



TESIS - TL092501

**Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Dan
Komposisi Glycin Pada Proses Sintesa Anoda
Fe₂O₃ Terhadap Performa Elektrokimia Baterai
Ion Lithium**

Eriek Aristya Pradana Putra
NRP. 2713201001

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA
Dr. Lukman Noerochim, S.T.,M.Sc

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN MATERIAL INOVATIF
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015



TESIS - TL092501

Analysis Effect Of Temperature Hydrothermal And Composition Glycine In Process Synthesis Of Anode Fe_2O_3 Lithium Ion Battery Agains Electrochemical Performance

Eriek Aristya Pradana Putra
Studen ID no. 2713201001

ADVISOR

Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA
Dr. Lukman Noerochim, S.T.,M.Sc

MASTER PROGRAM
DEPARTMENT OF MATERIALS AND METALLURGICAL ENGINEERING
FACULTY OF INDUSTRI TECHNOLOGY
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015

**LEMBAR PENGESAHAN
TESIS**

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Teknik (M.T.)

**Di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

oleh:
**Eriek Aristya Pradana Putra
NRP. 2713201001**

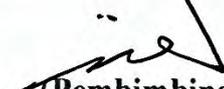
**Tanggal Ujian : 27 Juli 2015
Periode Wisuda : Semester Genap 2014/2015**

Disetujui oleh:

1. **Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA**
NIP:196203261987011001


(Pembimbing I)

2. **Dr. Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.**
NIP: 197703132003121001


(Pembimbing II)

3. **Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.**
NIP: 197605282002121003


(Penguji)

4. **Dr. Ing. Victor Yuardi R., S.T., M.Sc.**
NIP: -


(Penguji)

Direktur Program Pascasarjana

Prof. Dr. Ir. Adi Soeprijanto, M.T.
PASCASARJANA
NIP. 196404051990021001

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrothermal dan Komposisi Glycin Pada Proses Sintesa Anoda Fe_2O_3 Terhadap Performa Elektrokimia Baterai Ion Lithium

Nama mahasiswa : Eriek Aristya Pradana Putra
NRP : 2713201001
Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA
Dr. Lukman Noercohim, S.T., M.Sc..

ABSTRAK

Fe_2O_3 merupakan salah satu kandidat terbaik yang dapat digunakan menjadi anoda baterai lithium ion karena Kapasitas yang besar mencapai 1005mAh/g, ketersediaan luas, ramah lingkungan, murah dan proses pengolahan mudah. Dalam Penelitian ini telah berhasil disintesa Fe_2O_3 menggunakan metode hidrothermal dengan melakukan penambahan glycine sebesar 3, 6, dan 9 mmol pada temperatur hidrothermal 140, 160 dan 180 °C selama 10 jam. Morfologi yang diperoleh berupa Fe_2O_3 nanoellipses dengan ukuran antara 90-200 nm. Hasil yang diperoleh didapatkan kapasitas discharge awal tertinggi sebesar 634 mAh/g pada range antara 0.01 sampai 3 V untuk spesimen dengan penambahan glycine sebesar 9 mmol pada temperatur hidrothermal 160 °C. Hal ini menunjukkan jika Fe_2O_3 berpotensi untuk digunakan sebagai anoda baterai Lithium ion..

Kata kunci : Fe_2O_3 , Temperatur Hidrothermal, Glicine, Baterai lithium-ion, Anoda.

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

Analysis Effect Of Temperatur Hydrothermal And Composition Glycine In Process Synthesis Of Anode Fe₂O₃ Lithium Ion Battery Agains Electrochemical Performance

Name : Eriek Aristya Pradana Putra
Student ID number : 2713201001
Advisor : Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA
Dr. Lukman Noerochim, S.T., M.Sc..

ABSTRACT

Abstract: Fe₂O₃ is one of the best candidates that can be applied as an anode for lithium ion batteries because of a large theoretical capacity 1005 mAh/g, wide availability, low production cost and environmentally friendly. In this study has been successfully synthesized Fe₂O₃ using hydrothermal method by adding glycine at 3, 6, and 9 mmol with variation of hydrothermal temperature of 140, 160 and 180 °C for 10 hrs. SEM images show that the morphology of Fe₂O₃ is nano-ellipses with sizes between 90-200 nm. The highest specific discharge capacity of 634 mAh/g is obtained for specimens with the addition of glycine by 9 mmol and hydrothermal temperature of 160 °C. This result demonstrates that Fe₂O₃ has a high potential as anode material for lithium ion battery.

Keywords: Fe₂O₃, temperature hydrothermal, glycine, lithium-ion batteries.

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT, atas segala rahmat dan petunjuk-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan proposal thesis ini dengan judul :

Analisis Pengaruh Temperatur Hidrotermal Dan Komposisi Glysin Pada Proses Sintesa Anoda Fe₂O₃ Terhadap Performa Elektrokimia Baterai Ion Lithium

Sebagai salah satu syarat untuk Memenuhi Persyaratan Akademik Untuk Memperoleh Magister Teknik (M.T) Pada Program Studi Magister Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya tahun 2015.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar – besarnya kepada semua pihak yang telah membantu dalam proses penyusunan laporan Tugas Akhir ini diantaranya kepada :

1. Allah S.W.T yang telah memberikan rahmat dan karunianya secara utuh demi lancarnya jalan penelitian ini ke depannya.
2. Salam sholawat tidak pernah henti kepada nabi junjungan besar kita Rasulullah Muhammad S.A.W yang memberikan cahaya yang paling benar yaitu Islam.
3. Kedua orang tua penulis tercinta, Asmuji dan Nurul Qomariah yang telah mendukung penulis dari segala hal demi lancarnya studi dan cita – cita ke depannya.
4. Dosen pembimbing yang penulis hormati Dr. **Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.**, dan bapak rektor ITK **Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA** yang telah memberikan segala waktu, bimbingan dan dukungan yang penuh atas jalannya penelitian ini kedepannya.
5. Pembimbing yang membantu dan memberikan masukan kepada penulis selama pengambilan data di LIPI Serpong, **Achmad Subhan., M.T**

6. Ketua Prodi Magister Teknik Material dan Metalurgi **Dr. (Eng). Hosta Ardhyananta, S.T, M.Sc** yang telah banyak membantu selama menjadi mahasiswa Magister Teknik Material dan Metalurgi.
7. Para dosen penguji tesis yang telah memberi masukan dan arahnya **Dr Agung Purniawan, ST.,M.Eng** dan **Dr.Ing.Victor Yuardi R.ST.,M.Sc**
8. Sahabat kontrakan yang telah menjadi seperti keluarga, **Karim, Dika, Ekak, Wiji, Irwan, dan Surur**
9. Teman – teman seperjuangan Tim Baterai **Dika Anggara, Imam, Edith Setia Ginanjar,** dan **Mohammad Karim Al Amin** yang mau mendengar keluh kesah serta bertukar pendapat kepada penulis, serta terus maju bersama agar penelitian dapat berjalan baik.
10. **Mbak Iis** yang membantu saat pengujian karakterisasi di Laboratorium Karakterisasi, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi,
11. Seluruh karyawan Jurusan Teknik Material dan Metalurgi yang banyak membantu dalam penyelesaian pengerjaan thesis ini.
12. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu-persatu yang telah banyak memberi dorongan dan bantuan dalam menyelesaikan proposal thesis ini baik secara langsung maupun tidak langsung.

Menyadari atas keterbatasan pengetahuan dan penelitian sehingga dimungkinkan ada kekeliruan dan kesalahan yang tidak sengaja. Oleh karena itu kritik dan saran yang membangun sangat dibutuhkan guna perbaikan dan pengembangan lebih lanjut. Semoga laporan ini dapat bermanfaat dan memenuhi apa yang diharapkan.

Surabaya, 27 Juli 2015

Eriek Aristya Pradana Putra
Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
ABSTRAK.....	vii
<i>ABSTRACT</i>	ix
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xvii
DAFTAR TABEL.....	xxii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
BAB 2 KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI.....	5
2.1 Baterai Lithium	5
2.2 Parameter Penting Baterai.....	7
2.2.1 Kerapatan energi.....	7
2.2.2 Temperatur operasi.....	7
2.2.3 Cycle.....	7
2.3 Prinsip Kerja Baterai Lithium.....	9
2.4 Dasar-dasar elektrokimia.....	11
2.5 Karakteristik anoda baterai lithium ion.....	14
2.6 Material Anoda Fe ₂ O ₃	15
2.7 Penambahan Glysin.....	17
2.8 Variasi Temperatur Hidrothermal.....	18
2.9 Elektrolit.....	20
2.10 <i>Cyclic Voltammetry</i>	21
2.11 <i>Charge – discharge</i>	23

2.12 Penelitian Sebelumnya.....	24
2.13 Penambahan lysine dan arginine dalam sintesis Fe ₂ O ₃	26
2.14 Variasi PVDF dan SA serta penambahan glisin dalam sintesis Fe ₂ O ₃ dengan metode Hidrotermal.....	28
2.15 Pengaruh Natrium Sitrat dalam Sintesa Fe ₂ O ₃	29
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	31
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	31
3.2 Bahan dan Alat.....	32
3.3 Metode Penelitian.....	33
3.3.1 Sintesis Fe ₂ O ₃	33
3.3.2 Preparasi Working Electrode.....	35
3.3.3 Assembling Baterai Ion Lithium Full Cell.....	36
3.4 Pengujian.....	36
3.4.1 <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	36
3.4.2 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	38
3.4.3 Proses Analisa Performance <i>galvanostatic charge/discharge</i>	42
3.4.4 Proses Analisa <i>Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)</i>	43
3.4.5 Proses Analisa <i>Cyclic Voltametry (CV)</i>	44
3.5 Pengambilan Data.....	45
3.6 Analisa Data.....	46
3.7 Perencanaan Penelitian dan Pengujian.....	46
BAB 4 ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN.....	47
4.1 Hasil XRD dengan Penambahan 3 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C.	47
4.2 Hasil XRD dengan Penambahan 6 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C.	49
4.3 Hasil XRD dengan Penambahan 9 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C.	52
4.4 Hasil SEM Fe ₂ O ₃ dengan Penambahan 3 mmol Glycine	

pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C	54
4.5 Hasil SEM Fe ₂ O ₃ dengan Penambahan 6 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C	57
4.6 Hasil SEM Fe ₂ O ₃ dengan Penambahan 9 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C.....	59
4.7 Hasil pengujian <i>Cyclic Voltammetry</i> Fe ₂ O ₃ dengan penambahan 3 mmol Glycine Pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140°C, 160°C dan 180°C.....	61
4.8 Hasil Pengujian <i>Cyclic Voltammetry</i> Fe ₂ O ₃ dengan Penambahan 6 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140°C, 160°C dan 180°C.....	64
4.9 Hasil Pengujian <i>Cyclic Voltammetry</i> Fe ₂ O ₃ dengan Penambahan 9 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140°C, 160°C dan 180°C.....	67
4.10 Hasil Pengujian <i>Charge/Discharge</i> Fe ₂ O ₃ dengan Penambahan 3 mmol Glycine pada Variasi Hidrotermal 140°C, 160°C dan 180°C.....	69
4.11 Hasil Pengujian <i>Charge/Discharge</i> Fe ₂ O ₃ dengan Penambahan 6 mmol Glycine pada Variasi Hidrotermal 140°C, 160°C dan 180°C.....	72
4.12 Hasil Pengujian <i>Charge/Discharge</i> Fe ₂ O ₃ dengan Penambahan 9 mmol Glycine pada Variasi Hidrotermal 140°C, 160°C dan 180°C.....	75
4.13 Hasil pengujian <i>EIS</i> dengan penambahan 3 mmol glycine pada variasi temperatur hidrotermal 140°C, 160°C dan	

180°C.....	77
4.14 Hasil pengujian <i>EIS</i> dengan penambahan 6 mmol glycine pada variasi temperatur hidrotermal 140°C, 160°C dan 180°C.....	79
4.15 Hasil pengujian <i>EIS</i> dengan penambahan 9 mmol glycine pada variasi temperatur hidrotermal 140°C, 160°C dan 180°C.....	71
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	83
DAFTAR PUSTAKA.....	85
LAMPIRAN.....	90
TENTANG PENULIS	

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sejarah perkembangan baterai	5
Tabel 2.2	Eksperimen potensial dan kapasitas teoritik dari metal oksida.....	15
Tabel 2.3	Elektrolit yang digunakan pada cell ion lithium.....	21
Tabel 2.4	Kajian Penelitian Sebelumnya.....	24
Tabel 3.1	Informasi difraksi pada XRD	40
Tabel 3.2	Perencanaan Pengujian Anoda	46
Tabel 4.1	Data hasil XRD variasi 3 mmol glycine pada arah bidang 1 0 4.....	48
Tabel 4.2	Data hasil XRD variasi 6 mmol glycine pada arah bidang 1 0 4	51
Tabel 4.3	Data hasil XRD variasi 9 mmol glycine pada arah bidang 1 0 4	53
Tabel 4.4	Ukuran partikel dengan variasi 3 mmol glycine berdasarkan temperatur hidrotermal	56
Tabel 4.5	Ukuran partikel dengan variasi 6 mmol glycine berdasarkan temperatur hidrotermal.....	59
Tabel 4.6	Ukuran partikel dengan variasi 9 mmol glycine berdasarkan temperatur hidrotermal.....	61
Tabel 4.7	Intensitas arus pada variasi 3 mmol Glycine terhadap temperatur hidrotermal	63
Tabel 4.8	Intensitas arus pada variasi 3 mmol Glycine terhadap temperatur hidrotermal.....	66
Tabel 4.9	Intensitas arus pada variasi 3 mmol Glycine terhadap temperatur hidrotermal.....	68

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Perbandingan beberapa teknologi baterai pada spesifik power dan spesifik energi density.....	6
Gambar 2.2	Kombinasi komponen baterai ion lithium.....	9
Gambar 2.3	Struktur Baterai Lithium	10
Gambar 2.4	Proses charging dan Discharging.....	11
Gambar 2.5	Prinsip operasi baterai lithium ion selama charge dan discharge.....	12
Gambar 2.6	katoda dan anoda material untuk generasi selanjutnya baterai lithium.....	14
Gambar 2.7	Struktur kristal Fe_2O_3	17
Gambar 2.8	Alat hydrothermal PTFE (Teflon).....	20
Gambar 2.9	<i>cyclic voltammogram</i> pada proses difusi <i>reversible</i> yang terkontrol.....	22
Gambar 2.10	karateristik dari <i>discharge</i> terhadap level tegangan.....	23
Gambar 2.11	Morfologi dari Fe_2O_3 microspheres.....	26
Gambar 2.12	Morfologi Fe_2O_3 nanoparticles.....	27
Gambar 2.13	Cycling performa dari Fe_2O_3 microspheres dan Fe_2O_3 nanoparticle dengan kepadatan arus 100 mA/g	27
Gambar 2.14	Morfologi setelah cycle.....	28
Gambar 2.15	Penampakan elliptical Fe_2O_3 pada FESEM Image.....	28
Gambar 2.16	Cyclic performa terhadap efisiensi coulombic	29
Gambar 2.17	konsentrasi natrium sitrat terhadap morfologi.....	30
Gambar 2.16	Grafik cycle performa.....	30
Gambar 3.1	Diagram Alir Penelitian	31
Gambar 3.2	Larutan $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (A) Penuangan larutan $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ kedalam Teflon (B) Autoclave (C).....	34
Gambar 3.3	Proses Sentrifugasi (A), Larutan Fe_2O_3 sebelum pencucian (B)	34

