.

1.5 Manfaat penelitian

Adapun manfaat yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- 1.Data hasil penelitian akan memberikan informasi tentang potensi penggunaan tempurung kelapa tua yang mampu membentuk rGO dan diaplikasikan pada baterai LiFePO₄ sehingga bermanfaat dalam pengembangan baterai LiFePO₄ kedepannya.
- 2.Dapat digunakan sebagai referensi untuk penelitian selanjutnya terkait pengembangan baterai LiFePO₄ sehingga menghasilkan penelitian yang intensif.
- 3.Diharapkan mampu menghasilkan baterai Li-ion atau LiFePO₄ dengan efisiensi tinggi yang dapat dimanfaatkan

dalam berbagai aplikasi lebih lanjut sebagai bahan peralatan listrik ramah lingkungan.

1.6 Sistematika Penulisan

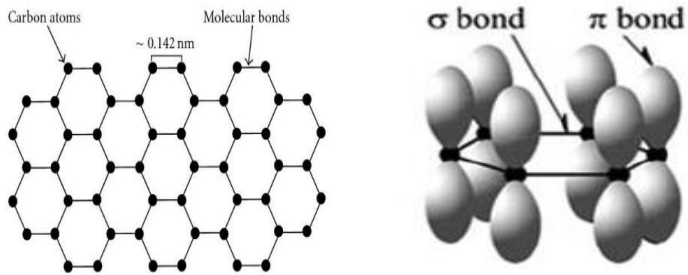
Penulisan Tugas Akhir (TA) ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian ini. Bab I pendahuluan yang memuat latar belakang, perumusan masalah, batasan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, dan sistematika penulisan. Bab II tinjauan pustaka berisi tentang dasar-dasar teori yang digunakan sebagai acuan dari penelitian. Bab III metodologi penelitian yang berisi prosedur kerja yang digunakan dalam penelitian. Bab IV tentang hasil penelitian dan pembahasan yang didapatkan dari penelitian. Bab V tentang kesimpulan dari hasil yang didapatkan dan saran untuk penelitian lebih lanjut.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Grafena

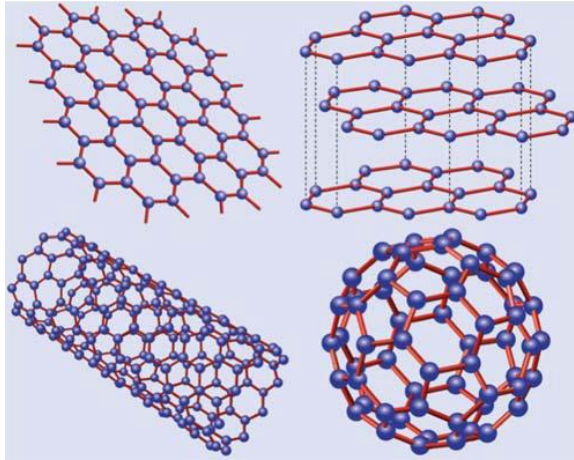
Grafena yaitu satu lapis atom karbon yang terhibridisasi sp^2 membentuk struktur heksagonal 2 dimensi dengan kisi berbentuk *honeycomb* (hexagonal) dengan keteraturan tinggi, serta memiliki jarak antar karbon sebesar 0.142 nm (Pua 2016). Struktur dua dimensi menyebabkan grafena memiliki celah nol (*zero bandgap*) dan bersifat sebagai semimetal (Loryuenyong et al., 2013). Gambar 2.1 (a) menunjukkan struktur susunan atom karbon dalam grafena. Atom karbon memiliki symbol C dengan nomer atom 6 dan nomer massa 12 yang berarti dalam keadaan stabil terdiri dari 6 proton, 6 elektron, dan 6 neutron. Konfigurasi elektron $1s^2 2s^2 2p^2$ dimana elektron menempati kulit pertama dan kedua, serta pada kulit kedua menempati sub kulit s dan p. Keempat elektron pada kulit kedua di dalam atom karbon tersedia untuk ikatan kimia. Ikatan pada grafena menunjukkan adanya tiga ikatan σ antar atom karbon dan ikatan π antar bidang (Choi et al. 2010). Ikatan ini ditunjukkan oleh gambar 2.1 (b). Orbital π ini saling tumpang tindih dan saling simetris berbentuk kerucut. *Bonding* dan *anti-bonding* pada orbital π ini yang menentukan sifat elektronik grafena. Struktur unik ini memungkinkan grafena memiliki banyak sifat unggul dan sangat aplikatif untuk material lain (CHEE 2015). Ikatan π yang terjadi antar bidang disebabkan oleh orbital $2p_z$ memiliki energi ikat yang rendah sehingga mudah untuk putus ketika dalam proses pembuatan Grafena Oksida (GO) atau Grafena Oksida Tereduksi (rGO) (Warner 2013).



Gambar 2.1 (a) Susunan Atom Karbon pada Grafena(Pua 2016) (b) Skema Ikatan (Choi et al. 2010)

Selain grafena, karbon memiliki beberapa alotrop yang ditunjukkan oleh gambar 2.2. Perbedaan struktur fisik dari karbon yang membuatnya memiliki berbagai nama alotrop yaitu *graphene*, *graphite*, *fullerenes*, dan *carbon nanotubes* (Geim and Novoselov 2007). Grafena (2D) memiliki peran penting karena menjadi dasar untuk memahami sifat elektronik untuk alotrop karbon yang lain. *Fullerenes* (0D) adalah molekul dimana atom karbon disusun dengan cara melipat lembar grafena atau dapat dikatakan terbentuk dari grafena dengan pengenalan pentagon pada kisi heksagonal, sehingga jika ditinjau dari sudut pandang fisik merupakan benda *zero dimensional* dengan keadaan energi diskrit. *Carbon nanotubes* (1D) dimana atom karbon yang disusun dengan menggulung grafena dan menghubungkan kembali ikatan karbonnya sehingga membentuk silinder. Grafit merupakan alotrop

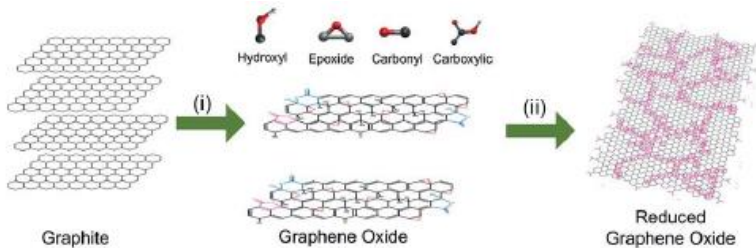
karbon tiga dimensi yang terbuat dari tumpukan lapisan grafena yang diikat oleh ikatan Van der Waals(Castro Neto et al. 2009).



Gambar 2.2 Alotrop Karbon (a) *Graphene*, (b) *Fullerenes*, (c) *Nanotubes*, dan (d) *Grafit*
(Castro Neto et al. 2009)

Grafena memiliki tiga turunan yaitu grafit, grafena oksida (GO), dan grafena oksida tereduksi (rGO). Grafit adalah kumpulan lapisan grafena yang bertumpuk dimana antar lapisannya diikat oleh ikatan *Van Der Waals*. Grafena oksida (GO) merupakan hasil oksidasi grafit dimana terjadi penambahan jumlah atom oksigen yang terikat serta mereduksi beberapa ikatan *Van Der Waals*. Grafena Oksida Tereduksi (rGO) terbentuk dari grafena oksida yang mengalami reduksi atom-atom oksigen dan hydrogen. rGO memiliki sifat yang mirip grafena, oleh karena itu dapat dijadikan sebagai pengganti grafena(Atkins, 2005). Saat ini terdapat banyak reagen yang digunakan sebagai reduksi seperti *sodium hidride*, hidrogen, sulfid, *hidrazine hidrate*, NaBH_4 , *dimethylhydrazine*, *hydroquinone* dan H_2SO_4 . Proses reduksi oksida grafena dengan *hidrazine* murni dalam fase larutan dapat menghasilkan grafena oksida tereduksi (rGO) dengan sedikit unsur oksigen dan

hidrogen(Feng et al. 2013). Proses pembuatan rGO dari grafit dijelaskan oleh Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Proses Pembuatan rGO dari Grafit
(Parvez, 2014)

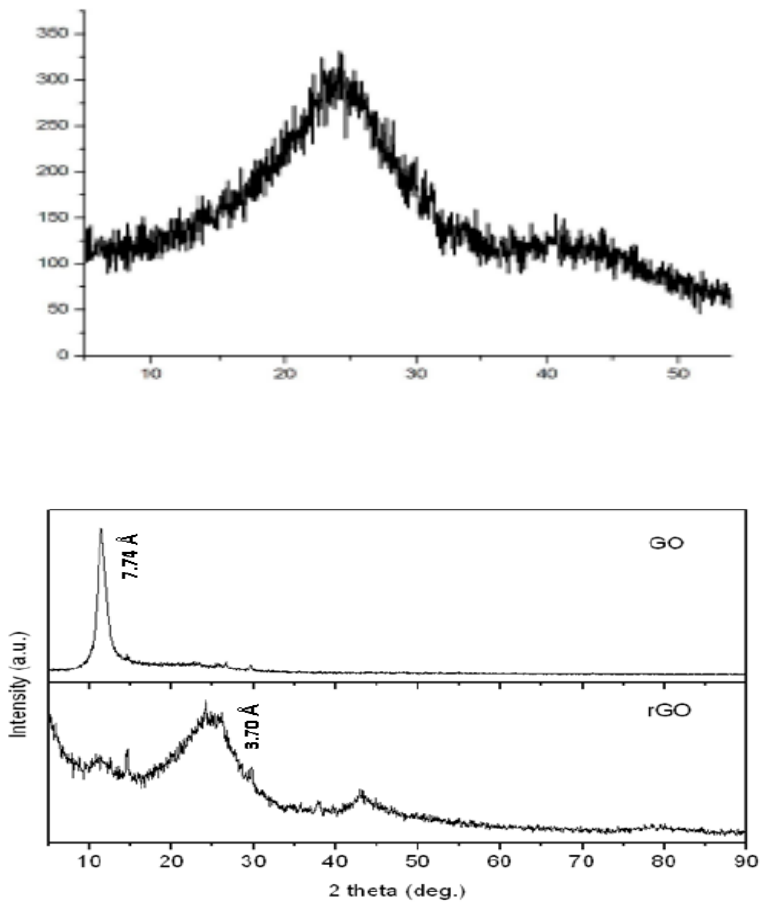
Grafena memiliki banyak sifat yang unggul dan aplikatif untuk material lain. Grafena menghasilkan sifat fisik dan kimia yang luar biasa seperti, konduktivitas listrik yang baik, konduktivitas termal yang tinggi, bersifat superparamagnetic, serta memiliki kekuatan mekanik yang baik(Geim and Novoselov, 2015). Selain itu, grafena memiliki transparansi yang besar, satu lapis grafena hanya mampu menyerap 2.3% cahaya dan memiliki transparansi sebesar 97.7%. Sifat fisik dan kimia unik yang dimiliki oleh grafena menjadikannya sebagai basis ideal untuk berbagai aplikasi, yaitu perangkat listrik, biosensor, transistor, superkapasitor, *organic light emitting diodes* (OLEDs), baterai sekunder lithium, *photodetectors*, dan *fuel cells* (Yadav and Dixit, 2017).

2.2 Grafena Oksida Tereduksi dari Tempurung Kelapa Tua

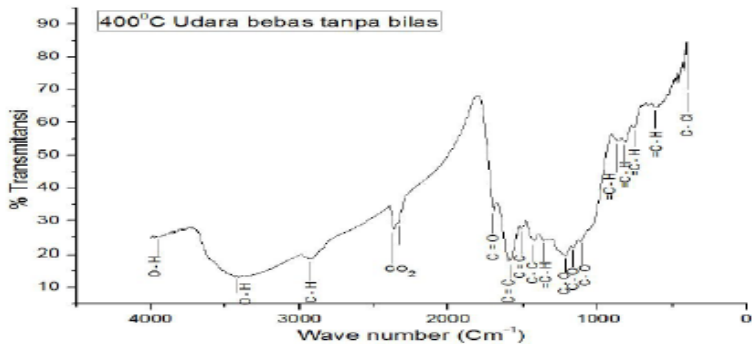
Beberapa penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa tempurung kelapa tua bisa digunakan sebagai bahan dasar pembuatan grafena oksida tereduksi(rGO). Pola difraksi dari arang tempurung kelapa yang dipanaskan pada suhu 400°C selama 5 jam pada Gambar 2.4 (a) memiliki posisi puncak yang sama dengan grafena oksida tereduksi yaitu disekitar sudut 24° dan 43° (Nugraha, 2014). Hasil ini sesuai dengan penelitian lainnya yang ditunjukkan pada Gambar 2.4 (b), bahwa terdapat 2 posisi puncak

(20) pola difraksi yang berada pada sudut disekitar 24° dengan indeks Miller (002) dan 43° dengan indek Miller (100) Fu et al. (2013). Puncak karakteristik (002) pada $26,58^\circ$ hilang setelah oksidasi, sementara puncak tambahan pada $11,42^\circ$ teramati sesuai dengan puncak difraksi (001) pada grafena oksida (GO). Selain itu *d-spacing* GO meningkat menjadi 1,31 lipatan lebih besar daripada grafit yaitu menjadi 0,774 nm. Meningkatnya jarak interlayer GO disebabkan oleh meningkatnya gugus fungsional yang mengandung oksigen, dimana hal ini mengindikasikan bahwa grafit telah mengalami oksidasi. Namun, gugus fungsional yang mengandung oksigen dari GO tidak sepenuhnya tereduksi. Puncak difraksi kecil grafit oksida (001) pada suhu sekitar 14° masih berada dalam pola rGO, disamping puncak difraksi (002) grafit sekitar 24° . Perluasan dan pergeseran puncak difraksi karakteristik grafit dari $26,58^\circ$ sampai 24° disebabkan oleh tatanan jarak pendek yang bertumpukan. Jarak interlayer rGO adalah 0,37 nm, sedikit lebih besar dari pada grafit, yang dihasilkan dari sejumlah kecil kelompok fungsional yang mengandung oksigen residu atau cacat struktural lainnya (Fu et al. 2013).

Berdasarkan penelitian Nasrullah, 2014, pada pemanasan suhu 400°C terjadi pemutusan ikatan C-O dan C-H sehingga akan menghasilkan ikatan utama grafena yaitu C=C dan C-C dengan ikatan C-O dan C-H. Berdasarkan hasil spektrum FTIR seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.5, terdapat beberapa ikatan molekul yang mengindikasikan adanya fasa rGO pada suhu rendah, yaitu ikatan C=C dan C-C yang merupakan ikatan molekul utama grafena, serta ketidakmurnian seperti ikatan C-H, C-O, C=O dan O-H (Nugraheni *et al.*, 2015). Puncak-puncak yang mengindikasikan munculnya grafena oksida tereduksi antara lain adanya ikatan C=O pada bilangan gelombang 1726 cm^{-1} , ikatan C-O pada bilangan gelombang 1056 cm^{-1} , ikatan O-H pada bilangan gelombang 3400 cm^{-1} , serta ikatan C=C pada bilangan gelombang 1618 cm^{-1} (Konios et al. 2014).



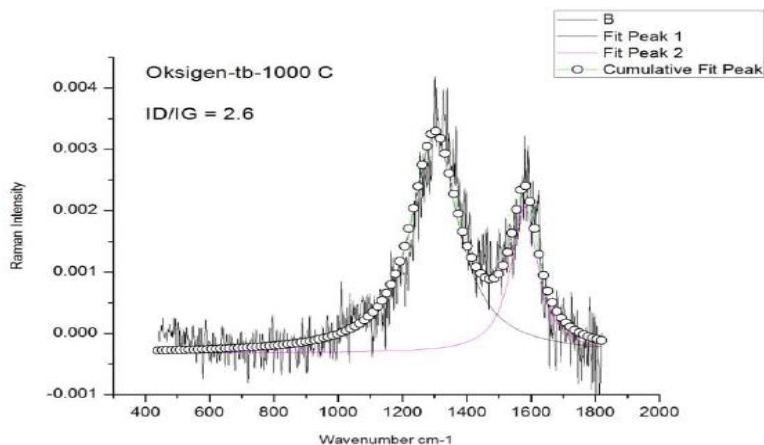
Gambar 2.4 Pola Difraksi (atas) Arang Tempurung Kelapa Tua dengan Pemanasan selama 5 jam pada suhu 400°C (Nugraha. 2014) (bawah) Penelitian dengan Metode Hummer (Fu et al. 2013)



Gambar 2.5 Spektrum FTIR Arang Tempurung Kelapa Tua dengan Pemanasan selama 5 jam pada suhu 400°C (Nugraheni et al. 2015)

Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Nasrullah(2014) grafena termasuk kategori material semikonduktor dengan energi gap yang mendekati nol berkisar antara 0.07-0.67 eV dimana pita konduksi dan pita valensinya tidak tumpang tindih melainkan menyentuh pada fermi level. Karakterisasi dengan menggunakan Spektroskopi Raman menunjukkan bahwa terdapat grafik di kisaran bilangan gelombang 400 cm^{-1} sampai 1850 cm^{-1} seperti pada Gambar 2.6. Berdasarkan grafik tersebut, sampel menghasilkan puncak pada bilangan gelombang 1300 cm^{-1} yang disebut band D (defect) yang disebabkan oleh defek kristal serta puncak di sekitar 1590 cm^{-1} disebut pita G atau ikatan grafit (Prasetya et al. 2015). Puncak yang menunjukkan adanya cacat/defek diakibatkan oleh gangguan pada ikatan sp^2 yaitu kekosongan, struktur *wrinkle*, heptagon dan pentagon ring, dan juga adanya gugus fungsional lain seperti O dan H. Sedangkan puncak *graphitic* muncul karena adanya pergerakan peregangan dari ikatan sp^2 pada atom karbon (Kurniasari, 2017). Berdasarkan

hasil uji tersebut, diperoleh rasio I_D/I_G sekitar 2,5. Semakin besar rasio I_D/I_G menunjukkan defek yang lebih besar, yang menandakan kristal tersebut tidak sempurna. Nilai yang ditunjukkan menyatakan bahwa arang tempurung kelapa tua mengandung grafena oksida tereduksi (rGO) dengan tingkat cacat rendah dari rasio I_D / I_G (Prasetya et al. 2015).



Gambar 2.6 Kurva *Fitting* Spektroskopi Raman dari Arang Tempurung Kelapa (Prasetya et al. 2015)

2.3 Proses Eksfoliasi

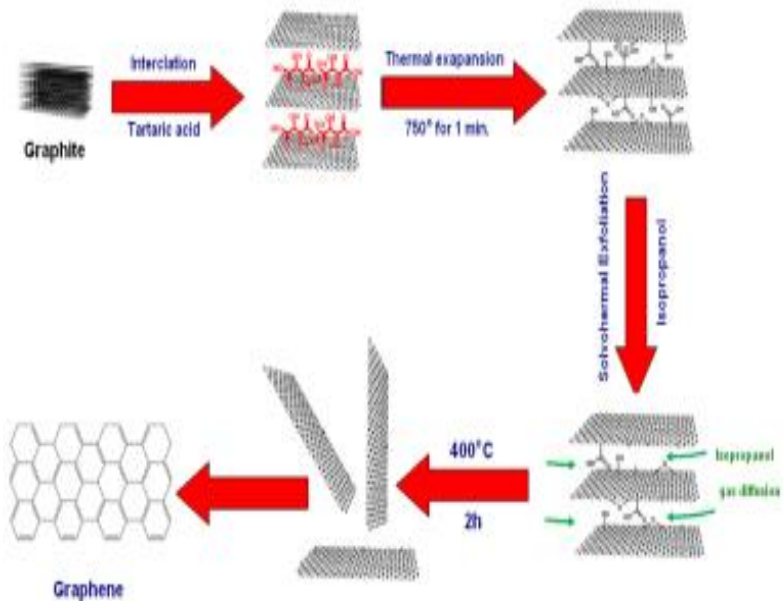
Grafena dapat dibentuk melalui dua pendekatan yang berbeda, yaitu grafena yang terlepas dari grafit melalui proses pengelupasan (eksfoliasi) dan lapisan grafena yang dapat tumbuh secara langsung pada permukaan substrat (Krane, 2011). Permasalahan yang dihadapi untuk menghasilkan grafena yaitu mendapatkan ketebalan lapisan grafena yang cukup dan lapisan grafena sangat sulit terdistribusi secara homogen (Nugraheni, 2017). Upaya yang dilakukan oleh Brodie pada tahun 1859 untuk menghasilkan *single-layer graphene* yaitu melalui proses eksfoliasi. Proses

eksfoliasi dilakukan dengan melemahkan gaya Van der Waals yang mengikat antar lapisan grafena, yaitu dengan melebarkan jarak antar lapisan melalui reaksi oksidasi dan reaksi kimia. Selama oksidasi grafit, gugus fungsional seperti hidroksil dan epoksida dimasukkan dan terikat pada lapisan grafit, sehingga menghasilkan susunan grafit yang tidak teratur serta peningkatan *d-spacing* dari 3.4 Å menjadi 7 Å (Cai et al. 2012).

Eksfoliasi atau pengelupasan kulit dilakukan dengan memberikan energi eksternal, yaitu melalui ultrasonikasi dan perlakuan panas. Selama proses ultrasonikasi, terjadi gaya geser dan kavitasi yang bekerja pada bahan dan menginduksi proses pengelupasan. Dalam proses termal, grafit oksida dan senyawa interkalasi grafit, tekanan karena dekomposisi gugus fungsional dan interkalasi antar lapisan dapat mengatasi gaya van der Waals dan menghasilkan pengelupasan kulit. Proses eksfoliasi mekanik terhadap larutan dengan material berlapis, dapat dilakukan melalui pengadukan, pengocokan, atau ultrasonikasi. Selain itu, digunakan juga pelarut yang mudah berinteraksi dengan bahan yang akan dikelupas, mengurangi energi dari pengelupasan, dan mengurangi agregasi kembali lembaran yang terkelupas. *Intercalating agents*, surfaktan, dan fungsionalisasi kimia digunakan untuk mengurangi interaksi van der Waals dan menjaga kestabilan produk hasil yang diperoleh dalam larutan (Cai et al. 2012)

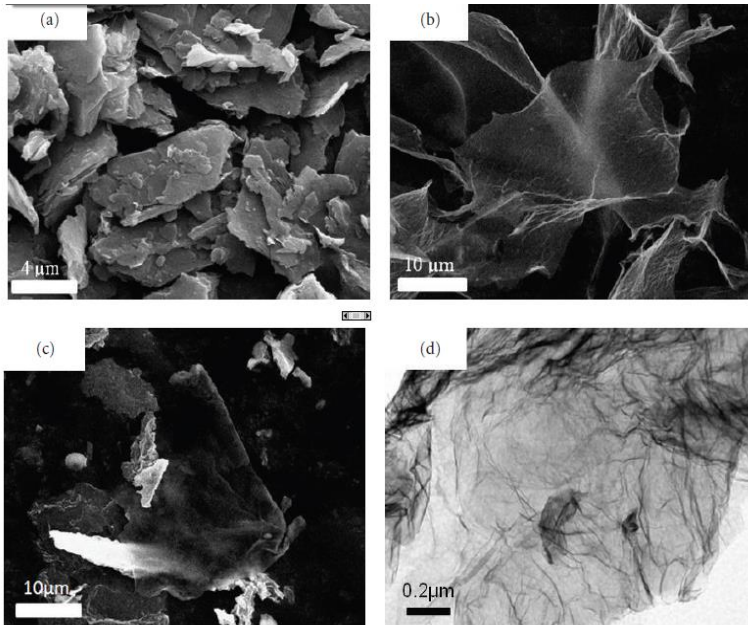
Selain melalui ultrasonikasi, teknik yang paling efektif dalam menyayat atau mengelupas lapisan rGO adalah dengan menggunakan bantuan material asam, seperti HCl maupun H₂SO₄ agar asam kuat tersebut menyisip di antara lapisan rGO. Kemudian larutan diberi perlakuan panas sebagai tambahan energy dan diaduk sehingga ikatan *Van der Walls* antar lapisan akan melemah dan mudah terlepas. Lepasnya ikatan ini disebabkan oleh ukuran asam yang cukup besar menyisip diantara lapisan-lapisan rGO, sehingga terjadi peningkatan jarak antar lapisan (Putra, 2017).

Satu lapisan grafena dapat diperoleh dari hasil pencampuran asam tartarat 1 M yang bertujuan untuk menyisipkan molekul ke antar lapisan grafena dan dilanjutkan dengan proses sonifikasi selama 30 menit supaya ikatan Van Der Waals melemah. Selanjutnya dipanaskan dengan suhu 750°C selama 60 detik, sehingga akan terjadi pelebaran jarak antar lapisan dan ditambahkan larutan isopropanol selama pemberian perlakuan *solvothermal* untuk menghilangkan asam tartarat (Al-Hazmi et al. 2015). Mekanisme terjadinya proses eksfoliasi ditunjukkan oleh Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Mekanisme Eksfoliasi
(Al-Hazmi et al. 2015)

Berdasarkan penelitian Loryuenyong (2013), setelah dilakukan proses eksfoliasi menggunakan asam kuat dan ultrasonikasi, lembar grafena oksida menjadi lebih kecil dan transparan. Lembarannya sangat tipis sehingga berkas electron dapat dilewatkan melalui sampel. Hal ini ditunjukkan oleh hasil SEM dan TEM pada Gambar 2.8. Grafena oksida tereduksi yang terbentuk menunjukkan struktur keriput khas yang menyebabkan lembaran terlipat.



Gambar 2.8 (a) SEM grafit (b) SEM GO (c) SEM rGO (d) TEM RGO (Loryuenyong et al. 2013)

2.4 Metode Sol Gel

Lithium Ferro Phosphate (LiFePO_4) merupakan mineral triphylite yang banyak terdapat di alam, tetapi memiliki pengotor (*impurity*) yang dapat memperburuk kinerja elektrokimianya, sehingga sintesis LiFePO_4 merupakan salah satu cara yang dapat

dilakukan untuk mendapatkan material yang lebih baik(Wu, Ren, and Li 2011). Adapun LiFePO_4 dapat disintesis dengan beberapa metode, diantaranya metode berbasis larutan yaitu metode sol-gel.

Metode Sol-gel merupakan metode dengan pendekatan kimia basah yang digunakan untuk pembuatan oksida logam atau komposisi tertentu lainnya dengan temperatur rendah. Metode sol-gel terdiri dari beberapa tahapan, dimulai pada pembentukan sol, yaitu suspensi koloid dari partikel padat dalam pelarut dan pembentukan gel, yaitu jaringan yang kaku dengan dimensi pori-pori submikrometer dan rantai polimer yang panjang rata-rata lebih besar dari mikrometer. Koloid adalah partikel padat dengan diameter 1-100 nm(Zhang et al. 2012; Jugović and Uskoković 2009).