Gambar 3.4	Serbuk Fe_2O_3 dengan variasi Glycine 3 mmol,6 mmol dan 9 mmol	35
Gambar 3.5	Mekanisme kerja SEM.....	37
Gambar 3.6	Scanning Electron Microscope (SEM).....	38
Gambar 3.7	Skema kerja X-Ray Diffraction (XRD).....	39
Gambar 3.8	Contoh grafik hasil pengujian XRD.....	40
Gambar 3.9	Mesin XRD PANalytical.....	42
Gambar 3.10	Gambar hasil Charging dan discharging.....	43
Gambar 3.11	Hasil kurva dari pengujian spektroskopi impedansi elektrokimia dari sistem baterai lithium.....	44
Gambar 3.12	<i>Voltamogram</i> hubungan arus terhadap potensial.....	45
Gambar 4.1	Pola XRD dengan penambahan 3 mmol glycine pada variasi temperatur hidrothermal 140 °C, 160 °C, 180 °C.....	48
Gambar 4.2	Grafik perubahan ukuran kristal pada bidang (1 0 4) Fe_2O_3 dengan variasi 3 mmol glycine pada temperature hidrothermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C.....	49
Gambar 4.3	Pola XRD dengan Penambahan 6 mmol Glycine pada Temperatur Hidrothermal 140 °C, 160 °C, 180 °C.....	50
Gambar 4.4	Grafik perubahan ukuran kristal pada bidang (1 0 4) Fe_2O_3 dengan variasi 6 mmol glycine pada temperature hidrothermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C.....	51
Gambar 4.5	Pola XRD dengan penambahan 9 mmol glycine pada temperatur hidrothermal 140 °C, 160 °C, dan 180 °C.....	53
Gambar 4.6	Grafik perubahan ukuran kristal pada bidang (1 0 4) Fe_2O_3 dengan variasi 3 mmol glycine pada temperature hidrothermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C.....	54
Gambar 4.7	Struktur Fe_2O_3 dengan variasi 3 mmol glycine pada (A) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 20.000x (B) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 40.000x (C) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 20.000x (D) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 40.000x (E)	

	Temperatur Hidrothermal 180 °C Perbesaran 20.000x (F) Perbesaran 75.000x (G).....	56
Gambar 4.8	Struktur Fe ₂ O ₃ dengan variasi 6 mmol glycine pada (A) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 20.000x (B) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 40.000x (C) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 20.000x (D) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 40.000x (E) Temperatur Hidrothermal 180 °C Perbesaran 20.000x (F) Perbesaran 75.000x (G).....	59
Gambar 4.9	Struktur Fe ₂ O ₃ dengan variasi 9 mmol glycine pada (A) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 20.000x (B) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 40.000x (C) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 20.000x (D) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 40.000x (E) Temperatur Hidrothermal 180 °C Perbesaran 20.000x (F) Perbesaran 75.000x (G).....	61
Gambar 4.10	Cycle Voltammogram Fe ₂ O ₃ dengan variasi 3 mmol glycine pada (A) hidrothermal Temperatur 140 °C (B) Temperatur hidrothermal 160 °C (C) Temperatur hidrothermal 180 °C.....	63
Gambar 4.11	Cycle Voltammogram Fe ₂ O ₃ dengan variasi 6 mmol glycine pada (A) hidrothermal Temperatur 140 °C (B) Temperatur hidrothermal 160 °C (C) Temperatur hidrothermal 180 °C.....	65
Gambar 4.12	Cycle Voltammogram Fe ₂ O ₃ dengan variasi 9 mmol glycine pada (A) hidrothermal Temperatur 140 °C (B) Temperatur hidrothermal 160 °C (C) Temperatur hidrothermal 180 °C.....	68
Gambar 4.13	Kurva Hasil high Rate Charge Discharge Mulai 1/3 hingga 3C pada variasi 3 mmol glycine dengan temperature hidrothermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C	70
Gambar 4.14	Grafik Polarisasi dari Pengujian Charge–Discharge menggunakan Variasi C–Rates 0,3C, 0,5C, 1C, 2C, 3C dengan variasi 3 mmol glycine pada (A) temperatur hidrothermal	

	140 °C (B) temperatur hidrotermal 160 °C (C) temperatur hidrotermal 180 °C.....	71
Gambar 4.15	Efisiensi coulombic Fe ₂ O ₃ dengan variasi 3 mmol glycine pada temperatur hidrotermal 140 °C, temperatur hidrotermal 160 °C dan temperatur hidrotermal 180 °C.....	72
Gambar 4.16	Kurva Hasil high Rate Charge Discharge Mulai 1/3 hingga 3C pada variasi 6 mmol glycine dengan temperature hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C	72
Gambar 4.17	Grafik polarisasi dari pengujian <i>Charge–Discharge</i> menggunakan variasi <i>C–rates</i> 0,3C, 0,5C, 1C, 2C, 3C dengan variasi 6 mmol glycine pada (A) Temperatur hidrotermal 140 °C (B) temperatur hidrotermal 160 °C (C) temperatur hidrotermal 180 °C.....	74
Gambar 4.18	Efisiensi coulombic Fe ₂ O ₃ dengan variasi 6 mmol glycine pada temperatur hidrotermal 140 °C, temperatur hidrotermal 160 °C dan temperatur hidrotermal 180 °C.....	74
Gambar 4.19	Kurva Hasil high Rate Charge Discharge Mulai 1/3 hingga 3C pada variasi 9 mmol glycine dengan temperature hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C	75
Gambar 4.20	Grafik polarisasi dari pengujian <i>Charge–Discharge</i> menggunakan variasi <i>C–rates</i> 0,3C, 0,5C, 1C, 2C, 3C dengan variasi 9 mmol glycine pada (A) Temperatur hidrotermal 140 °C (B) temperatur hidrotermal 160 °C (C) temperatur hidrotermal 180 °C.....	76
Gambar 4.21	Efisiensi coulombic Fe ₂ O ₃ dengan variasi 9 mmol glycine pada temperatur hidrotermal 140 °C, temperatur hidrotermal 160 °C dan temperatur hidrotermal 180 °C.....	77
Gambar 4.22	Impedance Spectra Setelah Cycle ke 45 dengan Penambahan 3 mmol Glycine dengan variasi temperatur hidrotermal.....	77
Gambar 4.23	Grafik EIS <i>bode plot</i> dari variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C pada variasi glycin 3 mmol setelah 45	

	<i>cycle</i>	78
Gambar 4.24	Impedance Spectra Setelah Cycle ke 45 dengan Penambahan 6 mmol Glycine.....	79
Gambar 4.25	Grafik EIS <i>bode plot</i> dari variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C pada variasi glycin 6 mmol setelah 45 <i>cycle</i>	80
Gambar 4.26	Impedance Spectra Setelah Cycle ke 45 dengan Penambahan 9 mmol Glycine.....	81
Gambar 4.27	Grafik EIS <i>bode plot</i> dari variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C pada variasi glycin 9 mmol setelah 45 <i>cycle</i>	82

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

BAB 1

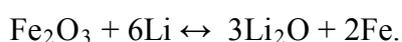
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan energi telah menjadi isu yang populer belakangan ini, dengan semakin majunya teknologi maka kebutuhan akan perangkat yang mampu menyimpan energi dan dapat menyediakan pasokan secara berkesinambungan kini menjadi perhatian utama. Perangkat penyimpan energi yang berpotensi untuk dikembangkan lebih lanjut yaitu baterai. Berdasarkan jenisnya baterai dibagi menjadi dua yakni baterai primer dan baterai sekunder. Baterai primer merupakan baterai yang tidak dapat diisi kembali dengan muatan listrik setelah digunakan (*charge*), sedangkan baterai sekunder dapat diisi kembali oleh muatan listrik (*rechargeable*)

Pengembangan dan penelitian terhadap baterai telah lama dilakukan untuk menghasilkan baterai yang memiliki kapasitas energi yang tinggi dan mampu digunakan dalam waktu lama. Baterai Lithium ion menjadi perhatian sebab memiliki kepadatan energi, tegangan output dan fleksibilitas yang baik sehingga dapat digunakan sebagai sumber *rechargeable power* untuk perangkat elektronik (Valvo, dkk. 2013). Baterai Lithium ion sendiri terbagi atas tiga komponen utama yakni anoda, katoda dan elektrolit. Bahan yang pada umumnya digunakan sebagai anoda ialah grafit sebab memiliki harga yang lebih murah, umur pakai lebih lama dan ramah lingkungan, namun yang menjadi perhatian yakni kapasitas energi karbon yang relatif rendah, yakni hanya berkisar 372 mAh/g dan tentu saja tidak akan mampu memenuhi kebutuhan perangkat elektronik yang kini semakin membutuhkan kapasitas yang besar. Diantara pilihan bahan anoda salah satu yang menjajikan yakni pemanfaatan oksida logam, dimana terdapat beberapa keunggulan yang dimiliki antara lain Kapasitas yang besar, ketersediaan luas dan ramah lingkungan (Wang dkk, 2014). Penggunaan senyawa berbasis besi seperti Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , FeOOH dll telah menjadi perhatian sebab biaya pembuatan dan dampak lingkungan yang ditimbulkan rendah, yang menarik kapasitas spesifik yang dihasilkan jauh lebih tinggi dari grafit (Hang, dkk. 2007). selain itu

keberadaannya juga melimpah, murah, proses pengolahan mudah dan stabil dalam kondisi kimia. Penurunan kapasitas merupakan masalah utama yang terdapat dalam semua oksida logam transisi yang digunakan sebagai anoda dalam baterai lithium ion. Pendekatan dengan menggunakan bahan nano Fe₂O₃ layak dilakukan untuk dapat meningkatkan sifat-sifat bahan sebab struktur nano mampu memberikan reaktivitas yang tinggi dalam penyisipan ion. (Liu, dkk. 2009). Kisi kristal Fe₂O₃ mampu menyimpan enam ion Li per unit rumus dengan mekanisme interkalasi / de-interkalasi lithium ion sesuai persamaan berikut:



Penelitian untuk meningkatkan performa anoda Fe₂O₃ terutama dalam hal peningkatan kemampuan *cycle* terus dilakukan, salah satunya dengan melakukan rekayasa terhadap bentuk morfologi Fe₂O₃. Berbagai struktur telah disintesis untuk meningkatkan kemampuan Fe₂O₃ seperti *nanowires*, *nanoroads*, *nanoflakes*, *hollow spheres*, *flower* dan *ellips*. Seperti Sintesis Fe₂O₃ dengan penambahan pelarut organik PEG400 menunjukkan perubahan morfologi dari *rod-like* menjadi *plat-like*. Selain itu diketahui jika pemanasan *hydrothermal* dan komposisi akan mempengaruhi pembentukan struktur dari Fe₂O₃. Ketika *mikro-platelet* Fe₂O₃ *hexagonal* digunakan dalam baterai Li-ion kapasitas awal yang diperoleh sebesar 674,9 mAh/g (Lihong dan Yungui, 2013).

Penelitian serupa juga dilakukan namun dengan penambahan *Lysine* dan *L-arginine* dalam sintesa Fe₂O₃. *Lysine* dan *L-arginine* mampu berfungsi sebagai hidrolisis kontrol yang memungkinkan untuk penyeragaman ukuran butir. Hasil yang diperoleh menunjukkan jika penambahan *lysine* pada temperatur 180 °C akan membuat bentuk morfologi Fe₂O₃ menjadi *microspheres* sedangkan penambahan *L-arginine* membentuk morfologi Fe₂O₃ menjadi nanopartikel (Zhang dkk, 2012). Ditempat yang berbeda penelitian lain juga dilakukan dengan penambahan *Glycine* pada proses sintesis Fe₂O₃. *Glycine* yang digunakan dengan bahan FeCl₃.6H₂O untuk mensintesis Fe₂O₃ pada temperatur 140 °C. Morfologi Fe₂O₃ yang diperoleh berupa *elliptical*, kapasitas yang dihasilkan mampu mencapai hingga 1164 mAh/g. Kondisi ini menunjukkan jika komposisi *glycine*, temperatur *hydrothermal*, dan waktu *hydrothermal* sangat mempengaruhi pembentukan

morfologi anoda Fe_2O_3 , yang pada akhirnya akan berefek pada cycle dan kapasitas energi pada anoda (Wang dkk, 2014).

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesa Fe_2O_3 dengan melakukan variasi penambahan *glycine* dan temperatur Hidrothermal. *Glycine* merupakan salah satu jenis asam amino dimana penambahan *glycine* diharapkan akan menjadi kontrol *hydrolisis* sehingga, diharapkan mampu membentuk morfologi *elliptical* dan akan meningkatkan performa anoda Fe_2O_3 .

Sintesa anoda Fe_2O_3 dilakukan dengan variasi komposisi *glycine* sebesar 3 mmol, 6 mmol dan 9 mmol pada temperatur hidrothermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C. Variasi waktu dimaksudkan untuk mengetahui tingkat nukleasi pertumbuhan kristal yang akan mempengaruhi pembentukan morfologi dari Fe_2O_3 .

1.2 Perumusan Masalah

Masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana pengaruh temperatur *hidrothermal* terhadap morfologi anoda Fe_2O_3 pada proses sintesa?
2. Bagaimana pengaruh komposisi *glycine* terhadap morfologi anoda Fe_2O_3 pada proses sintesa?
3. Bagaimana pengaruh komposisi *glycine* pada sintesa anoda Fe_2O_3 terhadap performa elektrokimia baterai lithium ion ?
4. Bagaimana pengaruh temperatur *hidrothermal* pada sintesa anoda Fe_2O_3 terhadap performa elektrokimia baterai lithium ion ?

1.3 Batasan Masalah

Batasan permasalahan pada penelitian ini yaitu :

1. Ukuran butir pada prekursor dianggap homogen
2. Temperatur saat *hidrothermal* dijaga konstan

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Menganalisa pengaruh temperatur *hidrothermal* terhadap morfologi anoda Fe_2O_3 pada proses sintesa.

2. Menganalisa pengaruh komposisi *glycine* terhadap morfologi anoda Fe_2O_3 pada proses sintesa.
3. Menganalisa pengaruh komposisi *glycine* pada sintesa anoda Fe_2O_3 terhadap performa elektrokimia baterai lithium ion.
4. Menganalisa pengaruh temperatur *hydrothermal* pada sintesa anoda Fe_2O_3 terhadap performa elektrokimia baterai lithium ion.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini diharapkan

1. Mendapatkan komposisi *glycine* untuk mendapatkan performa elektrokimia terbaik dari anoda Fe_2O_3 untuk baterai lithium-ion
2. Mendapatkan berapa temperatur *hydrothermal* yang tepat untuk mendapatkan performa elektrokimia terbaik dari anoda Fe_2O_3 untuk baterai lithium-ion
3. Sebagai referensi dalam melakukan penelitian selanjutnya untuk mengembangkan baterai lithium ion

BAB 2

KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

2.1 Baterai Litium

Pada mulanya Baterai litium non-rechargeable ditemukan pada tahun 1970. Setelah itu berbagai usaha dilakukan dalam mengembangkan baterai litium rechargeable sampai 1980 tetapi gagal karena masalah keselamatan, Hal ini dipengaruhi karena sifat yang tidak stabil dari litium metal. Penelitian untuk memperoleh sel baterai terus dilakukan hingga pada tahun 1990 perusahaan sony berhasil mengkomersilkan baterai litium ion. Berikut Tabel 2.1 yang memperlihatkan rangkuman sejarah perkembangan baterai.