Sintesis material menggunakan metode sol-gel memberikan beberapa keuntungan, di antaranya dapat mengontrol morfologi dan ukuran partikel sehingga menghasilkan partikel yang homogen dan kemurnian fasa yang tinggi. Selain itu metode ini juga menggunakan temperatur yang relatif lebih rendah dibandingkan dengan metode serbuk keramik tradisional dan dapat mengontrol struktur dan ukuran dari material yang berskala nanometer dimulai dari awal sintesis(Jugović and Uskoković 2009). Parameter reaksi seperti temperatur, waktu, pH, pelarut, prekursor, konsentrasi dan lain-lain merupakan faktor penting dalam pembentukan dan morfologi (ukuran partikel, bentuk, ukuran pori, porositas) dari serbuk yang didapatkan(Satyavani, Srinivas Kumar, and Subba Rao 2016).

2.5 Lithium Ferro Phosphate(LiFePO_4)

Lithium Ferro Phosphate (LiFePO_4) merupakan salah satu material katoda baterai litium yang murah, aman dan sangat menjanjikan untuk diaplikasikan pada motor listrik, *Hybrid Electric Vehicles* (HEV) dan alat-alat listrik dari berbagai aplikasi(Lee et al. 2010). Kelebihan LiFePO_4 di antaranya murah, ramah lingkungan, memiliki kapasitas teoritis yang tinggi sekitar 170 mAh/g, tegangan *charge/discharge* sekitar 3,4 V vs Li,

stabilitas termal yang baik, *lifecycle* yang panjang, densitas $3,6 \text{ g/cm}^3$, energi spesifik $0,59 \text{ Wh/g}$ dan stabil pada kondisi *overcharge* (Wu, Ren, and Li 2011). Adapun perbedaan dari berbagai jenis baterai dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Perbandingan antara berbagai jenis baterai.

Katoda	Li-ion	Pb-Acid	Ni-Cd	Ni-MH
<i>Lifetime/cycle</i>	500~1000	200~50	500	500
<i>Working potensial/V</i>	3,6	0	1,2	1,2
<i>Specific energy/Wh kg-1</i>	100	1,0	60	70
<i>Specific energy/Wh L-1</i>	240	30 100	155	190

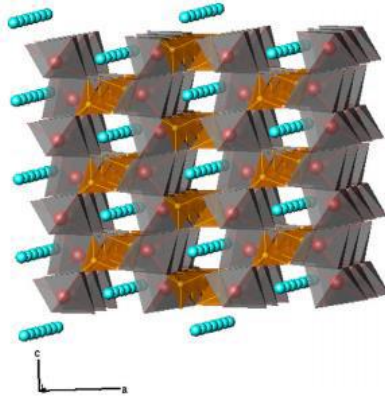
Sumber: (Wu, Ren, and Li 2011)

Tabel 2.2 Data struktur kristal LiFePO_4

Nama material	LiFePO_4
Struktur	Olivine
Parameter kisi (μm)	$a=0,6008$; $b=1,0334$; $c=0,4693$
Sistem kristal	Ortorombik
Grup ruang/ <i>space group</i>	$P n m a$

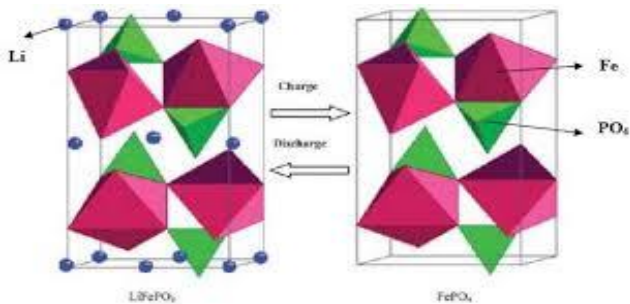
Sumber: (Hsu et al. 2009)

Material LiFePO_4 olivine memiliki susunan kristal orthorhombic dengan space group $Pnma$ yang terdiri dari kerangka oksigen dalam bidang hexagonal-closed-packed (HCP) dimana Li dan Fe pada situs octahedral dan P pada situs tetrahedral. Atom besi berada ditengah-tengah enam atom oksigen yang membentuk struktur octahedron FeO_6 berada di bidang $b \text{ c} <1 \ 1 \ 0>$ dan rantai linier LiO_6 oktahedral yang paralel terhadap sumbu- $b <0 \ 1 \ 0>$ yang terhubung Bersama dengan PO_4 tetrahedral yang membentuk struktur tiga dimensi yang stabil (Zaghib, 2015).



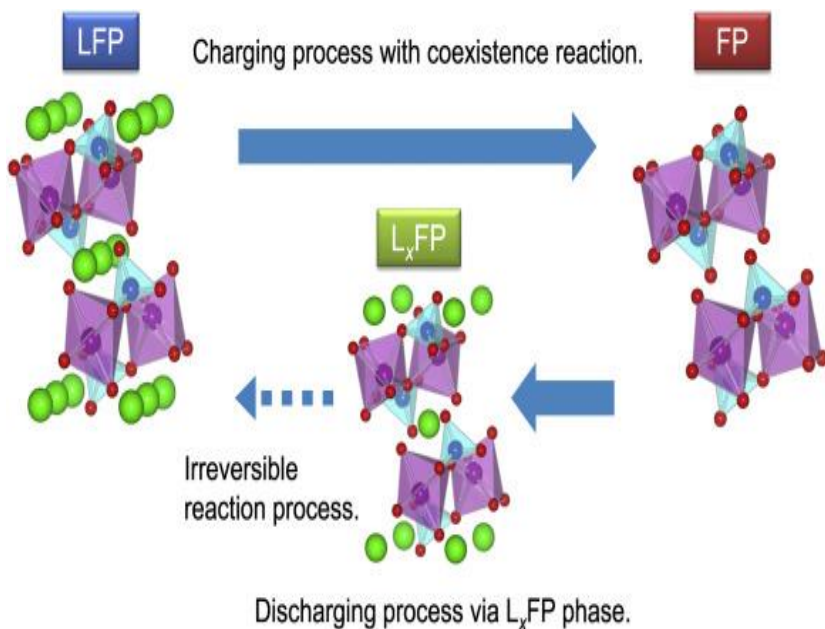
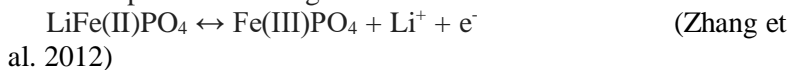
Gambar 2.9 Struktur Kristal LiFePO_4 (Jugović and Uskoković 2009)

Pada suatu penelitian menunjukkan bahwa LiFePO_4 dan FePO_4 hampir memiliki struktur yang sama, dapat dilihat pada gambar 2.10, keduanya termasuk pada sistem orthorhombik. Perbedaan kecil antara LiFePO_4 dan FePO_4 hanya sedikit pada perubahan volume, sehingga tidak menyebabkan kerusakan struktur kristal selama proses pengisian dan pengosongan (Satyavani 2016). Material katoda LiFePO_4 dengan struktur olivine yang unik dapat menjamin stabilitas yang prima, oleh karena itu umurnya jauh lebih lama.



Gambar 2.10 Struktur Kristal dari (a) LiFePO_4 dan (b) FePO_4

Hambatan dari LiFePO_4 untuk mencapai kapasitas teoritis adalah konduktivitas listrik ($10^{-9} \text{ S cm}^{-1}$) dan difusivitas ion Li^+ ($10^{-14} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$) yang rendah. Fosfat dari kristal LiFePO_4 berfungsi untuk menstabilkan keseluruhan kerangka, memberikan stabilitas thermal yang baik. Selama proses *charge-discharge*, ion lithium masuk/keluar dalam LiFePO_4 sedangkan ion Fe direduksi/dioksidasi. Proses ini bersifat *reversible*. Adapun reaksi yang terjadi selama proses pemuatan dan pelepasan dari baterai lithium dapat dilihat sebagai berikut.



Gambar 2.11 Proses *charge-discharge* pada LiFePO_4
(Takahashi et al. 2016)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain saringan *mesh* 200, *furnace*, *crucible*, timbangan digital, mortar, gelas beker, gelas ukur, thermometer, corong, spatula, pipet tetes, *aluminium foil*, *plastic wrap*, *ultrasonic cleaner*, *centrifuge*, *flowmeter*, *hot plate*, *magnetic stirrer*, *boot crucible* serta peralatan karakterisasi sampel yaitu alat uji XRD (*X-Ray Diffractometer*), SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), XRF (*X-Ray Fluorescence*), CHONS (*Carbon, Hydrogen, Oxygen, Nitrogen, Sulfur*), PSA (*Particle Size Analyzer*).

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu tempurung kelapa tua, senyawa $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Merk), $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (Merck, FR Germany), Li_2CO_3 (Merck, FR Germany), HCl (Merk), Akuades, Alkohol, dan *Aluminium Foil*.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Tahap Preparasi Arang Tempurung Kelapa

Tahap pertama dari penelitian ini adalah tempurung kelapa tua dibersihkan dari serabutnya sehingga hanya tersisa bagian tempurung kelapa yang keras saja. Kemudian tempurung kelapa tersebut dibakar diatas nyala api hingga menghitam dan terbentuk arang tempurung kelapa. Pembakaran ini dilakukan untuk mengurangi kadar air, meningkatkan kadar karbon dalam arang, dan mengurangi unsur-unsur impuritas yang mudah menguap

3.2.2 Tahap Pembuatan Serbuk Arang Tempurung Kelapa

Arang hasil pembakaran kemudian dihaluskan menggunakan mortar dan diayak dengan saringan berukuran 200 mesh. Arang tersebut dijadikan serbuk agar diperoleh distribusi panas yang lebih merata dan homogen ketika dikarbonisasi.

3.2.3 Tahap Eksfoliasi rGO

Pada tahap ini terjadi proses eksfoliasi kimia dan mekanik. Serbuk rGO difurnace dalam suhu 400°C selama 5 jam untuk mengurangi kadar air dan oksigen. Langkah selanjutnya, eksfoliasi dimulai dengan proses pengadukan serbuk rGO dengan perbandingan variasi mol antara serbuk rGO dengan larutan HCl yaitu 1:1, 1:5, dan 1:10 dari hasil penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Islamiyah (2017). Proses pengadukan dilakukan selama 20 jam yang bertujuan untuk menghasilkan larutan yang homogen. Proses selanjutnya adalah ultrasonikasi selama 10 jam, yang bertujuan untuk menyayat lembaran rGO yang masih bertumpuk hingga menghasilkan lembaran rGO. Langkah terakhir, sebagian sampel diproses kembali dengan *centrifigute* dan bagian lainnya dikeringkan dengan menggunakan *hot plate* hingga menjadi serbuk. Proses *centrifigute* dilakukan selama 40 menit dengan menggunakan kecepatan putar 3500 rpm yang bertujuan untuk memisahkan koloid dengan pelarutnya. Hasil yang didapatkan dikeringkan dengan metode *hot drying* menggunakan *hot plate* hingga menjadi serbuk.

3.2.4 Tahap Sintesis LiFePO₄ dengan Metode Sol-Gel

Pada proses pembuatan katoda LiFePO₄, senyawa FeCl₂·4H₂O dilarutkan ke dalam akuades dengan cara diaduk menggunakan *stirer*, dinamakan larutan 1. Kedua, melarutkan Li₂CO₃ ke dalam HCl dengan cara yang sama, dinamakan larutan 2. Ketiga, larutan 1 dan 2 dicampur dengan cara meneteskan larutan 2 ke dalam larutan 1 sedikit demi sedikit, sambil terus diaduk dengan

menggunakan *stirer*. Campuran larutan 1 dan 2 yang sudah homogen dinamakan larutan 3. Keempat, melarutkan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ke dalam larutan akuades, dinamakan larutan 4. Langkah selanjutnya, masukkan larutan 4 ke dalam larutan 3 setetes demi setetes sambil diaduk dengan menggunakan *stirer* hingga sampai terbentuk larutan yang homogen.

PH larutan yang sudah homogen selanjutnya diatur sampai menjadi PH 7, dengan cara ditetesi oleh NH_4OH sambil terus di *stirer*. Setelah PH 7 tercapai, temperatur diatur pada suhu 80°C sampai terbentuk gel. Kemudian dikeringkan pada suhu 200°C sampai benar-benar kering. Langkah berikutnya, dilakukan kalsinasi dengan menggunakan suhu 750°C selama 10 jam. Tujuan kalsinasi adalah untuk pembentukan fasa murni suatu senyawa.

3.2.5 Tahap Pelpisan LiFePO_4 oleh rGO

Syarat agar pencampuran dapat dilakukan adalah ukuran serbuk rGO harus lebih kecil dari ukuran kristal LiFePO_4 . Proses *coating* ini menggunakan variasi perbandingan massa $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ sebesar 85%:15% dan 70%:30%. Langkah pertama, dilakukan penimbangan sesuai dengan variasi massa. Langkah selanjutnya, kedua material dicampurkan dengan menggunakan larutan alkohol dengan cara diaduk menggunakan *magnetic stirer*. Hasil pencampuran selanjutnya diultrasonik selama 1 jam dan diultrasentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan putar 3500 rpm. Langkah terakhir, mengeringkan hasil pencampuran yang telah diultrasentrifugasi.

3.3 Karakterisasi Material

3.3.1 X-Ray Diffractometer (XRD)

Uji XRD bertujuan untuk mengetahui fasa yang terkandung dalam material. Dalam penelitian ini, pengujian XRD dilakukan pada sampel serbuk arang tempurung kelapa dan serbuk hasil sintesis LiFePO_4 . Pengujian dilakukan pada rentang sudut 0° - 60° menggunakan *Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer)* dengan radiasi $\text{Cu-K}\alpha$ 1.54060 \AA di Departemen

Teknik Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Proses identifikasi fasa dilakukan dengan pencocokan data pola difraksi menggunakan *software* Match!.

3.3.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Uji SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui mikrostruktur, bentuk morfologi, ukuran ketebalan material, serta kadar unsur dan komposisi kimia dalam suatu material. Dalam penelitian ini, pengujian SEM-EDX dilakukan pada sampel serbuk arang tempurung kelapa dan katoda hasil sintesis. Pengujian SEM-EDX dilakukan di Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

3.3.3 X-Ray Fluorescence (XRF) dan CHONS

Uji XRF dan CHONS bertujuan untuk mengetahui prosentasi kandungan yang terdapat pada serbuk arang tempurung kelapa. Pengujian CHONS dilakukan di Departemen Teknik Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh Nopember dengan menggunakan metoda analisis ASTM D 5373-2002, Balance, dan SNI 02-3776-2005. Pengujian XRF tipe PANalytical Minipal 4 dilakukan di Universitas Negeri Malang

3.3.4 Particle Size Analyzer (PSA)

Pengujian *Particle Size Analyzer* (PSA) dilakukan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel dengan menggunakan prinsip *Dynamic Light Scattering* (DLS), atau waktu korelasi dari hamburan sinar terhadap partikel. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Zat Padat Departemen Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

3.3.5 Konduktivitas Listrik

Pengujian konduktivitas listrik bertujuan untuk mengetahui nilai mobilitas pergerakan elektron dalam sebuah

medium. Pada pengujian ini digunakan metode pengukuran resistansi dari material rGO, LiFePO₄ serta pencampuran antara LiFePO₄ dengan rGO yang digunakan, dengan alat ohm meter SANWA CD772. Pengujian ini dilakukan di Labaratorium Fisika Madya ITS. Persamaan konduktivitas listrik diungkapkan dalam ekspresi berikut.

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

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

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

Keterangan:

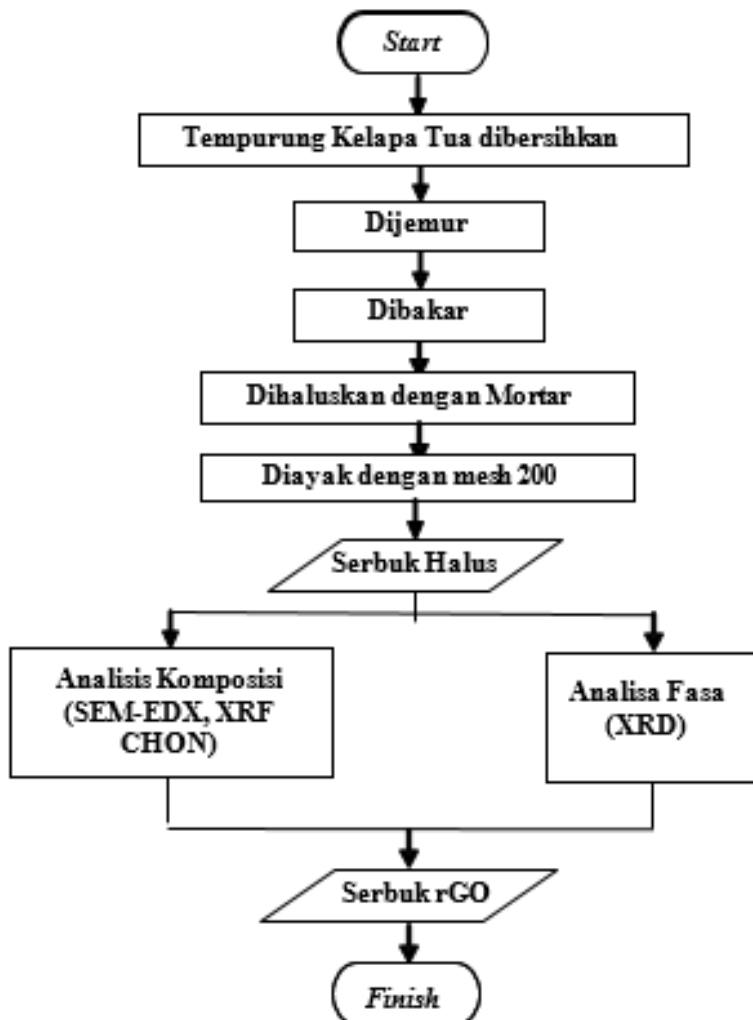
R = hambatan (Ω)

ρ = resistivitas($\Omega.m$)

σ = konduktivitas (S/m).

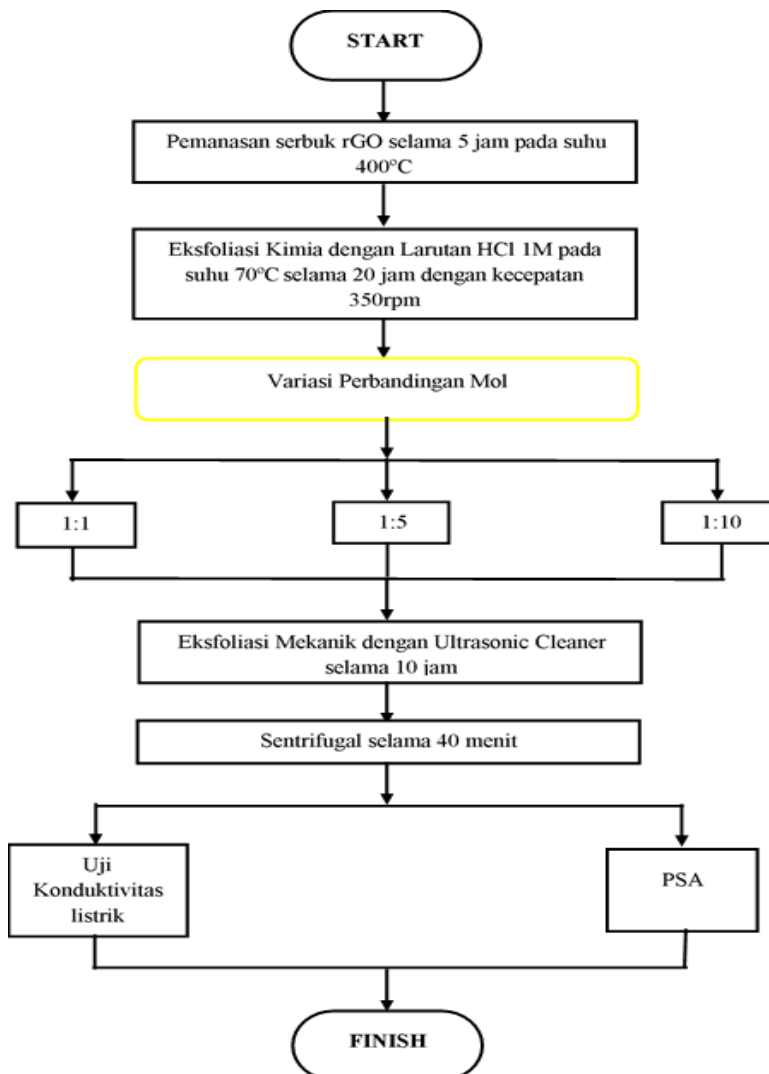
3.4 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Preparasi Arang Tempurung Kelapa Tua



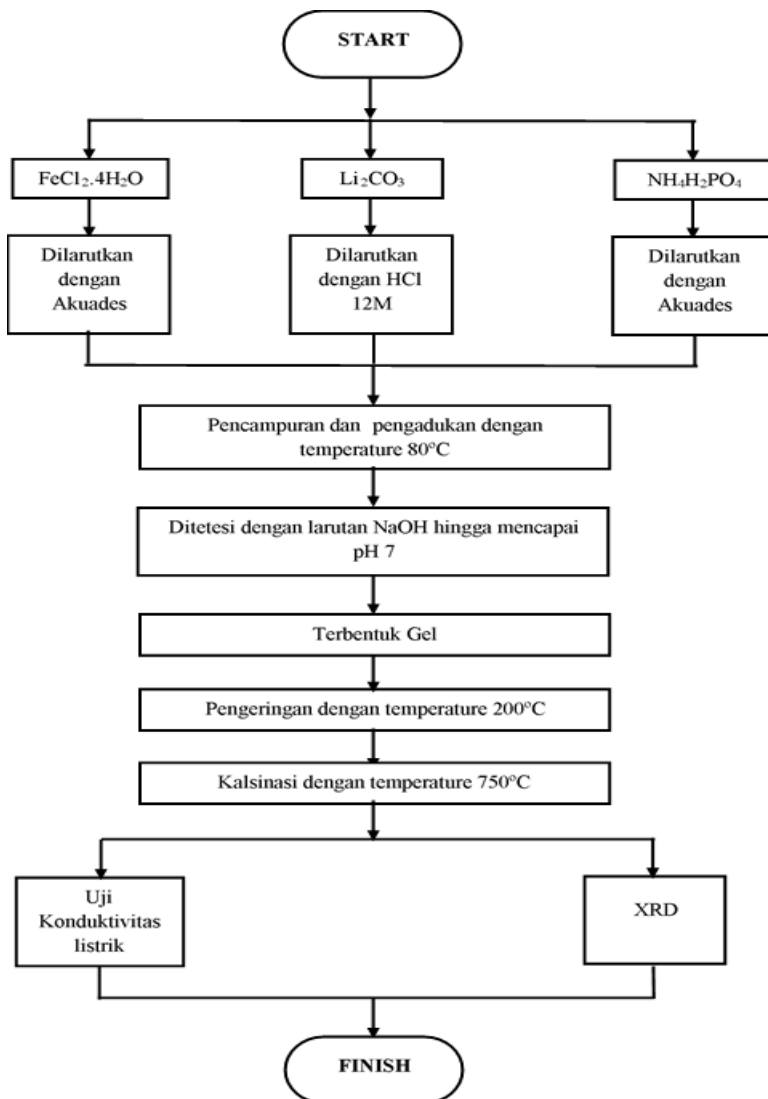
Gambar 3.1 Diagram Alir Pembuatan rGO Tempurung Kelapa Tua

3.4.2 Proses Eksfoliasi rGO



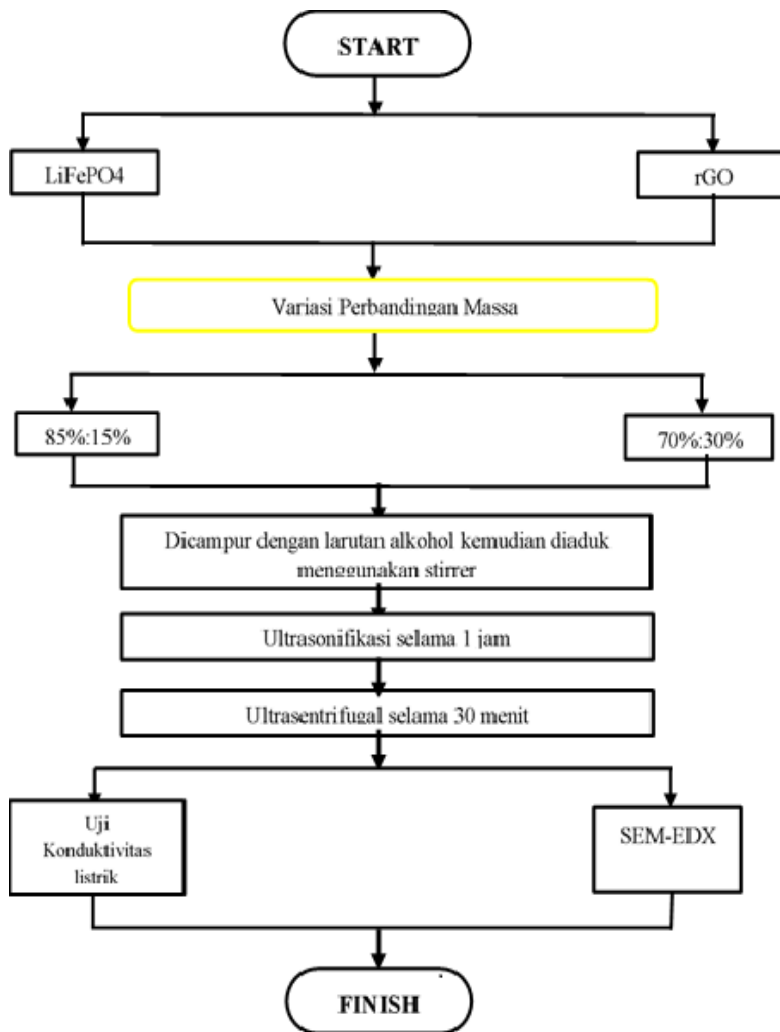
Gambar 3.2 Flowchart Eksfoliasi rGO

3.4.3 Sintesis LiFePO_4



Gambar 3.3 Flowchart Sintesis LiFePO_4

3.4.4 Pencampuran Mekanik LiFePO₄ dan rGO



Gambar 3.4 Flowchart Pelapisan LiFePO₄ oleh rGO

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

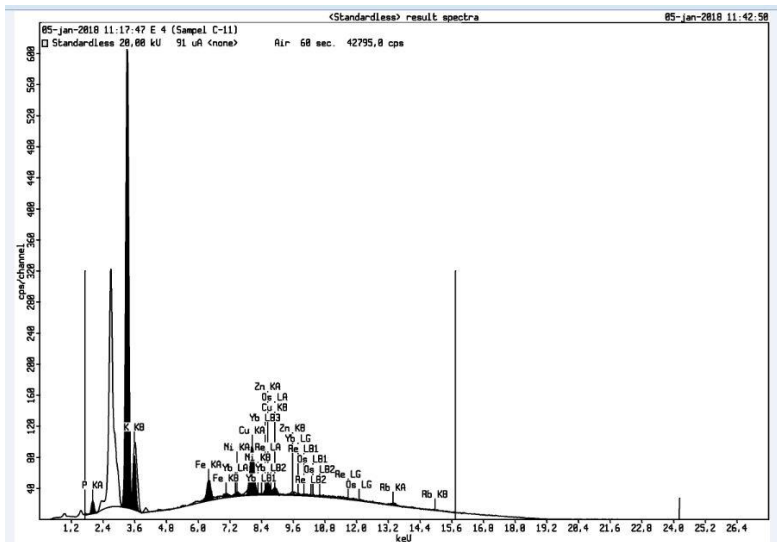
4.1 Analisis Serbuk Arang Tempurung Kelapa Tua

Tempurung kelapa tua yang digunakan didapat dari pasar Keputih, Sukolilo, Surabaya sebanyak 2 karung. Langkah selanjutnya yaitu membersihkan tempurung kelapa tua dari serabutnya dan dijemur dibawah cahaya matahari untuk mengurangi kandungan air agar mudah untuk proses pembakaran. Setelah itu dilakukan pembakaran di udara bebas menggunakan api sehingga menghasilkan arang berwarna hitam. Proses pembakaran ini bertujuan untuk meningkatkan unsur karbon dan mengurangi impuritas seperti material yang mudah menguap (Budi,2011). Dari hasil pembakaran didapat massa arang sebesar 5kg. arang dari hasil pembakaran tadi kemudian dihaluskan dengan menggunakan mortar dan diayak menggunakan *mesh* 200 agar memperoleh ukuran arang yang homogen. Selanjutnya, serbuk arang diberi perlakuan panas untuk mengurangi unsur impuritas pada suhu 400°C selama 5 jam.