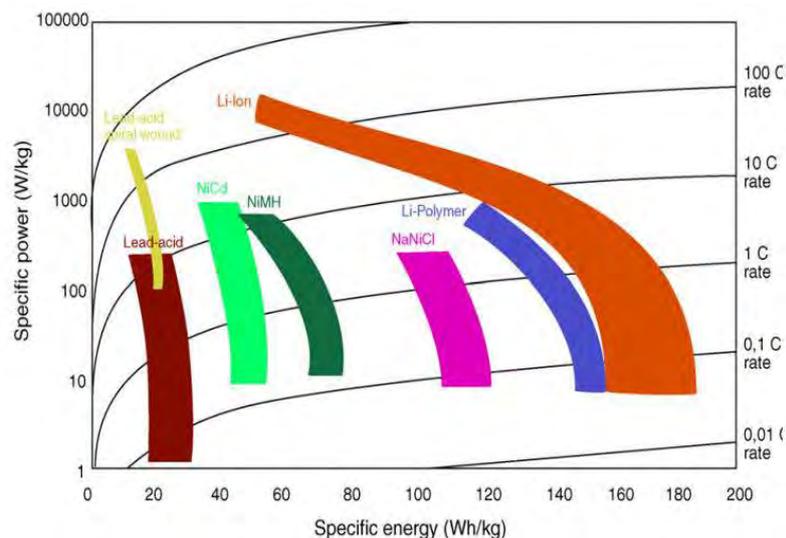
Tabel 2.1 Sejarah perkembangan baterai

Tahun	Peneliti (Negara)	Metode
1880	Volta	Penemuan baterai
1859	Plante (France)	Penemuan baterai lead-acid
1899	Jungner (Sweden)	Penemuan baterai <i>nickel - cadmium</i>
1901	Edison (USA)	Penemuan baterai <i>nickel-iron</i>
1932	Schlecht and Ackermann (Germany)	Penemuan teknik <i>sintered pole plate</i>
1947	Neumann (France)	Sukses membuat <i>sealing</i> baterai <i>nickel-cadmium</i>
1990	Sanyo (Japan)	Pengenalan pertama baterai komersial <i>NiMH</i>
1990	Sony (Japan)	Pengenalan pertama baterai komersial <i>Li-ion</i>

Sumber : Valer, 2008

Beberapa baterai yang sering digunakan dan tersedia dipasaran dengan spesifikasi tertentu diantaranya nickel-cadmium, nickel-metal hydride, dan baterai litium-ion. Litium merupakan metal yang ringan dan memiliki tegangan yang paling tinggi dibandingkan logam lainnya. Baterai litium memiliki kapasitas jenis (*Specific capacity*) yang cukup besar yakni 3.600 Ah/Kg, dari Gambar 2.1 dapat terlihat perbandingan baterai Litium ion dan lainnya. Baterai Litium ion ditemukan pertama kali pada tahun 1970 oleh M.s Whittingham dengan memanfaatkan Titanium (II) Sulfide sebagai katoda dan litium metal sebagai anoda.

Baterai litium lebih populer digunakan sebab lebih ringan, berkapasitas besar, lebih awet dan yang terpenting tidak terdapatnya efek memory hingga tidak perlu menunggu hingga baterai benar-benar kosong untuk melakukan pengisian ulang. Disamping kelebihan yang dimiliki terdapat beberapa kelemahan dari baterai litium antara lain sangat sensitif pada suhu tinggi, dapat meledak dan sering terjadi degradasi yang menyebabkan penurunan kapasitas, Namun tingginya kerapatan energi dan daya yang dimiliki baterai litium dibandingkan baterai lainnya menyebabkan pengembangan dan penelitian terhadap baterai ini terus berkesinambungan.



Gambar 2.1. Perbandingan Beberapa Teknologi Baterai pada Spesifik Power dan Spesifik Energi Density. (Rahman, 2011)

2.2 Parameter Penting Baterai

Sebagai media yang digunakan untuk mengubah energi kimia menjadi listrik terdapat beberapa parameter penting dari suatu baterai yakni:

2.2.1 Kerapatan Energi

Kerapatan energi menunjukkan seberapa besar jumlah energi yang mampu disediakan oleh sel baterai berbanding dengan masa dan volume yang dimiliki. Jika suatu baterai mampu menghasilkan kerapatan energi dua kali lebih besar dibandingkan baterai lain, secara teoritis sel tersebut mampu digunakan dua kali lebih lama dengan pemakaian beban yang sama. Kerapatan energi suatu baterai sangat ditentukan oleh komponen material aktif yang terdapat dalam sel baterai. Kerapatan energi juga dipengaruhi oleh faktor kemurnian komponen penyusun jika nilai potensial dan arus maksimum berbeda dengan nilai teoritis.

2.2.2 Temperatur Operasi

Pada umumnya sel baterai mengalami penurunan kinerja pada suhu lebih besar dari 25 °C, Kinerja suatu baterai menunjukkan kemampuan yang lebih baik jika berada dibawah suhu kritis. Dimana penurunan paling cepat terjadi ketika baterai telah mencapai temperatur diatas 55 °C .

2.2.3 Cycle

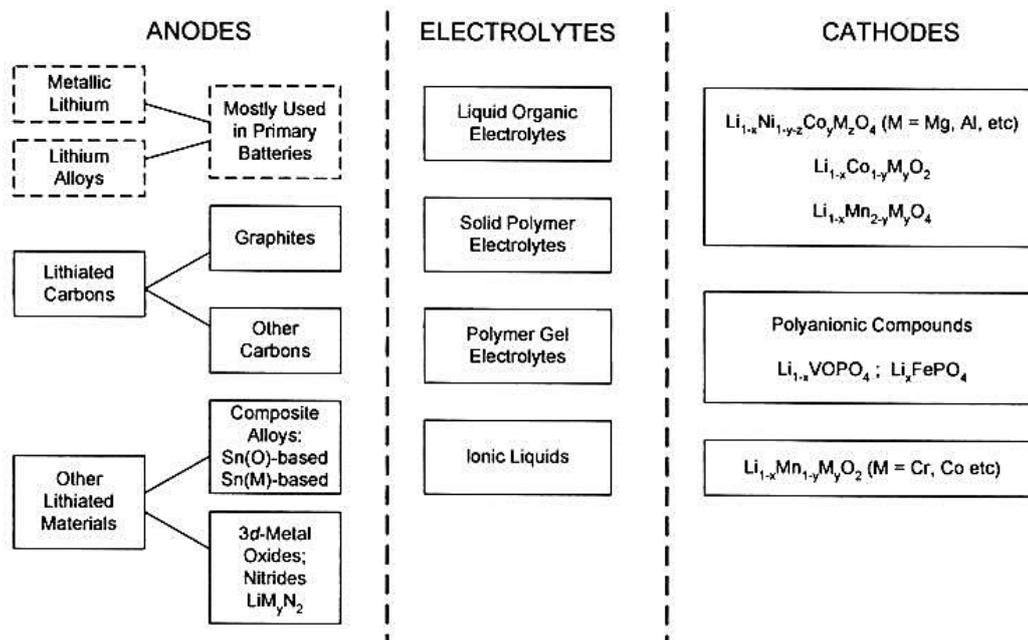
Siklus hidup atau cycle menunjukkan kemampuan pengisian dan pengosongan dalam satu siklus yang mampu diterima sebuah baterai sekunder. Sebuah baterai Ni-MH mempunyai siklus hingga 300-400 kali sedangkan baterai Ni-Cd mempunyai siklus normal hingga 600-900 kali. Pengisian berlebih pada sebuah sel baterai akan mengurangi kemampuan cycle suatu baterai.

Baterai merupakan perangkat yang mampu mengubah energi kimia yang terkandung dalam material aktif menjadi energi listrik melalui sebuah reaksi elektrokimia dengan proses oksidasi dan reduksi (Redoks). Reaksi ini melibatkan transfer elektron yang terjadi secara langsung, dimana terdapat tiga komponen utama yang terlibat.

1. Anoda atau elektroda negatif yang memberikan elektron kedalam sirkuit selama proses discharging dan mengalami oksidasi selama proses berlangsung
2. Katoda atau elektroda positif yang menerima elektron selama proses discharging.
3. Elektrolit merupakan media untuk transfer muatan ion didalam sel antara anoda dan katoda. Elektrolit biasanya berbentuk cairan namun pada beberapa baterai juga terdapat elektrolit berupa padatan.

Pada umumnya anoda dipilih karena konduktivitas yang baik, stabilitas, kemudahan fabrikasi dan biaya produksi yang rendah. Sedangkan katoda harus stabil ketika kontak dengan elektrolit dan memiliki tegangan kerja yang baik. Untuk elektrolit bahan yang digunakan haruslah memiliki konduktivitas ionik yang baik. Karakteristik penting lainnya yakni tidak reaktif dengan bahan elektroda dan biaya pembuatan rendah. Secara fisik baik anoda dan katoda terisolasi dalam sel untuk mencegah hubungan arus pendek, namun tetap dihubungkan dengan elektrolit.

Untuk memperoleh baterai dengan kapasitas dan performa yang baik perlu diperhatikan dalam penentuan material yang digunakan sebagai anoda dan katoda. Gambar 2.2 memperlihatkan kombinasi material anoda, elektrolit dan katoda yang biasanya digunakan pada baterai litium ion.



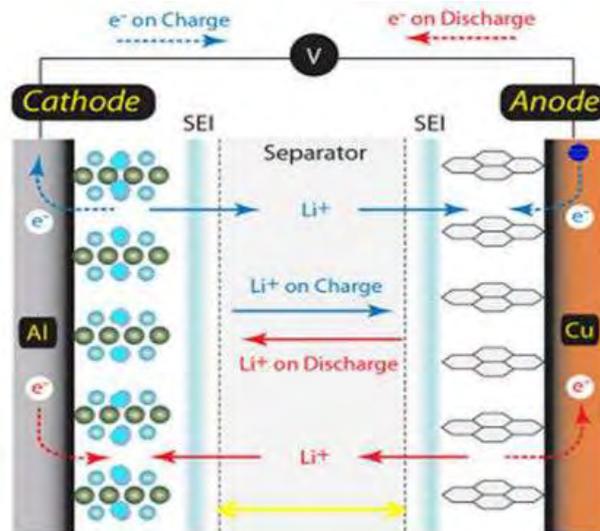
Gambar 2.2 : Kombinasi Komponen Baterai Ion Litium (Walter, 2002)

Pada umumnya material yang digunakan sebagai material katoda dapat berupa Litium atau paduannya sedangkan untuk bahan anoda dapat menggunakan karbon atau grafit. Namun kapasitas spesifik yang dimiliki oleh grafit hanya berkisar 372 mAh/g selain itu tidak dapat digunakan dalam kondisi *high rate power* hal ini disebabkan potensial sel akan mengalami drop ketika diberikan arus yang cukup besar. Untuk menggantikan fungsi grafit maka yang menjadi kandidat potensial ialah penggunaan oksida logam transisi seperti Fe_2O_3 , NiO, Co_3O_4 dan lainnya yang mampu menghasilkan kapasitas tinggi hingga lebih dari 700 mAh/g (Wu dkk, 2014). Diantara bahan-bahan tersebut Fe_2O_3 lebih menarik perhatian sebab secara teoritis kapasitas yang dimiliki cukup besar 1005 mAh/g, murah, ramah lingkungan, dan tersedia dalam jumlah besar (Wang dkk, 2014)

2.3 Prinsip Kerja Baterai Litium

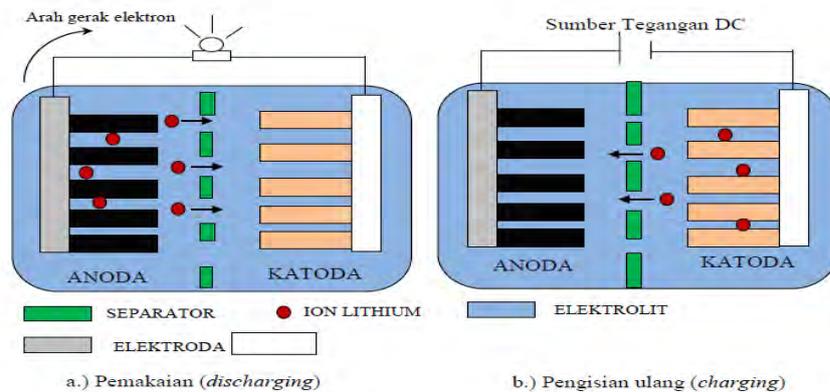
Prinsip kerja Baterai Litium memanfaatkan reaksi reduksi dan oksidasi untuk menghasilkan listrik pada kedua elektrodanya. Pada umumnya, Katoda dan

Anoda terdiri dari dua bagian, yaitu material aktif sebagai tempat keluar masuknya ion Litium dan Pengumpul electron sebagai *collector current*.



Gambar 2.3 Reaksi Baterai Litium dan Permukaan Lapisan SEI (Subhan, 2011)

Reaksi yang terjadi pada sistem litium ion baterai merupakan reaksi redoks atau reaksi reduksi dan oksidasi. Reaksi reduksi merupakan reaksi penambahan elektron sedangkan reaksi oksidasi merupakan reaksi pelepasan elektron. Pada proses saat penggunaan listrik atau *discharging* elektron akan mengalir dari anoda menuju katoda melalui kabel konektor sedangkan litium yang berada pada sistem akan terlepas dari anoda akibat kekurangan elektron dan berpindah menuju katoda melalui elektrolit. Sebaliknya pada proses pengisian atau *Charging* elektron dari katoda akan mengalir menuju anoda sedangkan ion litium dalam sistem akan berpindah dari katoda menuju anoda melalui elektrolit Prinsip kerja baterai litium-Ion ini adalah sebagai berikut.



Gambar 2.4 Proses Charging dan Discharging (Rohman, 2012)

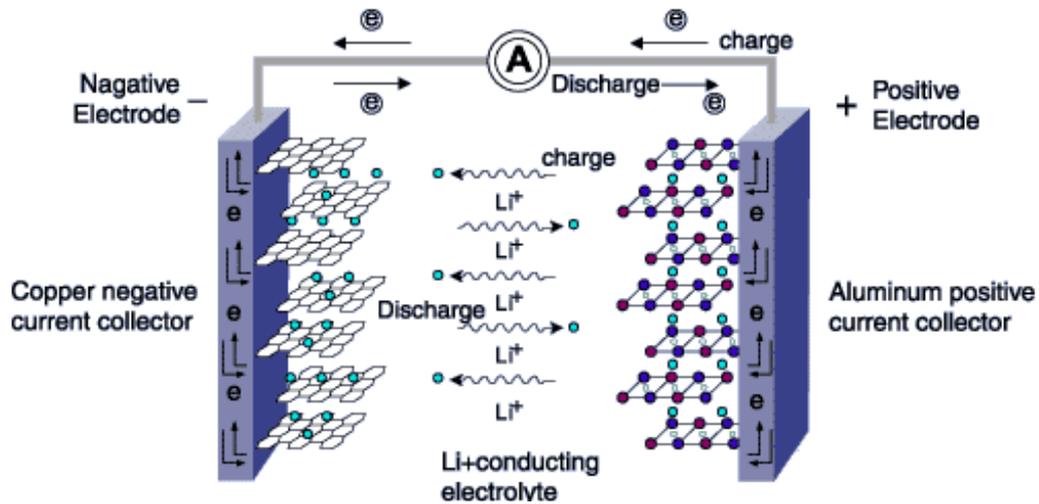
Ketika Anoda dan Katoda terhubung maka electron akan mengalir dari Anoda menuju Katoda, maka listrik pun akan mulai mengalir. Dibagian dalam baterai terjadi sebuah proses pelepasan Ion litium pada Anoda, kemudian Ion tersebut akan berpindah menuju Katoda melalui Elektrolit, untuk Proses pengisian baterai, berbanding terbalik dari proses ini.

2.4 Dasar-Dasar Elektrokimia

Elektrokimia merupakan sifat-sifat dan reaksi kimia yang melibatkan ion-ion didalam larutan atau padatan. Dalam rangka mempelajari sifat-sifat itu, pada umumnya elektrokimia dibangun dari sel-sel. Sebuah tipe sel terdiri dari dua elektrode, katode dan anode, didalam elektrolit ion-ion melakukan kontak. Sel galvanic adalah sel elektrokimia yang dapat mengkonversikan energi kimia menjadi energi listrik. Sel galvanic membangkitkan listrik yang disebabkan reaksi elektrode spontan didalamnya.