4.2 Analisis Komposisi Unsur Serbuk Arang

Analisa komposisi ini diperlukan karena arang yang didapat dari tempurung kelapa tua merupakan bahan alam dan memiliki banyak kandungan didalamnya. Untuk mengetahui berapa banyak kandungan yang terdapat arang tempurung kelapa tua maka dilakukan pengujian CHONS dan *X-Ray Fluorescence* (XRF). Uji CHONS dilakukan di Laboratorium Teknik Lingkungan ITS dimana digunakan untuk menganalisa presentase unsur penyusun dari serbuk arang dengan nomer atom yang kecil. Sedangkan uji XRF yang dilakukan di Laboratorium Mineral dan Material Maju UM bertujuan untuk menganalisa presentase unsur-unsur pada serbuk arang dengan nomer atom yang besar atau bias dibilang unsur impuritas.

Dari hasil uji CHONS diperoleh enam unsur penyusun serbuk arang dari tempurung kelapa tua hasil pembakaran, yakni Karbon (C), Nitrogen (N), Hidrogen (H), Oksigen (O), Sulfur (S), dan Fosfor (P). Unsur karbon dan oksigen merupakan presentase terbesar dimana kedua unsur tersebut merupakan unsur utama penyusun rGO. Untuk hasil uji XRF dapat dilihat pada Gambar 4.1 dibawah ini.



Gambar 4.1 Hasil uji XRF pada Arang Tempurung Kelapa Tua

Dari hasil uji XRF diatas dapat dilihat bahwa unsur karbon mendapat presentase terbesar. Selain enam unsur yang disebutkan pada uji CHONS, masih ada unsur impuritas yang ditemukan pada sampel arang, seperti besi (Fe), nikel (Ni), dan masih banyak lagi. Setelah dilakukan dua uji tadi, kemudian dilakukan perbandingan. Sehingga diperoleh presentase keseluruhan unsur yang terkandung dalam arang tempurung kelapa tua, seperti yang ditunjukkan dalam Tabel 4.1.

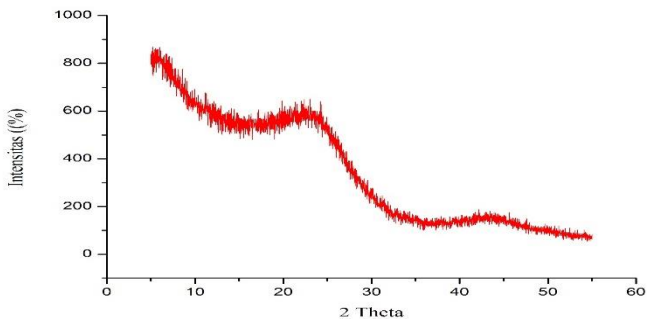
Tabel 4.1 Komposisi Unsur Arang Tempurung Kelapa

No	Unsur	Jumlah (%)
1	C	53,650
2	N	0,099
3	H	6,262
4	O	34,080
5	S	0,011
6	P	0,195
7	K	5,002
8	Fe	0,136
9	Ni	0,022
10	Cu	0,300
11	Zn	0,065
12	Rb	0,071
13	Yb	0,018
14	Re	0,059
15	Os	0,030
Total		100

Setelah dilakukan perbandingan, maka didaot unsur paling dominan pada arang tempurung kelapa tua yakni karbon sebesar 53,65%, oksigen sebesar 34,08%, dan hydrogen sebesar 6,262%. Sedangkan unsur impuritas seperti S, Fe, Cu, dll memiliki nilai presentase yang kecil. Nilai presentase ini memiliki kemiripan dengan penelitian sebelumnya yakni C, O, H dengan nilai 81,48%, 9,02%, dan 7,61% (Islamiyah, 2017). Perbedaan ini disebabkan karena pada penelitian sebelumnya serbuk arang diberi perlakuan panas 400°C selama 5 jam setelah proses pembakaran di udara bebas dan ukuran serbuk dihomogenkan dengan *mesh* 200. Hal ini membuktikan dengan diberi perlakuan panas mengakibatkan meningkatnya usur karbon dan berkurangnya impuritas karena telah terlepas dari ikatannya dan menguap (Islamiyah, 2017).

4.3 Analisis Fasa (XRD)

Analisa XRD diperlukan untk menentukan fasa yang terbentuk dari sampel yang kita uji. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Teknik Material & Metalurgi ITS. Prinsip kerjanya yaitu menggunakan hukum Bragg. Sampel yang diuji XRD yakni serbuk arang hasil dari pembakaran dan dihaluskan serta iayak menggunakan *mesh* 200. Pola difraksi dari serbuk arang dapat dilihat pada Gambar 4.2 dibawah ini.

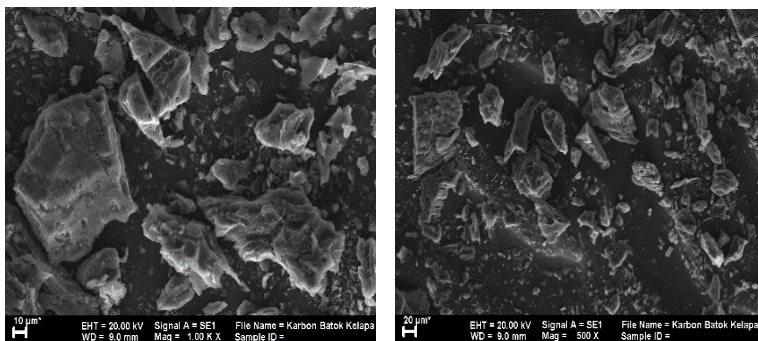


Gambar 4.2 Pola XRD rGO Arang Tempurung Kelapa

Berdasarkan pola difraksi pada Gambar 4.2, diperoleh informasi berupa posisi puncak, tinggi puncak (intensitas), dan lebar setengah puncak. Uji XRD ini dilakukan dengan rentang sudut 2θ 5° - 55° . Hasil pengujian menunjukkan bahwa terdapat dua puncak (2θ) berurutan pada posisi 23,61 di bidang (002) dan 44,61 di bidang (100) serta memiliki puncak yang lebar. Puncak yang lebar mengindikasikan ukuran kristal yang kecil dan tersusun dalam rentang pendek sehingga struktur cenderung acak (semikristalin). Fasa yang terbentuk dari pola difraksi diatas yaitu rGO, dimana pola difraksinya memiliki kecocokan dengan penelitian sebelumnya pada Gambar 2.4 (Fu et al., 2013) (Nugraha, 2014).

4.4 Analisis Morfologi (SEM)

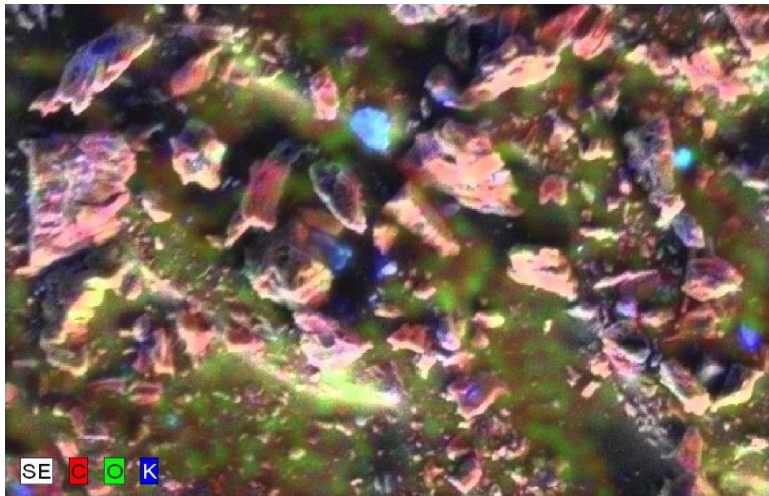
Pengujian SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi dan komposisi unsur penyusun dari suatu material. Sampel yang diujikan yaitu serbuk arang batok kelapa hasil pembakaran yang telah dihaluskan menggunakan mortar dan diayak menggunakan mesh 200. Hasil dari uji SEM ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Morfologi Arang Tempurung Kelapa Tua(kiri) perbesaran 1000x dan (kanan) perbesaran 500x

Dari dua gambar hasil SEM diatas, menunjukkan bahwa struktur morfologi dari serbuk arang tempurung kelapa tua terdapat bentuk bongkahan dengan berbagai ukuran dari 3 μm sampai 102 μm dan ketebalan sekitar 20 μm . Dengan ukuran yang sedemikian rupa, maka ukuran serbuk rGO bias direduksi menjadi ukuran nano dengan dilakukan eksfoliasi kimia dan eksfoliasi mekanik.

Untuk melihat unsur penyusun dari serbuk rGO, maka uji EDX diperlukan. Berikut gambar EDX serbuk arang tempurung kelapa tua.



Gambar 4.4 Hasil SEM-EDX rGO dengan perbesaran 500x

Berdasarkan Gambar 4.4 menunjukkan bahwa unsur karbon dengan warna merah merupakan unsur dominan pada serbuk rGO. Unsur oksigen dengan warna hijau menjadi unsur dominan kedua. Unsur kalium yang merupakan unsur impuritas juga muncul dengan warna biru. Ini mengindikasikan bahwa kalium merupakan unsur impuritas terbesar sesuai dengan tabel 4.1.

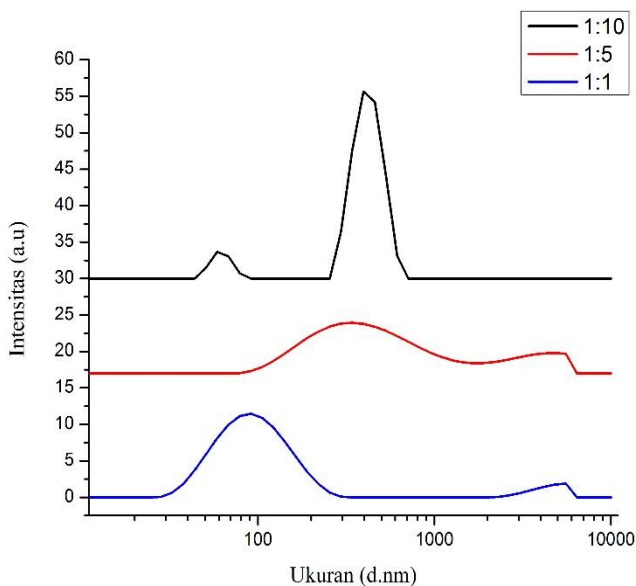
Pada penelitian yang dilakukan oleh (Islamiyah, 2017), rGO yang diberi perlakuan eksfoliasi mekanik dengan *ultrasonic cleaner* dan eksfoliasi kimia dengan menggunakan larutan HCl 1M mengalami penyusutan ukuran signifikan. Pada Gambar 4.5 merupakan hasil SEM dimana serbuk rGO dari tempurung kelapa tua yang sudah diberi perlakuan eksfoliasi mekanik dan eksfoliasi kimia. Ukuran struktur dari serbuk rGO berkurang sampai sekitar 5 μm . Ini dikarenakan pada proses eksfoliasi kimia, ion Cl^- akan menyisip dan melemah ikatan *Van der Waals* antar lembaran-lembaran rGO, kemudian ketika diultrasonik ikatan *Van der Waals* akan terputus sehingga lembaran-lembaran rGO tersayat dan menjadi lembaran-lembaran yang lebih tipis.