Pada tipe arus baterai litium-ion, biasanya katoda (elektroda positif) terdiri dari material dengan struktur berlapis, seperti transisi litium metal oxides dan anoda (elektroda negatif) terbuat dari material graphite berlapis karbon seperti natural graphite dan material karbon namun dalam penelitian ini akan digunakan bahan berupa oksida logam yakni Fe_2O_3 . Sedangkan untuk Elektrolit *non-aqueous* (contoh $LiPF_6$ dalam ethylene carbonate/ dimethyl carbonate) dengan

separator atau gel polimer atau selektrolit polimer padat yang ditempatkan antara elektroda sebagai tempat untuk transfer ion. Diagram skema proses charge/discharge didalam baterai litium-ion rechargeable ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Prinsip Operasi baterai Litium Ion Selama *Charge* dan *Discharge* (Wakihara, 2001)

Mekanisme dari baterai litium-ion dapat dilihat seperti aliran ion litium dalam baterai antara anoda dan katoda, dan pada saat yang sama, transportasi elektron luar baterai (sirkuit eksternal) antara anoda dan katoda. Ion-ion litium yang berada didalam katoda. Sel-sel tersebut memerlukan charge terlebih dahulu untuk mengalirkan ion-ion litium menjadi de-interkalasi dari katoda dan menyebar melalui elektrolit menuju anoda. selama proses discharge, ion-ion litium keluar dari anoda dan menyisip kedalam katoda melalui elektrolit. Proses interkalasi merupakan proses saat suatu ion atau molekul tersisipkan di antara celah van der waals partikel padat atau molekul lain. Saat bekerja sebagai sumber listrik, elektroda positif akan bekerja sebagai tempat interkalasi ion litium dan elektroda negatif sebagai tempat de-interkalasi ion litium dimana terjadi oksidasi dengan melepas sejumlah elektron dan ion Li^+ . Sedangkan saat baterai mengalami pengisian ulang terjadi proses elektrolisis dimana terjadi oksidasi pada elektroda positif dan terjadi interkalasi pada elektroda negatif dimana ion litium akan

menyusup pada celah-celah anoda. Rangkaian dari ion-ion litium dan elektron-elektron terjadi secara bersama-sama dari reaksi tersebut, $\text{Li} \rightarrow \text{Li}^+ + \text{e}^-$, dimana katoda dioksidasi dan anoda direduksi selama proses charge. Reaksi-reaksi yang terlibat dalam proses charge dan discharge pada anoda Fe_2O_3 digambarkan seperti dibawah

Discharge



Charge



Reaksi keseluruhan:



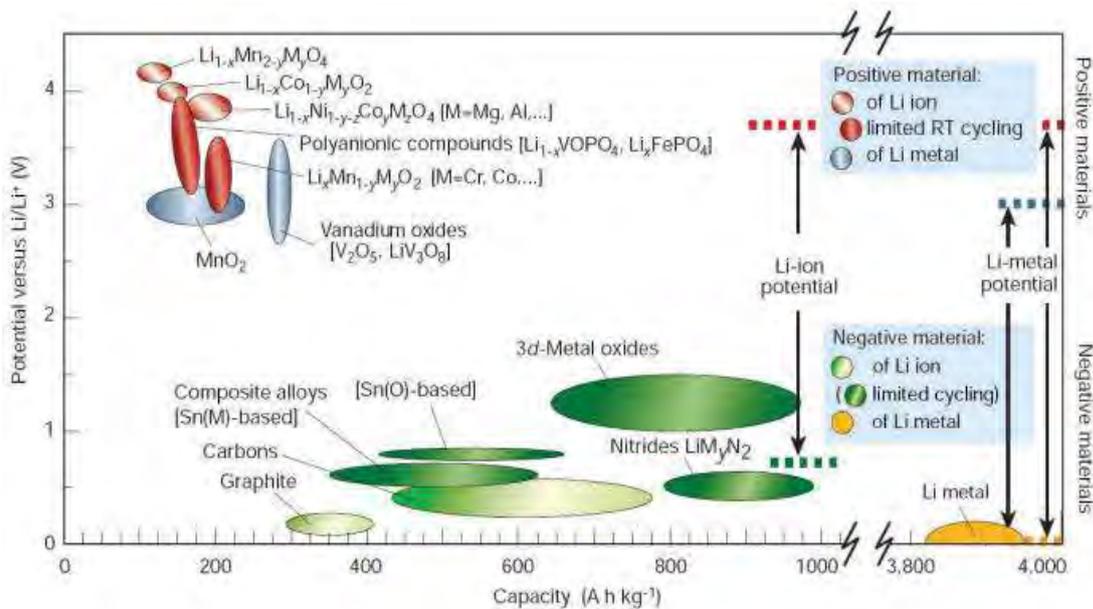
Kemampuan elektroda harus dapat mengalirkan ion-ion lithium dan elektron-elektron, dengan demikian elektroda harus memiliki konduktifitas ionik dan konduktifitas elektronik yang baik. Ion-ion litium (Li^+) bergerak bolak-balik antara katoda dan anoda selama proses charge dan discharge, yang mana dapat menyebabkan perbedaan potensial sekitar 3 volt antara dua elektroda, sedangkan kapasitas baterai tergantung jumlah ion litium yang dapat keluar dari katoda. Nama litium ion untuk baterai karena mekanisme yang sederhana yaitu transfer ion-ion litium diantara anoda dan katoda.

Baterai litium ion tersusun atas 4 kelompok utama yakni Katoda, anoda, elektrolit dan separator. baterai litium saat ini banyak menggunakan bahan material LiCoO_2 sebagai katoda, graphite sebagai anoda dan campuran LiPF_6 , EC, DEM, dan DMC sebagai elektrolit dan polypropylene sebagai separatornya. Yang menjadi perhatian saat ini ialah kapasitas energi yang dimiliki karbon yang relatif rendah, yakni hanya berkisar 372 mAh/g. oleh sebab itu penelitian mulai beralih untuk memanfaatkan oksida logam sebagai pengganti karbon. Salah satunya yang memiliki potensi yakni penggunaan Fe_2O_3 .

2.5. Karakteristik Anoda Baterai Litium Ion

Anoda pada umumnya tersusun atas 2 bagian yaitu bagian pengumpul elektron dan material aktif. Untuk bagian pengumpul elektron biasanya menggunakan lapisan film tembaga, selain stabil, harga relatif murah. Sedangkan pada bagian material aktif, tidak menggunakan logam litium secara langsung, namun menggunakan material karbon.

Potensial teoritis bergantung dari jenis bahan aktif yang digunakan dalam sel baterai. Kondisi ini dapat diketahui dari data energi bebas atau potensial elektroda standar pada Gambar 2.6 terlihat ringkasan tegangan dan kapasitas dari beragam bahan elektroda



.Gambar 2.6 Katoda dan Anoda Material untuk Generasi Selanjutnya Baterai Lithium (Wang, 2012)

Penggunaan bahan karbon sebagai elektroda negatif memiliki kekurangan yakni terjadi *irreversible capacity*. Yaitu, jika baterai dialiri listrik dari luar untuk pertama kalinya dari keadaan kosong, maka ketika digunakan, besar kapasitas / energi yang dilepas tidak sama ketika proses pengisian selain itu rendahnya kapasitas spesifik yang dimiliki oleh karbon hanya berkisar 372 mAh/g menyebabkan penggunaan oksida logam teransisi seperti Fe₂O₃ dapat menjadi solusi. Akan tetapi kunci dari pengembangan anoda ini adalah tidak hanya pada

kepadatan energi yang tinggi namun juga siklus pemakaian (cyclability). Fe_2O_3 memiliki stabilitas cycle yang rendah selain itu akibat konduktivitas yang rendah menyebabkan degradasi kinerja dari Fe_2O_3 saat pengisian dan pemakaian pada kepadatan arus yang tinggi.

2.6 Material Anoda Fe_2O_3

Beberapa karakteristik yang harus dipenuhi suatu material yang akan digunakan sebagai anoda antara lain material tersebut terdiri dari ion yang mudah melakukan reaksi reduksi dan oksidasi, memiliki konduktivitas yang tinggi seperti logam, memiliki kerapatan energi yang tinggi, memiliki kapasitas energi yang tinggi, memiliki kestabilan yang tinggi (tidak mudah berubah strukturnya atau terdegradasi baik saat pemakaian maupun pengisian ulang), harganya murah dan ramah lingkungan.

Parameter untuk dapat meninjau besarnya arus yang dapat disimpan maka dapat dilihat dari kapaistas spesifik dengan satuan mAh/g yang berdefinisi sebagai besarnya arus yang dapat disimpan per berat bahan untuk tiap satuan waktu. Jika ditinjau untuk sebuah anoda semakin tinggi nilai kapasitas spesifik suatu material pembentuk anoda maka semakin cepat pula durasi pengisian baterai, begitu pula sebaliknya pada katoda semakin tinggi nilai kapasitas spesifik pada suatu material maka semakin cepat durasi pemakaian. parameter keandalan dari sebuah baterai litium ion ditentukan dari tingginya kapasitas spesifik dari anoda dan rendahnya kapasitas spesifik dari katoda, hingga menyebabkan baterai memiliki durasi pengisian yang cepat dengan durasi pemakaian yang lama.

Tabel 2.2 Eksperimen potensial dan kapasitas teoritik dari metal oksida

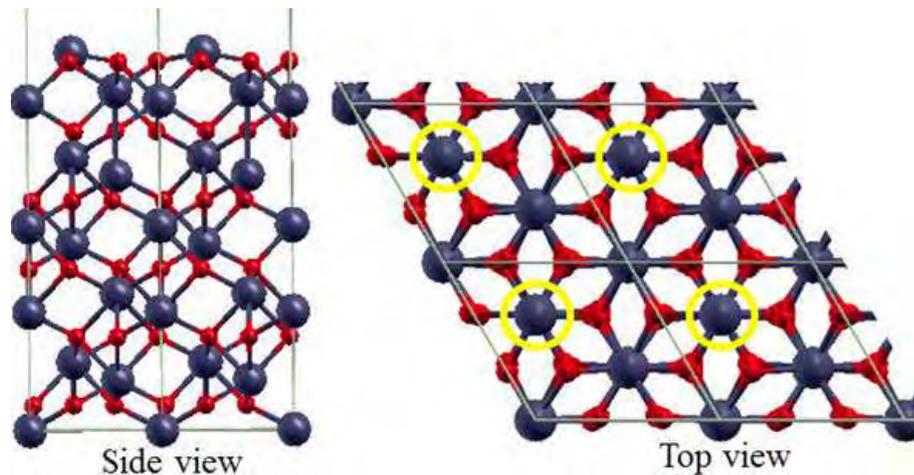
Metal oxides		E/V	Q_s/mAhg^{-1}
Cobalt oxides	Co_3O_4	1.1	890
Chromium oxides	Cr_2O_3	0.2	1058

Copper oxides	CuO	1.4	674
Iron oxides	Fe ₂ O ₃	0.8	1005
	Fe ₃ O ₄	0.8	926
Manganese oxides	MnO ₂	0.4	1233
Molybdenum oxides	MoO ₃	0.45	1117
Nickel oxides	NiO	0.6	718
Ruthenium oxides	RuO ₂	0.9	806
Zinc oxides	ZnO	0.5	658

Sumber : Wang, 2014

Fe₂O₃ merupakan salah satu materia yang paling potensial untuk menggantikan karbon sebagai anoda pada baterai sekunder litium, hal ini disebabkan kelebihan yang dimiliki antara lain kapasitas yang besar, biaya yang murah, dan pembuatannya yang sederhana. Sifat electrochemical dari material ini tergantung pada tahap persiapannya dan bahan campuran saat pembuatan baterai (Wang dkk, 2014). Berbagai macam persiapan untuk pembuatan anoda Fe₂O₃ untuk dilakukan untuk mendapatkan sifat electrochemical yang baik seperti dengan sintesis dengan metode microwave, metode hydrothermal, metode sol-gel, metode spray drying, dan penambahan polimer. Penelitian dilakukan untuk mengubah bentuk morfologi pada anoda Fe₂O₃ hal tersebut disebabkan Kondisi morfologi akan secara langsung mempengaruhi kemampuan elektrokimia dari anoda baterai litium ion.

Besi (III) oksida memiliki rumus kimia Fe₂O₃ dengan massa molar 159.69 g/mol, memiliki bentuk padatan dengan warna merah kecoklatan. Fe₂O₃ memiliki densitas 5.242 g/cm³ saat berupa padatan dengan titik lebur mencapai 1566 °C. Fe₂O₃ yang paling umum ialah dalam bentuk α-Fe₂O₃ dengan struktur kristal rhombohedral. Senyawa ini bersifat antiferromagnetic pada suhu dibawah 260 K



Gambar 2.7 Struktur Kristal Fe_2O_3 (Dzade,2014)

Fe_2O_3 telah memenuhi beberapa kriteria untuk dapat digunakan sebagai anoda antara lain kapasitas teoritiknya mencapai 1005 mAhg^{-1} keberadaan melimpah, murah, proses pengolahan mudah dan stabil dalam kondisi kimia. Namun terdapat beberapa kekurangan yang dimiliki Fe_2O_3 antara lain seperti lemah dalam mempertahankan *cyclibilitas*, dan dapat mengalami degradasi terutama saat pemakaian dengan kepadatan arus yang tinggi. Untuk itu telah banyak penelitian yang dilakukan untuk meningkatkan performa elektrokimia Fe_2O_3 , antara lain dengan melakukan rekayasa terhadap bentuk morfologi Fe_2O_3 . Penelitian yang dilakukan sebelumnya menunjukkan jika parameter reaksi memiliki efek penting terhadap pembentukan morfologi, beberapa parameter antara lain suhu hidrothermal, penambahan zat glycine dan waktu hidrothermal (Wang dkk, 2014)

2.7 Penambahan Glycin

Glycin lebih dikenal sebagai sebuah asam amino non-esensial dengan formula $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$. Pada penelitian yang dilakukan Wang menunjukkan penambahan glisin mampu membentuk morfologi Fe_2O_3 menjadi eliptical, sebaliknya ketika tidak menggunakan glisin diperoleh partikel yang tidak teratur pada fasa campuran heksagonal besi oksida selain itu penggunaan glisin mampu menjaga kemurnian Fe_2O_3 (Wang dkk, 2014). Glysin seperti halnya lycine dan L-

arginine merupakan jenis asam amino, Dimana penelitian yang dilakukan Jingjing Zhang menunjukkan jika baik glisine, lycine dan L-arginine mampu menjadi agen kontrol hidrolisis (Zhang, 2014).

Seperti diketahui jika pH asam amino tergantung jumlah kedua kelompok amino dan kelompok asam karbosilat dalam struktur molekul, mekanisme hydroxides dari glysin dapat terlihat pada persamaan dibawah ini :



Glycin dapat bekerja sebagai agen hidrolisis dalam mengendalikan pembentukan Fe_2O_3 selama proses hidrotermal. Dengan hidrolisis semakin banyak OH dan peningkatan pH yang mambantu pembentukan fase $\text{Fe}(\text{OH})_3$ yang akhirnya membentuk Fe_2O_3 dari *dehydration hidroksida*.

Hidrolisi merupakan reaksi kimia yang memecahkan molekul air (H_2O) menjadi kation hidrogen (H^+) dan anion hidroksida (OH^-) pada suatu proses kimia. Jika berada dalam larutan glisin dapat bertindak sebagai amphoteric, sehingga mampu bereaksi dalam kondisi basah maupun dalam kondisi asam. Dalam penelitian ini akan dilakukan variasi terhadap komposisi glysin yakni pada komposisi 3 mmol, 6 mmol dan 9 mmol. Variasi ini dilakukakan untuk mengetahui pengaruh penambahan glysin terhadap bentuk morfologi dan berapa komposisi maksimal untuk mendapatkan anoda Fe_2O_3 dengan performa elektrokimia yang baik.

2.8 Variasi Temperatur Hidrothermal

Metode hidrotermal merupakan salah satu metode yang digunakan dalam proses sintesa pengolahan material nano struktur untuk berbagai aplikasi teknologi seperti elektronik, optoelektronik, katalisis, keramik, penyimpanan data magnetik, biomedis, biophotonik, dan lain-lain. Istilah ‘Hidrotermal’ sendiri merupakan istilah geologi yang pertama kali digunakan oleh ahli Geologi Inggris, Sir Roderick Murchison (1792-1871)

Transformasi hidrotermal selalu mempertimbangkan modifikasi dari presipitat, pembentukan gel atau flokulasi yang dipengaruhi oleh temperatur, pemeraman atau kematangan dari *mother liquor* (biasanya air). Transformasi ini selalu berada pada temperatur yang lebih rendah (100-300°C). Beberapa faktor yang mempengaruhi pada proses hidrotermal pada padatan ini antara lain adalah pH, temperatur, tekanan, waktu dan konsentrasi dimana transformasi pada proses hidrotermal berbeda dengan metode-metode lain. Perbedaannya yaitu selama proses hidrotermal seperti presipitasi, pencucian, pengeringan, dan tekanan

Tinggi rendahnya temperatur pada proses hidrothermal akan mempengaruhi tingkat nukleasi pertumbuhan kristal. Pada penelitian ini temperatur hidrothermal yang digunakan berkisar antara 140, 160 dan 180 °C. Variasi ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh temperatur hidrothermal terhadap pertumbuhan kristal pada anoda Fe₂O₃

Alat untuk proses hidrothermal terdiri dari bejana baja yang bagian dalamnya terdapat wadah dari PTFE (*politetrafluoroetilen*) atau teflon sebagai tempat reaksi. PTFE atau Teflon digunakan didalam bejana karena teflon adalah bahan inert sehingga tidak bereaksi dengan reaktan. Teflon akan menjadi media yang mendukung untuk melarutkan sampel dengan cepat dalam asam kuat atau alkalines. PTFE memiliki kegunaan untuk tahan pada temperatur tinggi. Namun PTFE memiliki dua sifat yang membuatnya kurang sempurna dalam aplikasinya:

1. PTFE memiliki kecenderungan untuk mengalir di bawah tekanan atau beban. Ini terjadi pada temperatur kamar dan diperlukan tekanan. Pada temperatur yang lebih tinggi dari 150⁰C efek creep menjadi lebih jelas yang membuatnya sulit untuk mempertahankan segel yang ketat sehingga terjadi deformasi dan akan memperpendek umur komponen PTFE. Pengaruh creep yang terjadi sebanding dengan temperatur operasi maksimum.
2. PTFE merupakan bahan berpori sehingga bisa terjadi migrasi uap di segel penutup dan melalui dinding bagian dalamnya sendiri. Jumlah zat terlarut hilang dengan cara ini selama proses pemanasan normal, namun migrasi uap akan terjadi dan sering akan menghasilkan perubahan warna pada dinding logam bagian dalam tubuh vessel dan tutup.

(Yuan, 2007) menyebutkan bahwa proses hidrothermal ini memiliki beberapa keuntungan seperti pengontrolan bentuk dan ukuran dari serbuk, penggunaan temperatur yang rendah selama proses, tingkat kehomogenitasan yang tinggi, biaya operasional yang rendah dan juga proses sintesa yang mudah.



Gambar 2.8 Alat Hidrothermal PTFE (Teflon)

Dalam semua reaksi, Teflon tidak perlu benar-benar diisi penuh karena disana harus ada ruang untuk uap di atas permukaan larutan. Ketika bekerja dengan bahan anorganik, total volume muatan tidak boleh melebihi dua pertiga (66%) dari kapasitas cangkir Teflon.

Pada proses sintesa Fe_2O_3 bahan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, glicine dan ammonia akan dimasukan kedalam teflon-line autoclave selama 10 jam. Setiap bahan dilakukan variasi temperatur untuk mendapatkan hubungan antara temperatur dan komposisi glisine terhadap pembentukan morfologi anoda Fe_2O_3 , variasi temperatur yang diberikan berkisar antara $140\text{ }^\circ\text{C}$, $150\text{ }^\circ\text{C}$ dan $180\text{ }^\circ\text{C}$.

2.9 Elektrolit

Elektrolit merupakan komponen penting dalam sebuah baterai litium ion. Kebanyakan elektrolit yang digunakan pada baterai ion litium adalah LiPF_6 , karena memberikan konduktivitas ionic sebesar 10^{-3} S/cm , memiliki jumlah transfer ion litium yang tinggi sebesar ($\sim 0,35$) dan faktor keselamatan yang baik (David, 2002)

Tabel 2.3. Elektrolit Yang Digunakan pada *Cell Coin* Ion Lithium

Nama Umum	Rumus	Mol. Wt(g/mol)	Pengotor khas	Keterangan
Litium hexafluorophosphate	LiPF ₆	151.9	H ₂ O(15ppm)	Paling umum digunakan
Litium tetrafluoroborate	LiBF ₄	93.74	H ₂ O(15ppm) HF (75ppm)	Hygroscopic lebih rendah dari LiPF ₆
Litium perchlorate	LiClO ₄	106.39	H ₂ O(15ppm) HF(75ppm)	Ketika kering, kurang stabil dibanding alternatif
Litium hexafluoroarsenate	LiAsF ₆	195.85	H ₂ O(75ppm) HF(15ppm)	mengandung arsenik
Litium triflate	LiSO ₃ CF ₃	387	N/A	Al korosi dibawah 2.8 stabil untuk air
Litium bisperfluoroethanesu lfonimide (BETI)	LiN(SO ₂ C ₂ F ₃) ₂	387	N/A	Tidak Al korosi dibawah 4.4 v, stabil untuk air

Sumber: David dkk, 2002

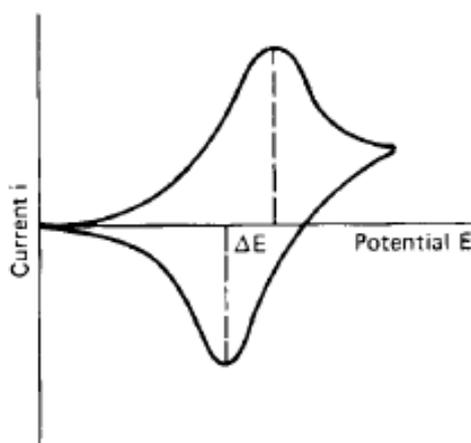
2.10 *Cyclic Voltammetry* (CV)

Cyclic Voltammetry merupakan suatu metode elektroanalisis yang didasarkan pada prinsip elektrolisis dari suatu larutan yang mengandung analit elektroaktif dan reaksi terjadi pada elektroda logam dengan larutan elektrolitnya. Elektroda pada sel elektrokimia terdiri dari elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda bantu. Elektroda kerja adalah tempat terjadinya reaksi elektrokimia yang diamati seperti arus yang dihasilkan., *cyclic voltammetry* adalah satu dari beberapa teknik yang tersedia dan sering digunakan dalam menganalisa proses elektrokimia. Teknik yang sangat esensial diaplikasikan dengan memberikan *range* tegangan yang berubah sesuai dengan karakteristik daripada elektroda. *Scan* tegangan biasanya dipakai ± 2 V dari potensial tegangan istirahat setelah proses

reaksi pada elektroda telah terlalui. Pada umumnya, mesin yang ada di pasaran yang tersedia mempunya *scan* tegangan dengan *range* ± 5 V. (Han, 2004).

Dengan pengaplikasian tegangan yang tercapai pada saat potensial yang *reversible* pada proses di elektroda, aliran arus yang kecil, nilai yang akan dengan cepat tapi kemudian menjadi nilai potensial yang terbentuk diatas nilai potensial standar dengan efek adanya pelemahan reaksi. Pelemahan reaksi membentuk adanya profil konsentrasi dimana tersebar sampai ke dalam campuran larutan. Dengan menyebar ke larutan, maka kecepatan dari perpindahan difusi pada permukaan elektroda dan yang dapat diteliti adalah arusnya.

Cyclic voltammetry menyediakan informasi yang kualitatif dan kuantitatif daripada proses yang terjadi di dalam elektroda. Proses reversibel, reaksi difusi yang menampilkan adanya 2 puncak yang bersimetri,

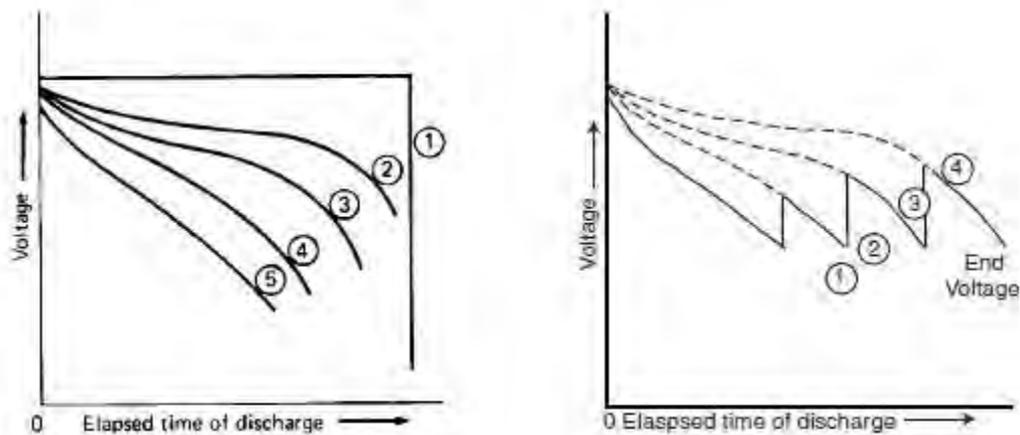


Gambar 2.9 *Cyclic Voltammogram* pada Proses Difusi *Reversible* yang Terkontrol. (Han, 2004)

Pada kasus yang ideal, nilai dari ΔE pada sistem ini, hampir mendekati 0. Untuk proses *quasi – reversible*, puncak arus lebih terpisah, dan bentuk dari puncak tidak terlalu tajam dan biasanya lebih berbentuk melingkar yang seperti ditunjukkan pada Gambar 2.9 Jika mengesampingkan adanya kesalahan dalam grafik, metode CV ini merupakan metode yang sensitif, akurat dan baik untuk menganalisa proses fenomea elektrokimia pada sistem pengembangan baterai. (Han, 2004)

2.11 Charge – discharge

Pengujian charge discharge digunakan untuk mengetahui kemampuan suatu material untuk menyimpan energy. Kapasitas energy atau muatan dinyatakan dalam satuan mAh/gram. Pada arus yang rendah secara ekstrim nilai *discharge* bisa mencapai tegangan teoritis dan kapasitas teoritis. Tetapi dengan semakin waktu dari pengisian ulang akan menjadikan penurunan pada kapasitas. Dengan menaiknya aliran aurs, maka tegangan pengisian ulang akan naik, dan *slope* dari kurva *discharge* menjadi lebih bisa ditampilkan, kemampuan kerja dari *life*, kapasitas *Coloumbic*, nilai kapasitas spesifik akan menjadi turun semua. (John, 2004)



Gambar 2.10 Karakteristik dari *Discharge* Terhadap Level Tegangan (David, 2004)

Tegangan akan naik dan *discharge* akan berlanjut terus menuju nilai yang spesifik sampai tegangan berakhir, dan seterusnya. Kemampuan unjuk kerja dapat ditentukan pada *rate* dari masing – masing *discharge* tapi untuk melengkapi kurva *discharge* untuk *rates discharge* yang rendah, sebagai yang ditunjukkan pada kurva dengan ditunjukkan pada porsi masing–masing kurva. Dalam beberapa kali interval diijinkan diantara nilai *discharged* untuk baterai yang di equivalenkan dengan nilai *discharge* pada *rate* yang terendah secara terus–menerus.

2.12 Penelitian Sebelumnya

Untuk dapat memperbaiki kelemahan yang dimiliki Fe_2O_3 berbagai cara telah dilakukan. Salah satu teknik yang cukup populer yakni dengan melakukan rekayasa terhadap morfologi dari Fe_2O_3 . Penelitian-penelitian untuk mengembangkan anoda Fe_2O_3 dengan menggunakan metode hydrothermal dapat terlihat pada Tabel 2.4

Tabel 2.4 Kajian Penelitian Sebelumnya

No	Peneliti	Variasi	Hasil	
1	Xia Wang, Ying Xiao, Changwen Hu, Minhua Cao (2014)	Material Bahan Temperatur Hydrothermal Waktu hydrothermal	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanoellipse $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, glycine, ammonia, ethanol, PVD, SA 140 °C 10 jam	Pengikat dengan SA mampu memberikan kapasitas stabil sebesar 1164 mAh/g pada densitas arus 100 mA/g selama lebih dari 60 cycle sedangkan dengan pengikat PVDF kapasitas mengalami penurunan yang sangat drastis dari 1520 hingga mencapai 680 mAh/g selama 60 cycle
2	Jingjing Zhang, Yifan Sun, Yu Yao, Tao Huang, Aishui Yu (2012)	Material Bahan Temperatur Hydrothermal Waktu	Fe_2O_3 microspheres Fe_2O_3 nanoparticles $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, lycine, L- arginin 180 °C 4, 8, 12 jam	Dengan menggunakan lycine diperoleh morfologi Fe_2O_3 microspheres dengan kapasitas yang diperoleh sebesar 705 mAh/g setelah 430 cycle dengan densitas arus 100 mA/g sedangkan untuk penambahan L-arginin diperoleh morfologi Fe_2O_3 nanoparticles dengan kapasitas yang lebih rendah

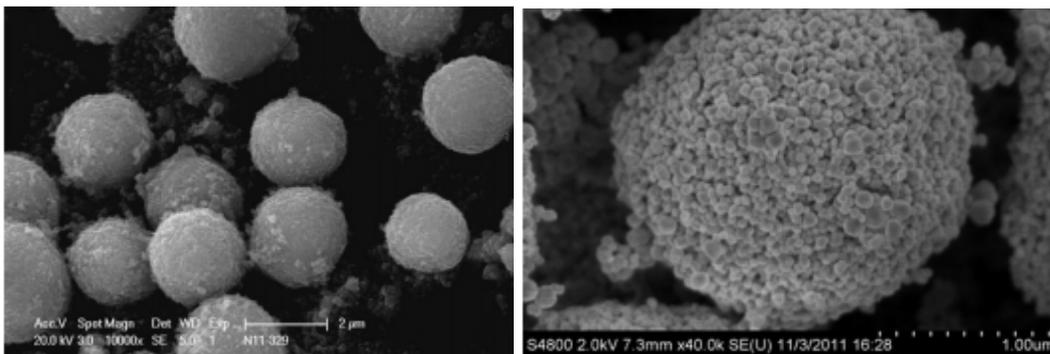
Hydrothermal

3	Yanna NuLi, Peng Zhang, Zaiping Guo, P. Munroe, Huakun Liu (2008)	Material	α -Fe ₂ O ₃ submicro-flowers	Hasil yang diperoleh kapasitas discharge awal sebesar 1248.1 mAh/g pada kepadatan arus 20 mA/g densitas arus terus meningkat hingga mencapai 100 mA/g
		Bahan	PEG-600, methanol, FeCl ₃ , NaOH	
		Temperatur Hydrothermal	160 °C	
		Waktu Hydrothermal	24 jam	
4	Hanfeng Liang, Wei Chen, Yiwen Yao, Zhoucheng Wang, Yong Yang (2014)	Material	α -Fe ₂ O ₃ microspheres	penelitian ini menunjukkan pentingnya natrium sitrat sebagai bahan pembentuk α -Fe ₂ O ₃ microspheres, hasil yang diperoleh yakni kapasitas discharge sebesar 1453 mAh/g setelah 50 cycle
		Bahan	K ₃ [Fe(CN) ₆], sodium citrate, and NaOH,	
		Temperatur Hydrothermal	180 °C	
		Waktu tahan Hydrothermal	12 jam	
5	Huang Lihong, Chen Yungui	Material	α -Fe ₂ O ₃ hexagonal micro-platelets	penelitian ini menunjukkan pentingnya penggunaan PEG 400 untuk pembentukan struktur