4.5 Analisis Distribusi Ukuran Partikel

Seperti pada hasil SEM pada gambar 4.3 pada pembahasan sebelumnya, ukuran partikel serbuk rGO berada di rentang antara 3 μm sampai dengan 102 μm . Untuk mereduksi ukuran tadi menjadi lebih kecil atau mejadi ukuran nano, maka dibutuhkan perlakuan berupa eksfoliasi mekanik dan juga eksfoliasi kimia. Eksfoliasi kimia dengan menggunakan asam diharapkan dapat menyisipkan atom, ion, maupun molekul ke dalam antar lapisan grafena sehingga jaraknya akan semakin lebar. Larutan yang digunakan yakni larutan HCl. Langkah pertama yaitu mencampurkan serbuk rGO dengan larutan HCl kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer*. Proses ini dilakukan dengan menggunakan 70°C. Perlakuan ini bertujuan agar ion Cl^- dapat menyisip diantara lapisan rGO dan melemahkan ikatan *Van Der Waals* antar lapisan rGO. Ion Cl^- sendiri dapat menyisip karena adanya bantuan dari proses pengadukan dan pemberian suhu, sehingga mempreoleh energi yang cukup. Selanjutnya dilakukan teknik sonikasi dengan alat *ultrasonic cleaner* pada material yang telah dilakukan eksfoliasi kimia. Alat ultrasonic menghasilkan gelombang mikro yang digunakan untuk menggetarkan material rGO yang ikatan *Van Der Waals*nya melemah karena adanya ion Cl^- yang tersisip. Akibat getaran dari alat ultrasonic tadi membuat

lapisan antar rGO akan terlepas dan diperoleh lapisan yang lebih tipis.

Setelah dilakukan proses eksfoliasi kimia-mekanik, maka sampel rGO dilakukan pengujian *Particle Size Analyzer*(PSA). Pengujian ini bertujuan mengetahui distribusi ukuran partikel pada sampel rGO yang sudah dieksfoliasi kimia-mekanik. Preparasi yang dilakukan pada pengujian ini yaitu menggunakan material terlarut dalam larutan dan diletakkan pada sebuah wadah(cuvette). Berikut data hasil uji PSA pada serbuk rGO.



Gambar 4.5 Distribusi Ukuran Partikel rGO dari Tempurung Kelapa Tua dengan Variasi Perbandingan Mol pada Temperatur 400°C

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa sebagian besar data hasil uji PSA pada sampel rGO yang disajikan lewat grafik membentuk lebih dari satu puncak. Ini mengindikasikan bahwa telah terjadi

aglomerasi(penggumpalan), sehingga ukuran partikel yang dihasilkan tidak semua homogen (data terlampir).

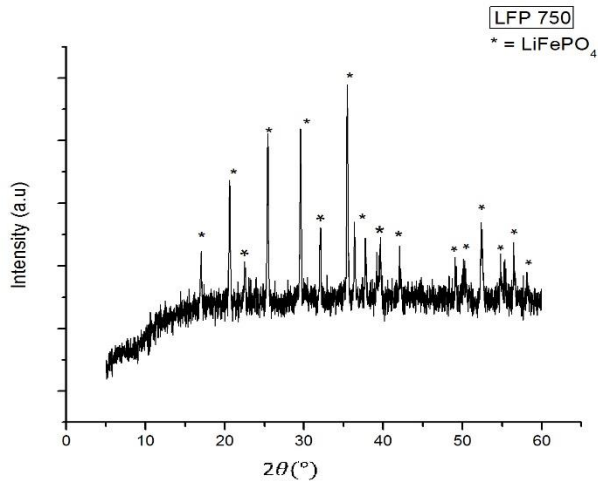
Setelah melihat hasil uji PSA pada Gambar 4.5, biasa dikatakan bahwa proses eksfoliasi kimia-mekanik telah tercapai. Ini dibuktikan dengan hasil uji PSA dan hasil SEM pada serbuk rGO. Pada hasil SEM, ukuran partikel berkisar antara 3 μm sampai dengan 102 μm . sedangkan setelah melalui proses eksfoliasi diperoleh ukuran yang lebih kecil yaitu berada di antara 50 nm sampai 700 nm. Perbedaan hasil yang cukup jauh ini dikarenakan pada pengujian SEM tidak menggunakan media pelarut sehingga partikel yang terlihat dalam bentuk aglomerasi dan ukuran partikel tidak homogen. Sedangkan pada pengujian PSA, pengukuran distribusi partikel menggunakan media pelarut yang kemudian digetarkan dengan alat *ultrasonic cleaner* sehingga partikel terdispersi didalam pelarut dan didapat ukuran rata-rata ukuran partikel yang lebih homogen. Selain dari proses eksfoliasi, penurunan ukuran partikel dari rGO juga dipengaruhi oleh perlakuan pemanasan 400°C selama 5 jam sebelum dieksfoliasi. Dimana proses pemanasan tadi menyebabkan hilangnya atom-atom impuritas yang mudah menguap sehingga didapat fasa rGO dengan partikel serbuk yang lebih kecil pula. Pada penelitian yang dilakukan oleh Kurniasari (2017) menyebutkan bahwa untuk perbandingan antara suhu pemanasan 400°C dan 700°C telah mengalami kehilangan beberapa gugus fungsi impuritas. Oleh sebab itu, partikel rGO dengan pemanasan suhu 700°C menghasilkan partikel lebih kecil dibanding pemanasan suhu 400°C.

Selain itu, perbandingan mol antara serbuk rGO dan larutan HCl juga mempengaruhi ukuran partikel. Dimana rata-rata ukuran partikel semakin kecil seiring dengan kecil perbandingan mol rGO dengan larutan HCl. Pada gambar 4.5, serbuk rGO dengan pemanasan 400°C dengan perbandingan mol 1:1 diperoleh hasil 86,39 nm, 1:5 adalah 416,7 nm dan 1:10 adalah 688,1 nm. Hal ini dikarenakan semakin kecil perbandingan rGO, maka atom-atom karbon yang terdapat pada larutan lebih sedikit jika dibandingkan

dengan atom Cl. Sehingga proses penyayatan rGO jadi lebih mudah dan menghasil lembaran tipis rGO lebih banyak. Dengan lembaran tipis yang banyak tadi maka rata-rata ukuran partikel juga menjadi lebih kecil pula.

4.6 Analisis Fasa LiFePO_4

LiFePO_4 yang disintesis pada penelitian ini menggunakan metode sol-gel dan mendapat fasa olivine murni. Seperti yang diketahui bahwa metode sol-gel memiliki banyak keuntungan, yaitu dapat mengontrol morfologi dan ukuran partikel dari awal sintesis serta kemurnian fasa yang dihasilkan tinggi (Jugović and Uskoković, 2009). Untuk fasa olivine pada LiFePO_4 sendiri memiliki kapasitas yang tinggi yaitu sekitar 170 mAh/g sehingga menjadi material katoda potensial untuk baterai sekunder (Wu, Ren, and Li, 2011). Setelah didapat serbuk hasil dari metode sol-gel kemudian dikalsinasi untuk membentuk fasa olivine murni. Suhu yang digunakan untuk kalsinasi yaitu 750°C . Karena pada penelitian yang dilakukan oleh (Yuniarti, 2015) menyatakan bahwa pada kurva DTA rentang suhu $>450^\circ\text{C}$ sampai dengan $<900^\circ\text{C}$ terbentuk fasa stabil LiFePO_4 . Gas yang dipakai selama proses kalsinasi yakni gas argon.



Gambar 4.6 Pola difraksi XRD LFP setelah kalsinasi 750°C

Dari pola difraksi pada Gambar 4.6 kemudian dianalisis menggunakan perangkat lunak *Match!* Didapatkan fase olivine murni dengan prosentase 100%. Selain menggunakan software *Match!*, data XRD juga dapat dilakukan dengan perangkat lunak Rietica dengan metode *Rietveld* dan perangkat lunak MAUD untuk estimasi ukuran kristal.

Tabel 4.2 Hasil Analisis dengan perangkat lunak *Rietica*

LFP	X_2	R_{wp}	a (Å)	b (Å)	c (Å)
750°C	1,2	4,88	10,185106	5,924516	4,629200

Untuk metode *Rietveld* dengan perangkat lunak Rietica, ada parameter tertentu yang harus dipenuhi. Parameter yang harus dipenuhi yaitu nilai X_2 kurang dari 4% dan nilai R_{wp} kurang dari 20% (Pratapa, 2011). Metode *Rietveld* menganalisis dengan cara mencocokkan data hasil uji XRD dengan data dari COD ID 1101111. Hasil dari Tabel 4.2 telah sesuai dengan data COD ID 1101111 namun memiliki perbedaan yang sedikit.

Untuk hasil dari aplikasi MAUD, didapat ukuran kristal dari LFP. Ukuran kristal LFP setelah digunakan aplikasi yaitu 103 nm. Ukuran LiFePO₄ yang mendekati nano hasil dari metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan, yaitu dapat meningkatkan luas permukaan dan mengarahkan ke elektroda dengan kontak elektrolit yang tinggi sehingga meningkatkan laju reaksi. Selain itu, peningkatan sifat kinetik juga dapat memperpendek laju difusi ion lithium sehingga meningkatkan sifat elektrokimianya (Satyavani, 2016).

4.7 Analisis Uji Konduktivitas Listrik LiFePO₄/rGO

Uji konduktivitas listrik ini dilakukan untuk mengetahui peningkatan nilai konduktivitas listrik dari LiFePO₄ setelah dilakukan proses pelapisan dengan rGO. Pengujian dilakukan dengan konsep *Hukum Ohm*. Pelapisan LiFePO₄ oleh rGO dilakukan dengan metode pencampuran secara mekanik. LiFePO₄ dengan ukuran 103nm tadi akan dilapisi dengan rGO variasi perbandingan mol 1:1 karena serbuk rGO dengan variasi perbandingan mol 1:1 memiliki ukuran partikel lebih kecil dari LiFePO₄, yakni 86,39nm. Tujuannya ukuran rGO lebih kecil agar dapat menempel dan terbentuk lapisan pada LiFePO₄.

Metode pencampuran secara mekanik terdiri dari proses ultrasonifikasi dan ultrasentifugasi. Tujuan pencampuran secara mekanik yaitu agar LiFePO₄ terlapisi sempurna oleh rGO dalam bentuk *core-shell*. Adapun hasil uji konduktivitas listrik tersaji pada tabel 4.3

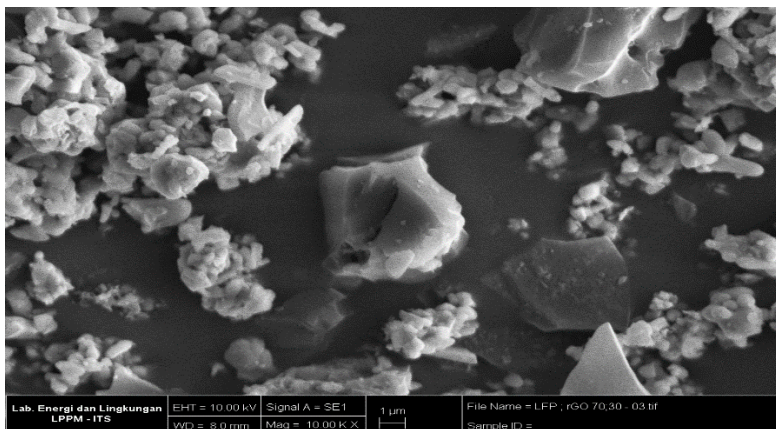
Tabel 4.3 Hasil Uji Konduktivitas LiFePO₄/rGO

Perbandingan massa LFP:rGO	Konduktivitas (S/cm)
100%:0%	$2,09 \times 10^{-7}$
85%:15%	$54,5 \times 10^{-7}$
70%:30%	784×10^{-7}
0%:100%	4300×10^{-7}

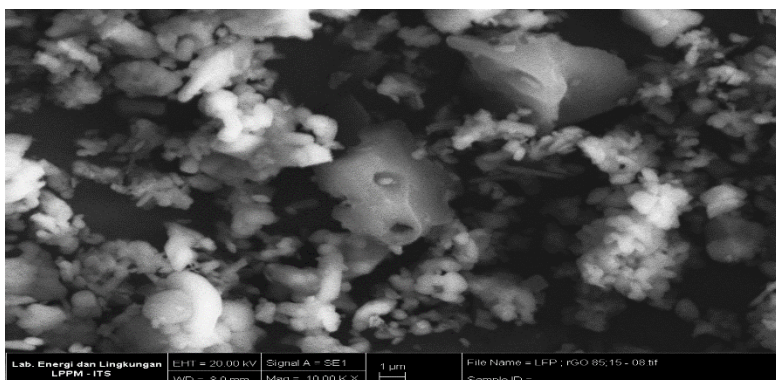
Dari hasil pada tabel 4.3 menunjukkan adanya kenaikan nilai konduktivitas listrik dari LiFePO₄ setelah dilapisi oleh rGO. Secara teori, nilai konduktivitas listrik dari LiFePO₄ murni adalah 10^{-9} S/cm. Setelah dilakukan sintesis LiFePO₄ dengan metode sol-gel didapat hasil konduktivitas listrik sebesar $2,09 \times 10^{-7}$ S/cm. Hasil ini lebih baik daripada teori karena metode sol-gel dapat menghasilkan ukuran partikel dalam ukuran nano serta kemurnian fasa tinggi. Setelah dilakukan pelapisan rGO, nilai konduktivitas listrik LiFePO₄ mengalami peningkatan signifikan seiring bertambahnya massa rGO yang ditampilkan pada Tabel 4.3. Dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Laila (2018) dimana rGO yang dipakai memiliki nilai konduktivitas lebih tinggi dibandingkan dengan rGO pada penelitian ini. Nilai konduktivitas pada penelitian sebelumnya yakni $2,6 \times 10^{-1}$ S cm⁻¹ sedangkan pada penelitian ini rGO memiliki nilai konduktivitas sebesar $4,3 \times 10^{-4}$ S cm⁻¹. Jadi, semakin konduktif rGO yang melapisi LiFePO₄ maka konduktivitas LiFePO₄ akan naik secara signifikan dibanding rGO yang kurang konduktif.