(2013)	Bahan	PEG400, Fe(NO ₃) ₃ , NaOH, Fe(OH) ₃	mikro platelike α -Fe ₂ O ₃ dimana kapasitas yang mampu dicapai sebesar 674.9 mAh/g
	Temperatur Hidrothermal	160 °C	
	Waktu tahan Hidrothermal	20 jam	

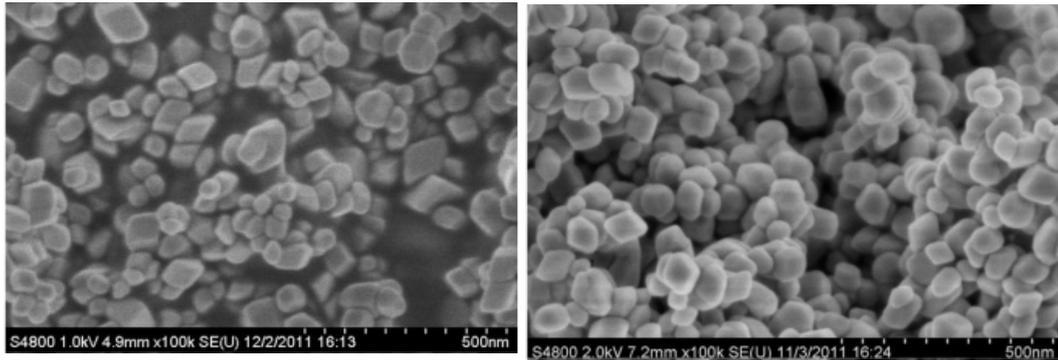
2.13 Penambahan Lysine dan Arginine Dalam Sintesis Fe₂O₃

Zhang melakukan penelitian dengan menggunakan bahan tambahan yakni lysine dan L-arginin pada temperatur hidrothermal 180 °C pada waktu 4, 8, dan 12 jam. Hasil yang diperoleh menunjukkan penambahan lysine mengakibatkan morfologi Fe₂O₃ menjadi microspheres seperti terlihat pada Gambar 2.9



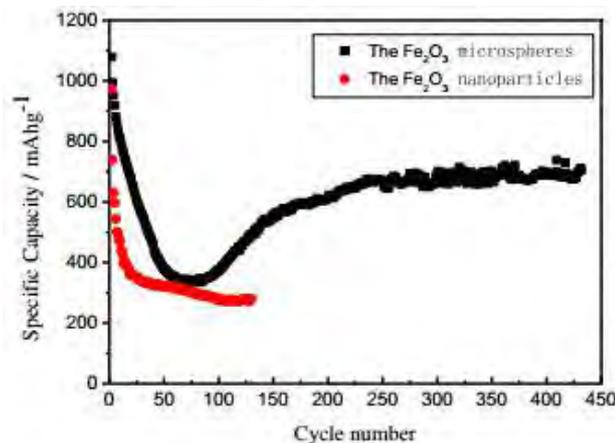
Gambar 2.11 Morfologi dari Fe₂O₃ Microspheres (Zhang, 2012)

Sedangkan jika dilakukan penambahan L-arginine dalam sintesa Fe₂O₃ akan membentuk nanopartikel, seperti terlihat pada Gambar 2.10.



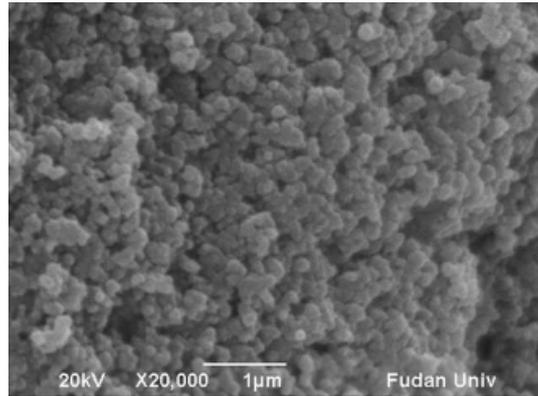
Gambar 2.12 Morfologi Fe₂O₃ Nanoparticles (Zhang, 2012)

Lycine dan L-arginine berfungsi sebagai agen kontrol hidrolisis selama proses sintesa berlangsung. Perubahan bentuk morfologi akan mempengaruhi kemampuan atau performa dari elektroda hal ini dapat terlihat pada Gambar 2.11 dimana menunjukkan cycling performa yang dihasilkan Fe₂O₃ microspheres dan Fe₂O₃ nanoparticles dengan kepadatan arus 100 mA/g. dari grafik dapat terlihat jika Fe₂O₃ microspheres memperlihatkan kapasitas reversible yang tinggi mencapai 705 mAh/g setelah 430 cycles berbeda dengan yang dihasilkan Fe₂O₃ nanoparticles.



Gambar 2.13 Cycling Performa dari Fe₂O₃ Microspheres dan Fe₂O₃ Nanoparticle dengan Kepadatan Arus 100 mA/g (Zhang, 2012)

Menariknya pada akhir 130 cycles, Fe₂O₃ microshere menunjukkan trend yang stabil. Fenomena ini terjadi akibat hilangnya microspheres selama proses cycle namun terbentuk nanopartikel dengan ukuran 50-100 nm.

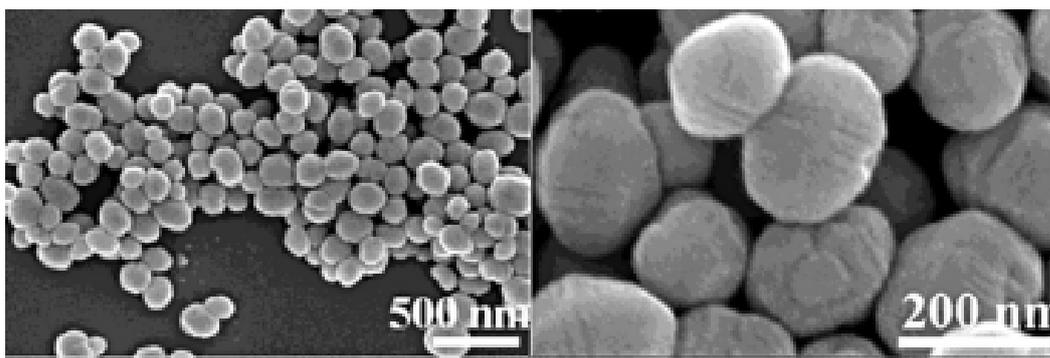


Gambar 2.14 Morfologi Setelah Cycle (Zhan, 2012)

Perubahan ini memungkinkan meningkatnya total luas permukaan dari bahan anoda sehingga bidang kontak antara material aktif dan elektrolit akan meningkat pula, kondisi ini memungkinkan terjadinya peningkatan kapasitas yang ditampilkan pada Gambar 2.12. (Zhang, 2012)

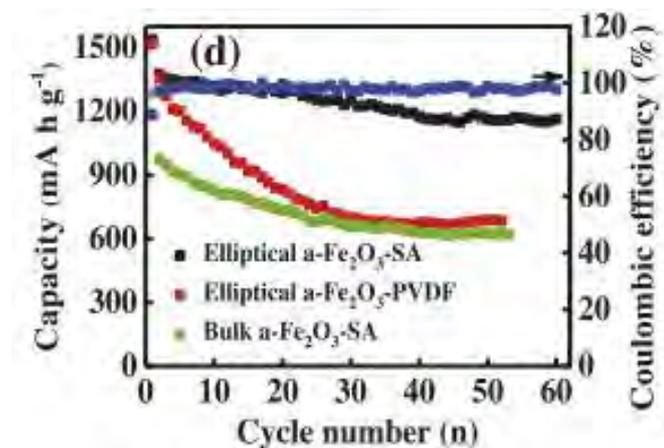
2.14 Variasi PVDF dan SA Serta Penambahan Glysin Dalam Sintesis Fe_2O_3 Dengan Metode Hidrotermal

Pada penelitian yang dilakukan Wang menggunakan glycine sebagai bahan tambahan dengan perlakuan temperatur hidrotermal $140\text{ }^\circ\text{C}$ selama 10 jam. Pada penelitian ini dilakukan variasi terhadap perekat yang berupa PVDF dan SA.



Gambar 2.15 Bentuk Morfologi Elliptical Fe_2O_3 pada FESEM Image (Xia, 2014)

Serangkaian percobaan menunjukkan bahwa parameter reaksi memiliki efek penting pada morfologi produk akhir, seperti suhu hidrotermal, glisin dan waktu hidrotermal. Dalam penelitian ini diketahui bahwa tanpa menggunakan glisin akan terbentuk partikel tidak beraturan yang terdiri atas fasa campuran struktur besi oksida heksagonal dan goethite. Hal ini menunjukkan penggunaan glisin akan membantu pembentukan morfologi Fe_2O_3 menjadi *elliptical*.



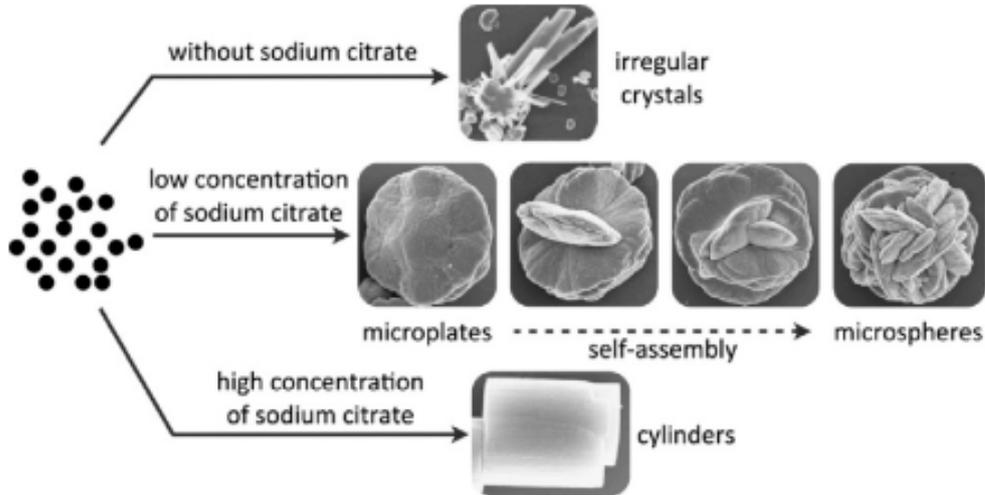
Gambar 2.16 Cyclic Performa Terhadap Efisiensi Coulombic (Wang dkk, 2014)

Gambar 2.14 memperlihatkan penggunaan SA dan PVDF sebagai pengikat. Pada saat menggunakan SA pada awal cycle kapasitas discharge mencapai 1536.7 mA h g⁻¹ sedangkan kapasitas reversible charge mencapai 1364 mA h g pada cycle berikutnya kapasitas reversible tetap stabil hingga pada cycle ke 60 mencapai 1164 mA h g, hasil ini lebih tinggi dari kapasitas teoritis dari Fe_2O_3 sebesar 1007 mA h g⁻¹. Fenomena ini mungkin disebabkan oleh struktur berpori dari elliptical $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

2.15 Pengaruh Natrium Sitrat Dalam Sintesa Fe_2O_3

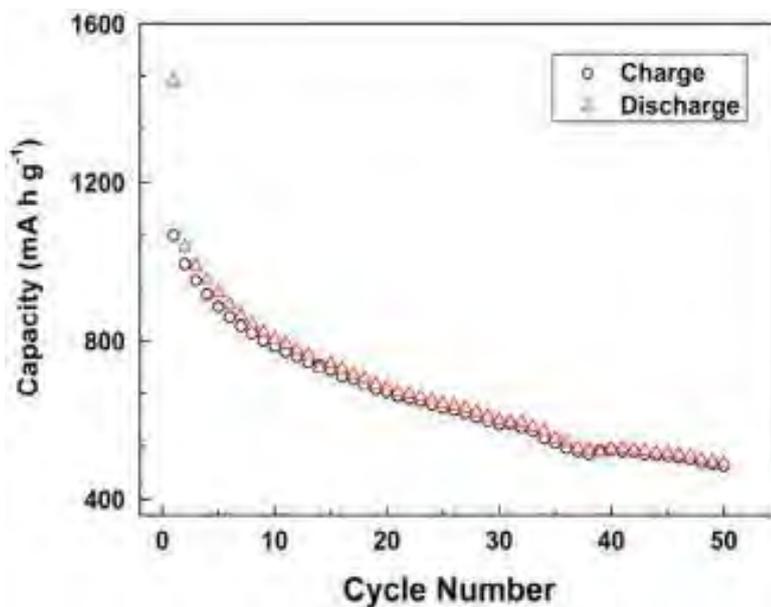
Penelitian ini menggunakan metode sintesa hidrotermal dalam pembentukan Fe_2O_3 . Pada proses sintesis diketahui jika surfaktan, natrium sitrat sangat penting bagi pembentukan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ microspheres. Dari gambar terlihat dengan memvariasikan konsentrasi natrium sitrat maka akan membentuk morfologi yang berbeda. Pada konsentrasi rendah morfologi Fe_2O_3 berbentuk seperti piring dan

terus bertumbuh membentuk microspheres sedangkan jika konsentrasi natrium sitrat tinggi maka morfologi yang terbentuk yakni silinder



Gambar 2.17 Konsentrasi Natrium Sitrat Terhadap Morfologi (Liang, 2014)

Gambar 2.16 memperlihatkan cyclic dari Fe_2O_3 , kapasitas hanya mencapai 489.5 mAh/g setelah 50 cycle. Walaupun rendah namun kapasitas tersebut masih lebih baik dibandingkan grafit komersial.