4.8 Analisis Morfologi LiFePO₄/rGO

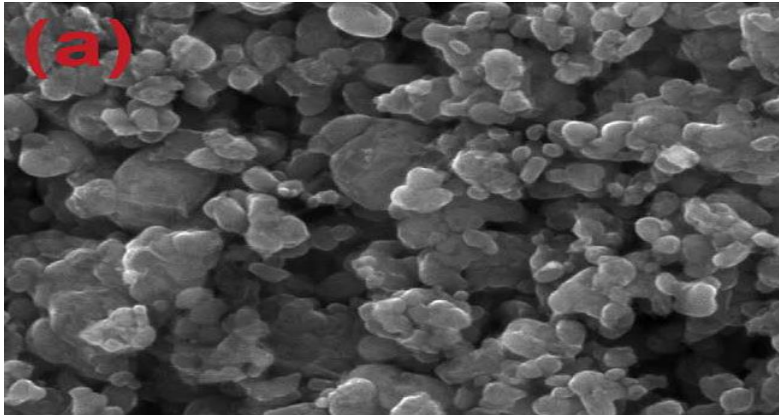
Uji SEM-EDX pada sampel LiFePO₄/rGO dilakukan agar dapat mengetahui morfologi apakah sudah terbentuk pelapisan antara LiFePO₄ dengan rGO. Hasil Uji SEM terhadap pelapisan LiFePO₄/rGO ditunjukkan oleh gambar 4.7.



(a)



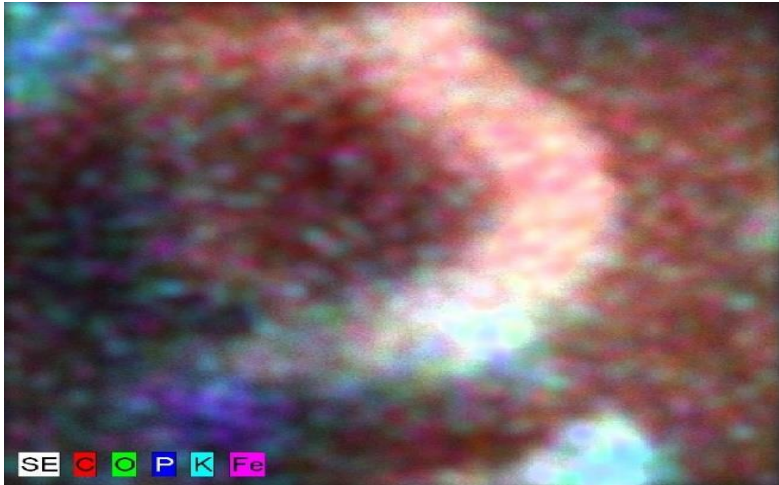
(b)



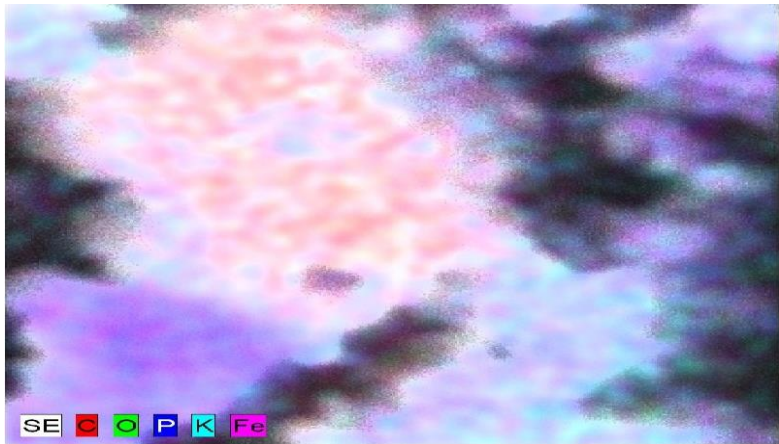
(c)

Gambar 4.7 (a) SEM pada perbandingan $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ 70%:30%.
(b) SEM pada perbandingan $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ 85%:15%. (c) SEM
LFP/Graphene (Chen, 2017)

Dari gambar SEM perbesaran 10.000X terlihat bahwa sebagian besar partikel $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ memiliki berbagai macam bentuk dan beraglomerasi. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Chen (2017) didapat bahwa sebagian besar partikel LiFePO_4/C core-shell akan membentuk seperti bola pada setiap bagian. Pada Gambar 4.7(a) dan 4.7(b) didapat bentuk bola atau *sphere* yang sebagian besar beraglomerasi yang menandakan itu partikel LiFePO_4 dan bentuk *flakes* yang menandakan itu partikel rGO. Untuk distribusi ukuran partikel pada gambar (a) terdapat butiran butiran besar dan masih terlihat batas butirnya. Pada gambar (b) butir partikel tampak beraglomerasi dan terhubung satu sama lain sehingga batas butir tidak tampak jelas. Untuk pemetaan unsur pada pencampuran $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ maka dilakukan uji EDX. Dengan memperbesar salah satu spot dari Gambar 4.7 dan dilakukan EDX diapat unsur-unsur pada campuran $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$



(a)



(b)

Gambar 4.8 (a) EDX pada perbandingan $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ 70%:30%
(b) EDX pada perbandingan $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ 85%:15%

Dari pemetaan EDX pada tiap perbandingan $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$, dapat dilihat perbedaan dalam penyebaran setiap unsur penyusun dari LFP/rGO pada tiap perbandingan. Pada LFP/rGO perbandingan 70%:30% terlihat warna merah sangat dominan disbanding dengan unsur lain dimana warna merah menunjukkan unsur karbon. Sedangkan pada perbandingan 85%:15% didapat persebaran atom karbon (C) yang berwarna merah dan atom besi (Fe) merata di setiap spot. Dari hasil SEM-EDX dapat diambil kesimpulan bahwa terjadi kontak antara permukaan LiFePO_4 dan rGO yang baik sehingga kinerja elektrokimia dari LFP menjadi lebih efisien. Hasil dari SEM-EDX juga diperkuat dengan hasil uji konduktivitas listrik pada tabel 4.3 dimana dengan rasio perbandingan rGO diperbanyak maka konduktivitas listrik akan naik pula. Ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ha dan Lee (2015) yang menyebutkan bahwa $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ berukuran nano membentuk bola pada saat uji SEM dan muncul unsur Fe, P, O, dan C pada saat uji EDX.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan bahwa pelapisan LiFePO_4 oleh rGO berpengaruh pada konduktivitas listrik dan morfologinya. Dari segi konduktivitas listrik, seiring bertambahnya massa rGO pada pelapisan LiFePO_4 maka nilai konduktivitasnya akan naik. Untuk segi morfologi didapat hasil yaitu persebaran ukuran dan bentuk campuran $\text{LiFePO}_4/\text{rGO}$ dimana partikel olivine kecil yang berada diatas lapisan rGO.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penulisan tugas akhir ini disarankan untuk pengembangan penelitian lebih lanjut adalah sebagai berikut.

1. Dilakukan pengujian TEM dan HRTEM agar dapat dilihat dengan jelas apakah sudah terbentuk pelapisan LiFePO_4 oleh rGO.
2. Dilakukan uji performa baterai seperti CV (Cyclic Voltametry), CD (Charge-Discharge), dan EIS (Electrochemical Impedance Spectroscopy) agar didapat hasil lebih baik.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Hazmi, Farag S., Ghada H. Al-Harbi, Gary W. Beall, A.A. Al-Ghamdi, A.Y. Obaid, and Waleed E. Mahmoud. 2015. "Synthesis and Structure of High Quality Graphene Prepared via Solvothermal Exfoliation of Intercalated Graphite Flakes." *Superlattices and Microstructures* 86 (October): 270–74.
- Atkins, P., 2005. *Physical Chemistry*. 9th penyunt. Ebgland: Oxford University Press.
- Budi, E., 2011. Tinjauan Proses Pembentukan dan Penggunaan Arang Tempurung Kelapa Sebagai Bahan Bakar. *Jurnal Penelitian Sains UNJ*, pp. 25-29.
- Cai, Minzhen, Daniel Thorpe, Douglas H. Adamson, and Hannes C. Schniepp. 2012. "Methods of Graphite Exfoliation." *Journal of Materials Chemistry* 22 (48): 24992.
- Castro Neto, A. H., F. Guinea, N. M. R. Peres, K. S. Novoselov, and A. K. Geim. 2009. "The Electronic Properties of Graphene." *Reviews of Modern Physics* 81 (1): 109–62.
- CHEE, SOH JIAH. 2015. "GREEN REDUCTION OF GRAPHENE OXIDE BY USING PHYTOEXTRACTS FROM BANANA PEELS." PhD Thesis, Universiti Malaysia Pahang.
- Chen, M., Kou, K., Tu, M., Hu, J., Du, X., Yang, B., 2017. Conducting reduced graphene oxide wrapped LiFePO₄/C nanocrystal as cathode material for high-rate lithium secondary batteries. *Solid State Ion.* 310, 95–99.
- Choi, Wonbong, Indranil Lahiri, Raghunandan Seelaboyina, and Yong Soo Kang. 2010. "Synthesis of Graphene and Its Applications: A Review." *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences* 35 (1): 52–71.
- Feng, Hongbin, Rui Cheng, Xin Zhao, Xiangfeng Duan, and Jinghong Li. 2013. "A Low-Temperature Method to Produce Highly Reduced Graphene Oxide." *Nature Communications* 4 (February): 1539.

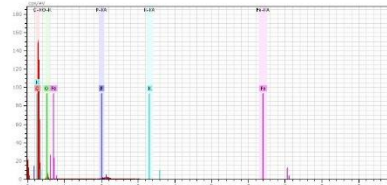
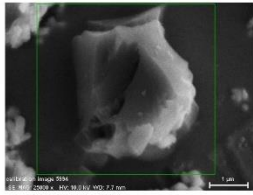
- Fu, Changjing, Guogang Zhao, Haijun Zhang, and Shuang Li. 2013. "Evaluation and Characterization of Reduced Graphene Oxide Nanosheets as Anode Materials for Lithium-Ion Batteries." *Int. J. Electrochem. Sci* 8: 6269–6280.
- Geim, A. K., and K. S. Novoselov. 2007. "The Rise of Graphene." *Nature Materials* 6 (March): 183.
- Ha, S.H., Lee, Y.J., 2015. Core-Shell LiFePO₄/Carbon-Coated Reduced Graphene Oxide Hybrids for High-Power Lithium-Ion Battery Cathodes. *Chem. - Eur. J.* 21, 2132–2138.
- Hsu, Kuei-Feng, Shao-Kang Hu, Chinh-Hsiang Chen, Ming-Yao Cheng, Sun-Yuan Tsay, Tse-Chuan Chou, Hwo-Shuenn Sheu, Jyh-Fu Lee, and Bing-Joe Hwang. 2009. "Formation Mechanism of LiFePO₄/C Composite Powders Investigated by X-Ray Absorption Spectroscopy." *Journal of Power Sources* 192 (2): 660–67.
- Islamiyah, W., 2017. *Eksfoliasi Mekanik dengan Penambahan H₂SO₄ pada Grafena Oksida Tereduksi dari Tempurung Kelapa*. Surabaya: Laporan Tugas Akhir Fisika FMIPA ITS.
- Jugović, Dragana, and Dragan Uskoković. 2009. "A Review of Recent Developments in the Synthesis Procedures of Lithium Iron Phosphate Powders." *Journal of Power Sources* 190 (2): 538–44.
- Konios, Dimitrios, Minas M. Stylianakis, Emmanuel Stratakis, and Emmanuel Kymakis. 2014. "Dispersion Behaviour of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide." *Journal of Colloid and Interface Science* 430 (September): 108–12.
- Krane, Nils. 2011. "Preparation of Graphene." *Selected Topics in Physics: Physics of Nanoscale Carbon*.
- Laila, Anna Z., 2018. "Pelapisan Grafena Oksida Tereduksi dari Tempurung Kelapa Tua untuk Peningkatan Konduktivitas Listrik Lithium Ferro Phosphate(LiFePO₄). Surabaya: Laporan Tugas Akhir Fisika FIA ITS.
- Lee, S.B., I.C. Jang, H.H. Lim, V. Aravindan, H.S. Kim, and Y.S. Lee. 2010. "Preparation and Electrochemical

- Characterization of LiFePO₄ Nanoparticles with High Rate Capability by a Sol-gel Method.” *Journal of Alloys and Compounds* 491 (1): 668–72.
- Liu, Y., Zhang, M., Li, Y., Hu, Y., Zhu, M., Jin, H., Li, W., 2015. Nano-sized LiFePO₄/C composite with core-shell structure as cathode material for lithium ion battery. *Electrochimica Acta* 176, 689–693.
- Loryuenyong, Vorrada, Krit Totepvimarn, Passakorn Eimburanapratvat, Wanchai Boonchompoo, and Achanai Buasri. 2013. “Preparation and Characterization of Reduced Graphene Oxide Sheets via Water-Based Exfoliation and Reduction Methods.” *Advances in Materials Science and Engineering* 2013: 1–5.
- Nugraheni, Ananda Yogi, Muhammad Nasrullah, Fandi Angga Prasetya, Fahmi Astuti, and Darminto. 2015. “Study on Phase, Molecular Bonding, and Bandgap of Reduced Graphene Oxide Prepared by Heating Coconut Shell.” *Materials Science Forum* 827 (August): 285–89.
- Prasetya, Fandi Angga, Muhammad Nasrullah, Ananda Yogi Nugraheni, and Darminto. 2015. “Study of Raman Spectroscopy on Graphene Phase from Heat Treatment of Coconut (*Cocos Nucifera*) Shell.” *Materials Science Forum* 827 (August): 290–93.
- Pratapa, Suminar. 2011. “ANALISIS DATA DIFRAKSI MENGGUNAKAN METODE RIETVELD (implementasi Analisis Menggunakan Rietica).” *ITS*.
- Pua, Shah Wei. 2016. “Natural Rubber/Reduced Graphene Oxide (Rgo) Composite Development.” PhD Thesis, UTAR.
- Putra, Gilang Baswara Anggara. 2017. “Sintesis Elektroda Superkapasitor Dengan Proses Eksfoliasi Kimia Dan Pengaitan Fe³⁺ Pada Grafena Oksida Tereduksi Dari Tempurung Kelapa Tua.” Surabaya: Jurusan Fisika FMIPA ITS.
- Satyavani, T.V.S.L., A. Srinivas Kumar, and P.S.V. Subba Rao. 2016. “Methods of Synthesis and Performance Improvement