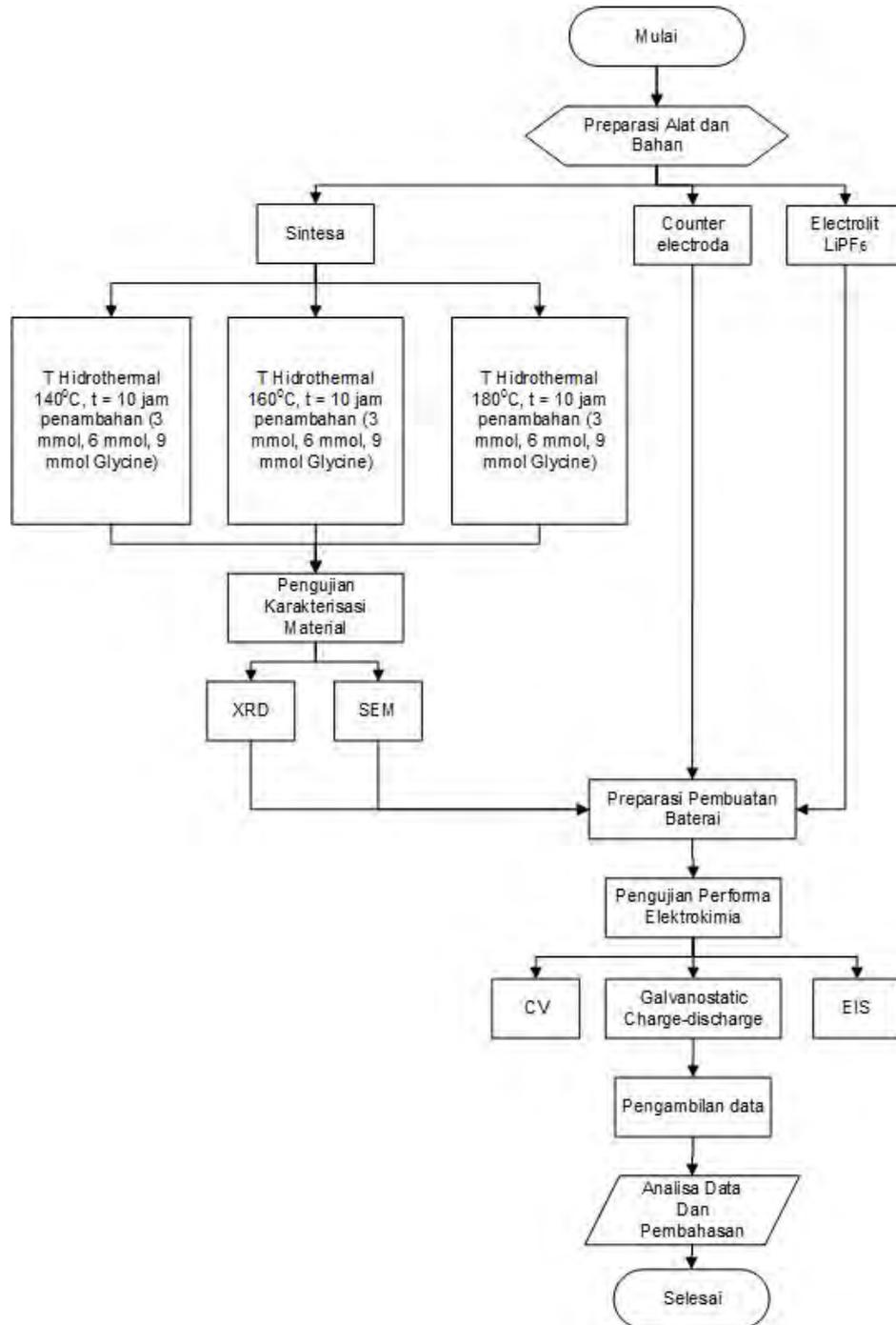


Gambar 2.16 Grafik Cycle Performa (Liang, 2014)

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir Penelitian

3.2 Bahan & Alat

Bahan-bahan dan alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini yaitu:

1. $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
2. Glycin
3. Ammonia
4. aquades
5. ethanol
6. *Counter Electrode* (lithium foil)
7. Sebagai *reference electrode*.
8. Coin-type CR-2032
9. Lithium
10. Sebagai *current collector*.
11. Super P carbon black
12. LiPF_6
13. *Ethylene carbonate/diethyl carbonate*
14. *Polyvinylidene fluoride*
15. Air Suling/ Aquades (H_2O)
16. *Ethanol* ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)

Alat: Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. Analitik
Digunakan untuk menimbang massa
2. *Magnetic Stirrer*
Digunakan untuk proses pencampuran antara $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan glycin
3. XRD (X-ray Diffraction)
Digunakan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk
4. SEM (*Scanning Electron Microscope*)
Digunakan untuk mengetahui bentuk dan morfologi Fe_2O_3
5. CV (*Cyclic Voltametri*)
Digunakan untuk mengukur siklus ketahanan (*cyclic performance*) dari hasil Fe_2O_3
6. EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*)
Digunakan untuk mengukur nilai impedance pada hasil Fe_2O_3

7. *Galvanostatic Charge – Discharge*

Digunakan untuk mengukur nilai tegangan saat proses charge dan discharge dibanding dengan nilai *cycle lifetime*

8. *Glove box filled*

9. *Teflone Line Autoclave*

Untuk perakitan baterai ion lithium dengan *Glove box* dilakukan diluar dari jurusan. *Glove box* yang dimaksud akan membentuk baterai ion lithium yang tersusun atas komponone–komponen berupa anoda Fe_2O_3 , separator *cellgard*, katoda Li serta larutan elektrolit LiPF_6 . Diberi gas argon (Ar) supaya udara dari luar tidak terinduksi masuk ke dalam *glove box* dan tidak mempengaruhi kinerja performansi elektrokimia dari baterai ion lithium yang akan diuji performa elektrokimia.

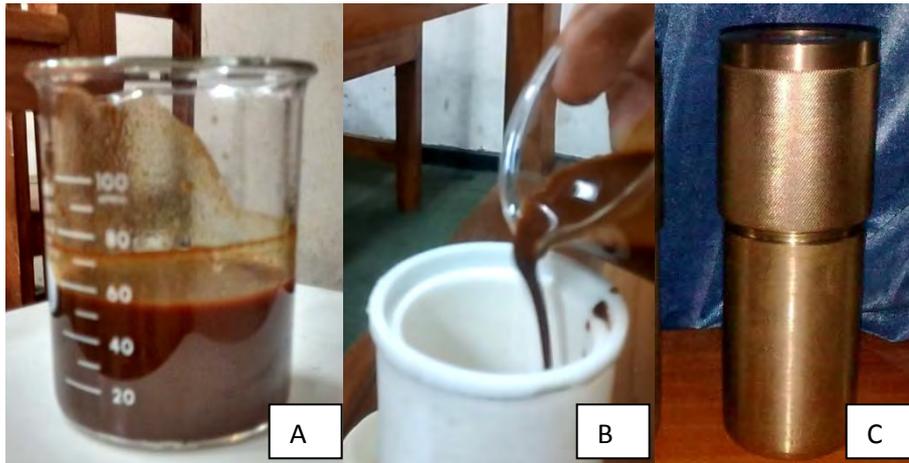
3.3 Metode Penelitian

Untuk mendapatkan hasil yang baik dalam penelitian ini, dilakukan beberapa tahapan penelitian untuk dapat membuat anoda Fe_2O_3 . Tahapan-tahapan tersebut diantaranya:

3.3.1 Sintesis Fe_2O_3

Pembuatan anoda Fe_2O_3 membutuhkan Prekursor berupa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Glycine dan Ammonia, bahan-bahan tersebut direaksikan dan kemudian dimasukan kedalam Autoclave. Wadah dari Autoclave terbuat dari PTFE atau biasa juga disebut Teflon yang akan menjaga reaksi didalamnya.

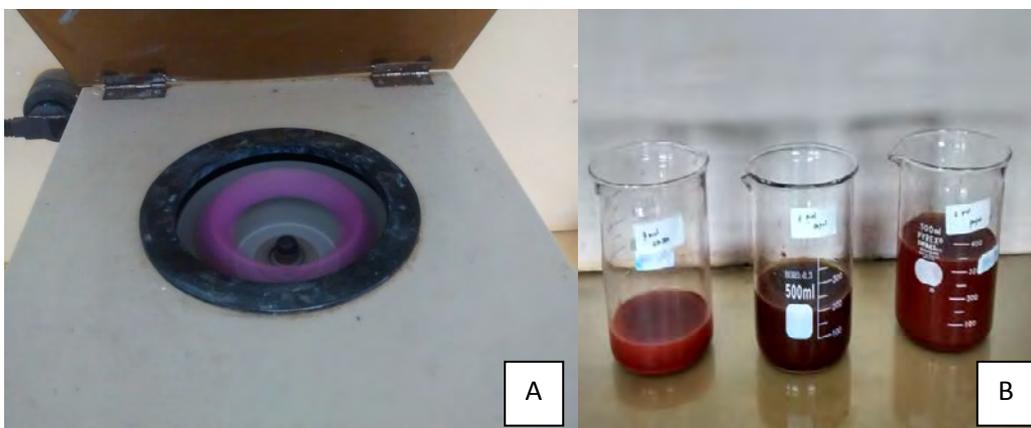
Dalam proses sintesa Fe_2O_3 Jumlah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan sebanyak 6 mmol, Ammonia 15 ml dan Glycine dilakukan tiga variasi sebanyak 3 mmol, 6 mmol, dan 9 mmol. Proses awal dilakukan dengan melarutkan serbuk $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kedalam 45 ml *Aquades* dan kemudian di aduk dengan kecepatan konstan selama 15 menit seperti terlihat pada Gambar 3.2 dimana larutan akan menjadi berwarna merah kecoklatan. Warna larutan akan menjadi semakin gelap kecoklatan ketika dilakukan penambahan *Glycine*.



Gambar 3.2 Larutan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (A) Penuangan larutan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kedalam Teflon (B) Autoclave (C)

Setelah penambahan *Glycine* larutan diaduk selama lima belas menit untuk kemudian ditambahkan ammonia. Ketika di tambahkan *Ammonia* sebanyak 15 ml larutan akan menjadi sedikit mengental. Setelah diaduk dengan kecepatan konstan selama 15 menit larutan dimasukkan kedalam *teflon line Autoclave*.

Teflon yang telah berisikan larutan Fe_2O_3 kemudian dimasukkan kedalam wadah *Autoclave* yang terbuat dari stainless seperti yang terlihat pada gambar 3.2C untuk selanjutnya untuk kemudian dipanaskan dalam *furnace* pada temperatur yang divariasikan yakni $140\text{ }^\circ\text{C}$, $160\text{ }^\circ\text{C}$ dan $180\text{ }^\circ\text{C}$. Selama pemanasan terjadi reaksi antara $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, *Glycine* dan *Ammonia* akibat suhu dan tekanan yang terdapat di dalam *Autoclave*.



Gambar 3.3 Proses Sentrifugasi (A), Larutan Fe_2O_3 Sebelum Pencucian (B)

Setelah pemanasan selama 10 jam dalam furnace kemudian larutan dikeluarkan dari *Autoclave* untuk kemudian di sentrifugasi selama 1 jam hingga semua sample Fe_2O_3 mengendap dan menyisahkan cairan sisa yang kemudian dibuang. Setelah proses sentrifugasi kemudian dilakukan proses pencucian bahan sebanyak 4 kali dengan menggunakan *Ethanol* dan *Aquades* seperti halnya yang terlihat pada gambar 3.3A. Pencucian yang dilakukan diawali dengan ethanol dan diakhiri dengan *Aquades*, proses pencucian dilakukan untuk membuang sisa-sisa bahan yang kemungkinan dapat menjadi pengotor.



Gambar 3.4. Serbuk Fe_2O_3 dengan variasi Glycine 3 mmol, 6 mmol dan 9 mmol

Proses selanjutnya dilakukan pengeringan pada udara bebas selama 12 jam dengan temperatur $60\text{ }^\circ\text{C}$. Setelah proses pengeringan akan diperoleh serbuk Fe_2O_3 yang selanjutnya akan dilakukan pengujian SEM dan XRD untuk mengetahui komposisi dan morfologi dari bahan tersebut.

3.3.2 Preparasi *working electrode*

Elektroda kerja dibuat dengan mendispersikan *N-methyl-2-pyrrolidone* (NMP) yaitu diperoleh dari campuran bahan aktif, *acethylene black*, dan polyvinylidene difluoride (PVDF) pada rasio persen berat 75:5:20 Campuran tersebut kemudian disisipkan ke sebuah foil tembaga dan dikeringkan dalam vakum pada 80°C selama 12 jam.

3.3.3 *Assembling baterai Ion lithium cell*

Perakitan baterai ion lithium *cell* dapat dilakukan dengan langkah-langkah seperti berikut:

1. Mempersiapkan Anoda Fe_2O_3 dalam bentuk satu rangkaian dengan separator membran dan elektroda negatifnya berupa Li.
2. Mempersiapkan untuk larutan elektrolit yaitu LiPF_6 sebesar 1 M.
3. Setelah itu, mempersiapkan *glove box* untuk tempat dari katoda dan anoda serta larutan elektrolit. *Glove box* yang dipersiapkan diisi dengan gas Argon (Ar) yang berfungsi supaya tidak terinduksi udara dari luar masuk ke dalam ruang *glove box*. Untuk perakitan ini dilakukan di Lipi Serpong.

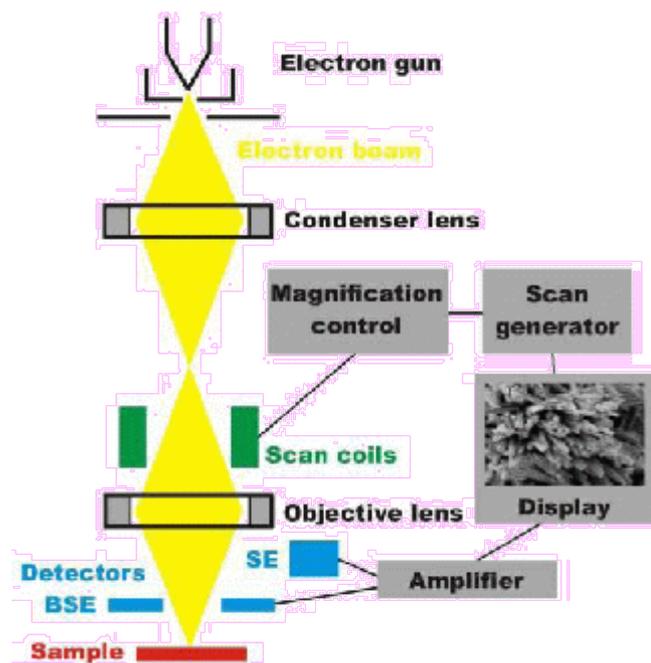
Baterai ion lithium dengan Anoda Fe_2O_3 *full cell* sudah siap untuk diuji performa elektrokimianya

3.4 Pengujian

3.4.1 *Scanning electron microscope (SEM)*

Pengujian SEM ini dilakukan dengan menggunakan alat SEM FEI Inspect S50 dan dilakukan di Laboratorium karakterisasi, Jurusan Teknik Material. Pengujian Scanning Electron Microscope ini bertujuan untuk mengamati morfologi yang terbentuk dari sampel Fe_2O_3 yang menggunakan variasi penambahan glycine sebanyak 3 mmol, 6 mmol dan 9 mmol dengan variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C selama 10 jam. *Scanning electron microscope* adalah jenis mikroskop yang menampilkan gambar morfologi sampel dengan memanfaatkan sinar elektron berenergi tinggi dalam pola *raster scan*. Cara kerja SEM adalah dengan menembakkan elektron dari *electron gun* lalu melewati *condensing lenses* dan pancaran elektron akan diperkuat dengan sebuah kumparan, setelah itu elektron akan difokuskan ke sampel oleh lensa objektif yang ada di bagian bawah. Pantulan elektron yang mengenai permukaan sampel akan ditangkap oleh *backscattered electron detector* dan *secondary electron detector* yang kemudian diterjemahkan dalam bentuk gambar pada *display*.

Elektron yang dipercepat dalam SEM membawa sejumlah besar energi kinetik, dan energi ini hilang saat berbagai sinyal yang dihasilkan oleh interaksi elektron-elektron pada sampel ketika melambat dalam sampel padat. Sinyal-sinyal ini termasuk elektron sekunder (yang menghasilkan gambar SEM), elektron *backscattered* (BSE), elektron *backscattered* difraksi (EBSD yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dan orientasi dari mineral), foton(karakteristik sinar X-yang digunakan untuk analisis elemen dan kontinumX-ray), cahaya tampak (cathodoluminescence-CL), dan panas. Elektron sekunder dan elektron backscattered biasanya digunakan untuk sampel pencitraan: elektron sekunder yang paling berharga karena menunjukkan morfologi dan topografi pada sampel dan elektron backscattered yang paling berharga bagi menggambarkan kontrasdalam komposisi sampel multifase (yaitu fase diskriminasi cepat).