- of Lithium Iron Phosphate for High Rate Li-Ion Batteries: A Review.” *Engineering Science and Technology, an International Journal* 19 (1): 178–88.
- Takahashi, Ikuma, Takuya Mori, Takahiro Yoshinari, Yuki Orikasa, Yukinori Koyama, Haruno Murayama, Katsutoshi Fukuda, et al. 2016. “Irreversible Phase Transition between LiFePO₄ and FePO₄ during High-Rate Charge-Discharge Reaction by Operando X-Ray Diffraction.” *Journal of Power Sources* 309 (March): 122–26.
- Warner, Jamie H. 2013. “Chapter 1 - Introduction.” In *Graphene*, edited by Jamie H. Warner, Franziska Schäffel, Alicja Bachmatiuk, and Mark H. Rümmeli, 1–4. Elsevier.
- Wu, Borong, Yonghuan Ren, and Ning Li. 2011. “LiFePO₄ Cathode Material.” In *Electric Vehicles-The Benefits and Barriers*. InTech.
- Yadav, Roshni, and C.K. Dixit. 2017. “Synthesis, Characterization and Prospective Applications of Nitrogen-Doped Graphene: A Short Review.” *Journal of Science: Advanced Materials and Devices* 2 (2): 141–49.
- Yuniarti, E., Triwibowo, J., Suharyadi, E., 2015. Pengaruh pH, Suhu dan Waktu pada Sintesis LiFePO₄/C dengan Metode Sol-Gel Sebagai Material Katoda untuk Baterai Sekunder Lithium. Berk. Ilm. MIPA 23.
- Zhang, Yong, Qing-yuan Huo, Pei-pei Du, Li-zhen Wang, Ai-qin Zhang, Yan-hua Song, Yan Lv, and Guang-yin Li. 2012. “Advances in New Cathode Material LiFePO₄ for Lithium-Ion Batteries.” *Synthetic Metals* 162 (13): 1315–26.
- Zaghib, Karim, Alain Mauger, Christian M. Julien. 2015. "Olivine-Based Cathode Materials". Springer International Publishing : Switzerland

LAMPIRAN Uji SEM-EDX

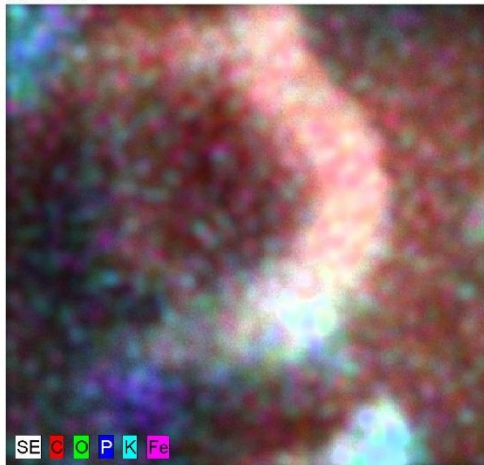
LFP:rGO 70:30



calibration image 5994 Date:5/8/2019 10:20:45
AM Image size:512x384 Mag:25000x HV:10.0kV

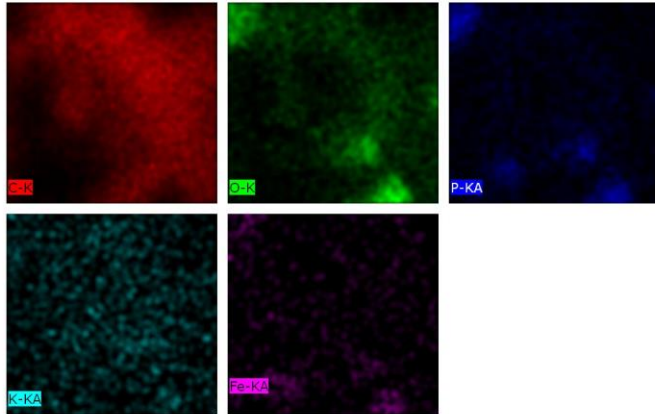
Map Date:5/8/2019 10:24:32 AM HV:10.0kV
Puls th.:5.84kcps

calibration image 21 4806 Date:5/8/2019 10:24:32 AM Image size:365 x
349 Mag:25000x HV:10.0kV

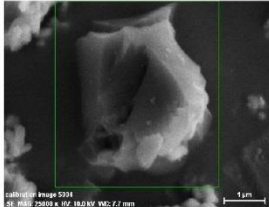


5/8/2019

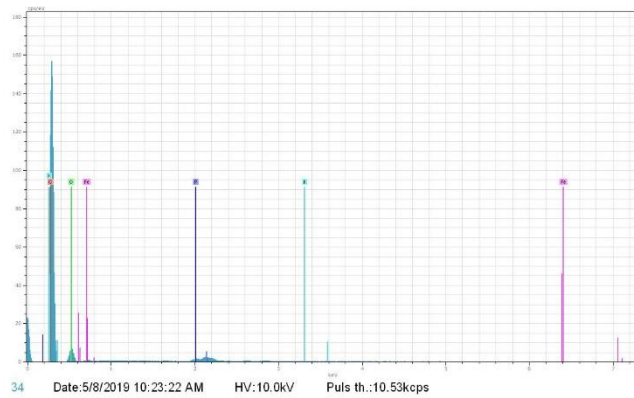
1. Page



C-K, O-K, P-KA, K-KA, Fe-KA Date:5/8/2019 10:25:15 AM
Image size:365 x 348
Mag:25000x
HV:10.0kV

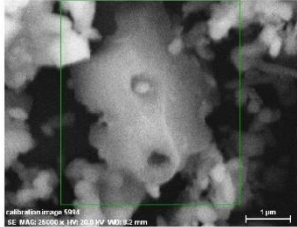


calibration image 5994Date:5/8/2019
 10:20:45 AMImage size:512 x
 384Mag:25000xHV:10.0kV

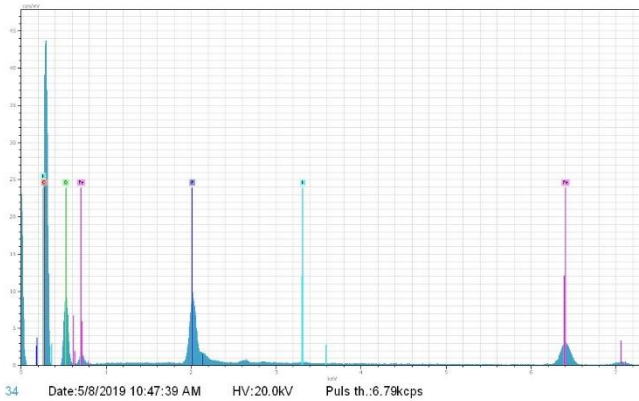


El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
C	6	K-series	79.13	79.14	87.87	25.0
O	8	K-series	10.65	10.65	8.88	4.0
Fe	26	K-series	5.77	5.77	1.38	0.4
P	15	K-series	3.97	3.97	1.71	0.2
K	19	K-series	0.48	0.48	0.16	0.1
Total:			100.00	100.00	100.00	

LFP:rGO 85:15



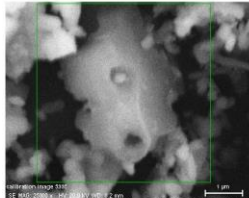
calibration image 5994 Date:5/8/2019 10:47:12 AM Image size:512 x 384 Mag:25000x HV:20.0kV



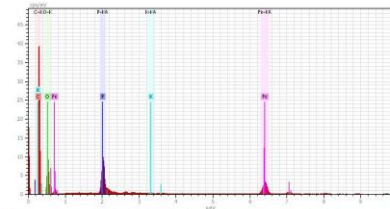
34 Date:5/8/2019 10:47:39 AM HV:20.0kV Puls th.:6.79kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
C	6	K-series	43.99	41.93	56.01	5.3
O	8	K-series	37.14	35.41	35.50	4.7
Fe	26	K-series	14.66	13.98	4.01	0.4
P	15	K-series	8.88	8.46	4.38	0.4
K	19	K-series	0.23	0.22	0.09	0.0
Total:			104.90	100.00	100.00	

LFP:rGO 85:15

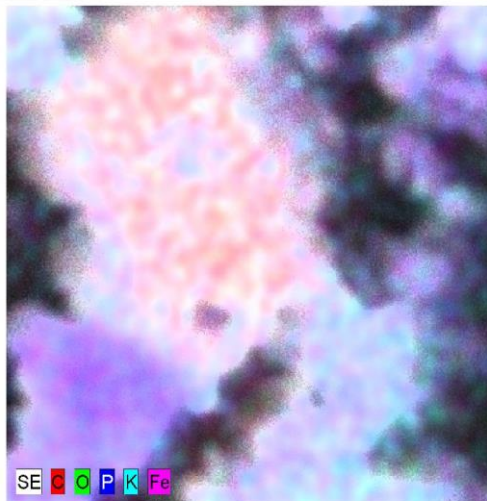


calibration image 5995 Date: 5/8/2019 10:47:12
AMImage size: 512 x 384
Mag: 25000x HV: 20.0kV



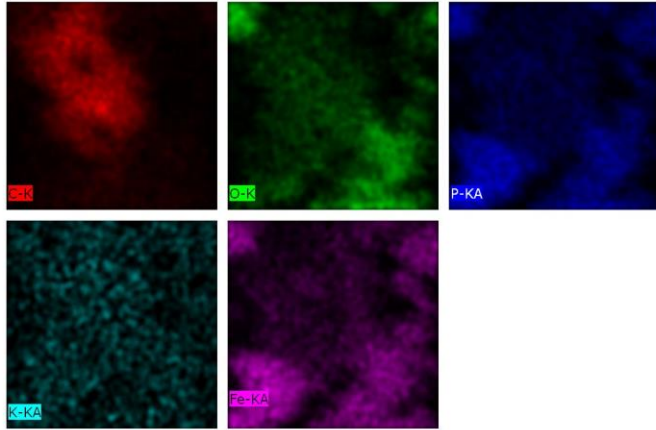
Map Date: 5/8/2019 10:48:35 AM HV: 20.0kV
Puls th.: 5.27kcps

calibration image 21 4807 Date: 5/8/2019 10:48:35 AM Image size: 365 x 348
Mag: 25000x HV: 20.0kV



5/8/2019

5. Page



C-K, O-K, P-KA, K-KA, Fe-KA Date: 5/8/2019 10:49:32 AM
Image size: 365 x 348
Mag: 25000x
HV: 20.0kV

Uji Konduktivitas Listrik

Massa LFP:rGO	R(Ω)	d (m)	t (m)	Konduktivitas Listrik (S/m)
0%:100%	36991	$1,55 \times 10^{-2}$	3×10^{-3}	$4,3 \times 10^{-4}$
100%:0%	$7,61 \times 10^7$	$1,55 \times 10^{-2}$	3×10^{-3}	$2,09 \times 10^{-7}$
85%:15%	$2,9 \times 10^6$	$1,55 \times 10^{-2}$	3×10^{-3}	$5,45 \times 10^{-6}$
70%:30%	2×10^5	$1,55 \times 10^{-2}$	3×10^{-3}	$7,84 \times 10^{-5}$

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIOGRAFI PENULIS



Penulis lahir dari sosok orang tua yang hebat yaitu Alm. Chaerul Malik dan Lut Alfiyah. Lahir di Lumajang, 09 Februari 1996, anak pertama dari 3 bersaudara, dengan nama “Firsta Agung Setyawan”. Penulis memulai studinya dari TK Muslimat NU 08 yang dilanjutkan dengan jenjang Sekolah Dasar di SD Islam Tompokersan Lumajang. Selanjutnya meneruskan studinya di SMP Negeri 1 Sukodono, Lumajang dan SMA Negeri 2 Lumajang. Setelah

lulus dari SMA Negeri 2 Lumajang, penulis diterima untuk kuliah di Departemen Fisika Fakultas Ilmu Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya pada tahun 2014. Selama di perkuliahan, penulis mengikuti kegiatan berorganisasi, pada tahun kedua penulis menjadi staff di Departemen Sosdev atau Sosmas di HIMASIKA ITS kabinet Ekspansi Karya. Tahun ketiga, penulis menjabat sebagai Kepala Departemen Sosmas di HIMASIKA ITS kabinet Transformasi. Selain aktif di himpunan, penulis juga mengikuti kegiatan olahraga seperti futsal dll. Harapan besar penulis adalah karya ini dapat bermanfaat bagi orang lain dan bagi diri penulis sendiri sebagai sarana pengembangan potensi dan kualifikasi diri. Penulis menerima segala kritik dan saran mengenai penelitian yang penulis lakukan ini. Kritik dan saran dapat dikirim melalui email: leoagung737@gmail.com.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”