Gambar 3.5 Mekanisme Kerja SEM



Gambar 3.6 *Scanning Electron Microscope (SEM)*

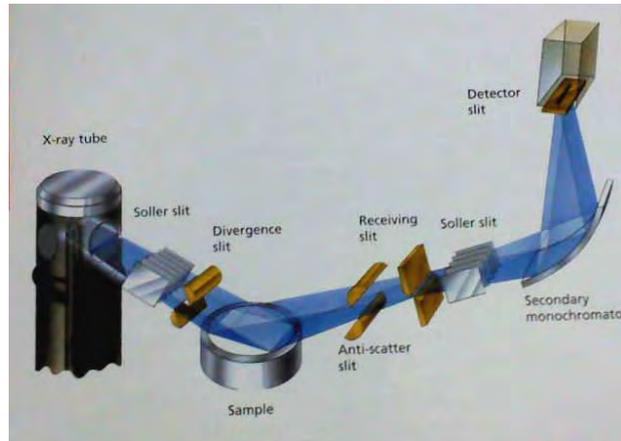
Dalam penelitian ini, SEM digunakan untuk mengkarakterisasi morfologi serta ukuran partikel dari prekursor. Mesin SEM yang akan digunakan seperti pada Gambar 3.6 tersedia di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, ITS.

3.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Uji Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Karakterisasi, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi menggunakan alat *Philip Analytical*, sinar-X dengan range sudut yang tergolong sudut panjang, yaitu 10° – 90° dan menggunakan panjang gelombang $\text{CuK}\alpha$ sebesar $1,54056 \text{ \AA}$. Pengujian XRD ini adalah sebuah pengujian yang dilakukan untuk mengetahui senyawa/unsur (analisis kualitatif) yang terbentuk pada sampel dan penentuan komposisi sampel (analisis kuantitatif). Analisis yang dilakukan berhubungan dengan pengujian lain, misalnya SEM atau TEM. Pengamatan dengan mikroskop akan menjelaskan bagaimana distribusi fasa yang teridentifikasi berdasarkan hasil karakterisasi XRD.

Pengujian ini memanfaatkan difraksi dari sinar-X. Secara umum prinsip kerja XRD dapat dilihat pada Gambar 3.7, yaitu generator tegangan tinggi yang berfungsi sebagai pembangkit daya sumber sinar-X pada bagian *x-ray tube*. Sampel padat dan serbuk yang telah dimampatkan diletakkan di atas wadah

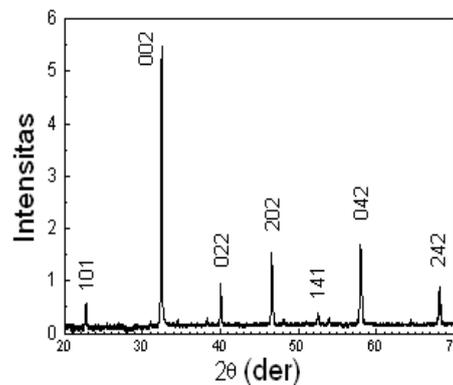
yang dapat diatur posisinya. Berkas sinar-X ditembakkan ke sampel dan sinar-X didifraksikan oleh sampel, kemudian berkas sinar-X masuk ke alat pencacah. Intensitas difraksi sinar-X ditangkap oleh detektor dan diterjemahkan dalam bentuk kurva.



Gambar 3.7 Skema Kerja *X-Ray Diffraction* (XRD) (Pratapa, 2004)

Sampel dianalisis menggunakan XRD dengan mesin *Panalytical* seperti ditunjukkan pada Gambar 3.7. Data dan grafik hasil pengujian XRD selanjutnya dicocokkan dengan menggunakan JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*) untuk mengetahui struktur kristal yang sesuai.

Hasil pengujian XRD berupa grafik antara intensitas dan sudut pengukuran (2θ) seperti pada Gambar 3.8. Puncak-puncak difraksi menunjukkan fasa yang harus diidentifikasi (dibahas pada analisis kualitatif dan interpretasi hasil).



Gambar 3.8 Contoh Grafik Hasil Pengujian XRD (Pratapa, 2004)

Analisis kualitatif tidak hanya mengidentifikasi unsur apa saja yang ada dalam sampel, tetapi juga konsentrasi unsur tersebut. Untuk melakukan analisis kuantitatif maka perlu dilakukan beberapa proses seperti meniadakan *background*, *dekonvolusi peak* yang bertumpang tindih dan menghitung konsentrasi unsur seperti yang tercantum pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Informasi Difraksi pada XRD

No	Karakter	Informasi dari Material	Informasi dari Instrumen
1	Posisi puncak (2θ)	- Fasa kristal/identifikasi - Struktur kristal - Parameter kisi - Regangan seragam	- Kesalahan 2θ - Ketidaktepatan penempatan sampel
2	Tinggi puncak (intensitas)	- Identifikasi - Komposisi - Hamburan tak koheren - <i>Extinction</i> - <i>Preferred orientation</i>	
3	Lebar dan bentuk puncak	- Ukuran kristal (bukan partikel atau <i>grain</i>) - Distribusi ukuran	- Duplet radiasi - Divergensi aksial - Kedataran permukaan sampel

Sumber : Pratapa, 2004

Interpretasi konstruktif radiasi sinar-X yang telah dideteksi detektor selanjutnya akan diperkuat gelombangnya dengan menggunakan *amplifier*. Lalu interpretasi konstruktif radiasi sinar-X tersebut akan terbaca secara spektroskopi sebagai puncak-puncak seperti Gambar 3.7. Dengan menganalisis puncak-puncak grafik tersebut maka kandungan material dan struktur kristal serta komponen-komponen kristalografinya dapat diketahui. Dan dari data hasil grafik dapat diperoleh persamaan untuk menghitung ukuran kristal sesuai dengan persamaan Debye Scherrer yang ditunjukkan pada Persamaan (3.1).

$$D = \frac{0.9 \lambda}{B \cos \theta} \quad (3.1)$$

dimana:

D : Ukuran kristal (Å)

λ : Panjang gelombang radiasi (Å); (λ CuK $\alpha=1.5406\text{Å}$)

B : *Full Width at Half Maximum* (rad); ($1^\circ=0.0174$ rad)

θ : Sudut Bragg ($^\circ$)

Analisis lanjut yang dilakukan adalah analisis kuantitatif dan identifikasi fasa. Hasil analisis tersebut akan memberikan gambaran kondisi pengukuran serta sifat-sifat kristal, yaitu: posisi, tinggi dan lebar, serta puncak difraksi. Untuk menentukan puncak nilai regangan *micro strain* (ϵ) dengan menggunakan Persamaan (3.2).

$$\epsilon = \frac{B}{4(\tan \theta)} \quad (3.2)$$

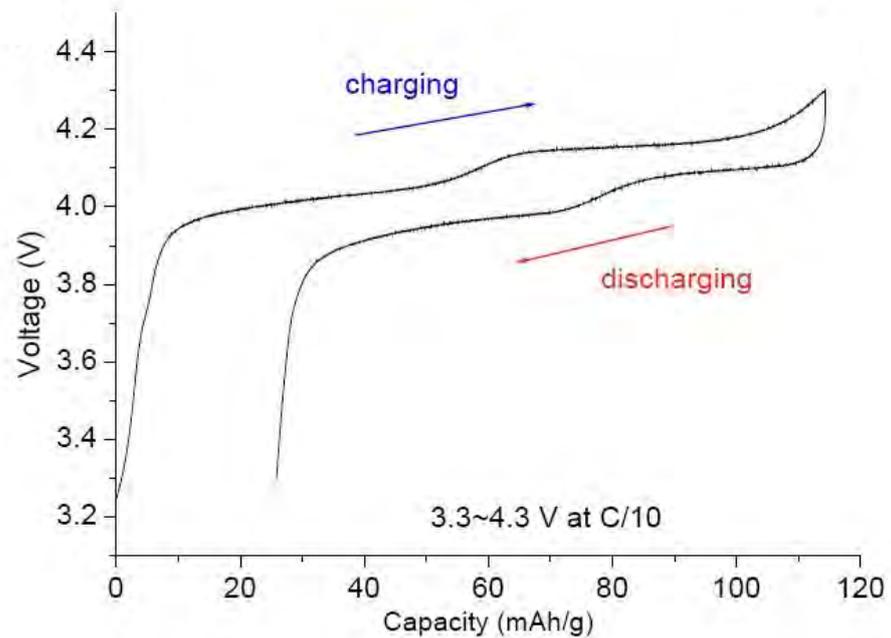
Seluruh sampel substrat dianalisis dengan menggunakan alat XRD PANalytical seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.7 dan dicocokkan dengan *Joint Committee of Powder Diffraction Standard* (JCPDS). Mesin XRD PANalytical yang akan digunakan telah tersedia di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, ITS.



Gambar 3.9 Mesin XRD PANalytical

3.4.3 Proses analisa performance *galvanostatic charge/discharge*

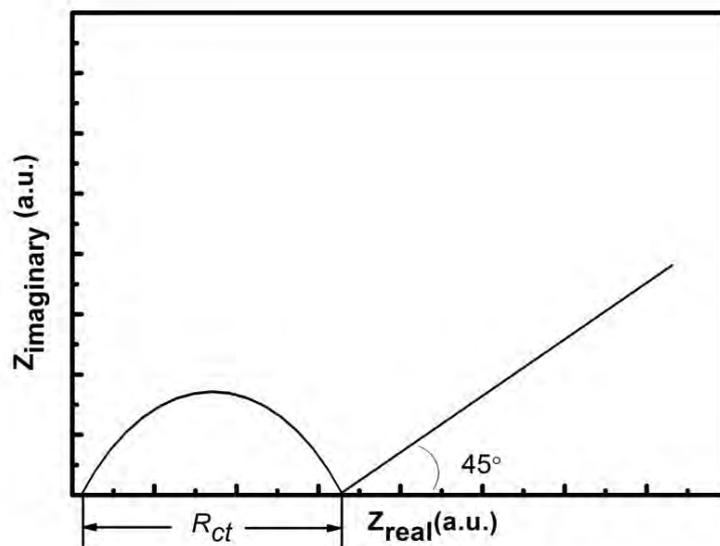
Pengujian *Charge/Discharge* pada penelitian ini dilakukan di laboratorium Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) dengan spesifikasi mesin *Automatic Battery Cycler* WonATech dengan *range* tegangan antara 0.1-3V. Pengujian charge discharge digunakan untuk mengetahui kemampuan suatu material untuk menyimpan energy. Kapasitas energy atau muatan dinyatakan dalam satuan mAh/gram. Tes charge-discharge dilakukan dengan kepadatan arus konstan. Kapasitas (Q) dapat dihitung berdasarkan waktu charge discharge menggunakan rumus $Q = I \times t$, dimana I adalah kerapatan arus dan t adalah waktu. Grafik charge discharge menampilkan hubungan potensial dan waktu seperti yang terlihat pada Gambar 3.10 di bawah ini:



Gambar 3.10 Gambar Hasil Charging dan Discharging

3.4.4 Proses analisa performance *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 kinetik dari proses elektroda' termasuk didalam elektrolit, pasivasi layer, charge transfer, dan Li^+ diffusion. Charge-transfer resistance (R_{ct}) 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



Gambar 3.11 Hasil Kurva dari Pengujian Spektroskopi Impedansi Elektrokimia dari Sistem Baterai Lithium

3.4.5 Proses analisa performance *Cyclic Voltammetry (CV)*

Pada penelitian ini pengujian *Cyclic Voltammetry* dilakukan di laboratorium Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) dengan spesifikasi mesin *Automatic Battery Cycler WonATech* dengan *range* tegangan antara 0.01-3 V dan *scan rate* 0.1 mV/s. *Cyclic Voltammetry* merupakan suatu metode elektroanalisis yang didasarkan pada prinsip elektrolisis dari suatu larutan yang mengandung analit elektroaktif dan reaksi terjadi pada elektroda logam dengan larutan elektrolitnya. Elektroda pada sel elektrokimia terdiri dari elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda bantu. Elektroda kerja adalah tempat terjadinya reaksi elektrokimia yang diamati seperti arus yang dihasilkan. Elektrode kerja yang umumnya berasal dari logam, bahan semikonduktor dan karbon. Fungsi elektroda pembanding adalah sebagai pembanding beda potensial pada elektroda dalam sel elektrokimia, biasanya menggunakan SCE calomel. Elektrode bantu merupakan elektroda yang berperan sebagai tempat berkumpulnya elektron sehingga arus dapat dilewatkan melalui sel tetapi tidak mempengaruhi reaksi pada elektroda kerja (elektroda bantu harus bersifat inert), biasanya menggunakan kawat Pt. Prinsip kerja adalah

3.6 Analisa Data

Analisa data dititik beratkan pada identifikasi gambar uji SEM, grafik dan nilai komposisi bahan material dari uji XRD, kurva voltammogram dari uji CV, kurva frekuensi pada uji EIS, dan grafik hubungan potensial dan waktu dari uji *Galvanostatic charge/discharge*

3.7 Perencanaan Penelitian dan Pengujian

Perencanaan penelitian ini dibuat untuk menyesuaikan kerja pembuatan anoda Fe_2O_3

Tabel 3.2 Perencanaan Pengujian Anoda Fe_2O_3

Komposisi	Temperatur Hydrothermal	Karakterisasi Material		Elektrokimia Baterai Ion Lithium		
		XRD	SEM	Charge/ Discharge	CV	EIS
3 mmol	140	√	√	√	√	√
	160	√	√	√	√	√
	180	√	√	√	√	√
6 mmol	140	√	√	√	√	√
	160	√	√	√	√	√
	180	√	√	√	√	√
9 mmol	140	√	√	√	√	√
	160	√	√	√	√	√
	180	√	√	√	√	√

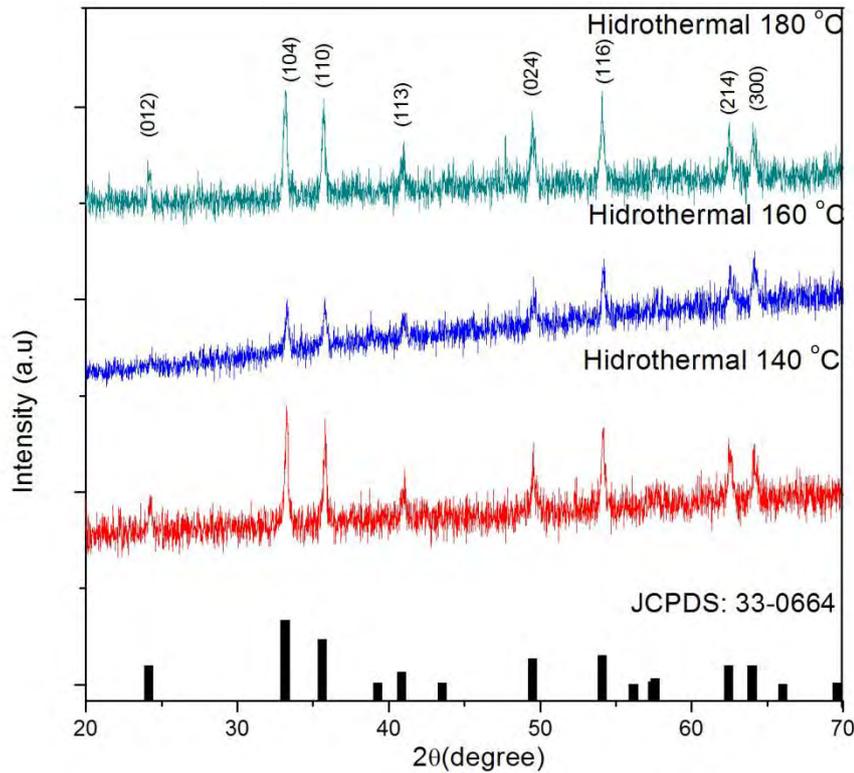
BAB 4

ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil XRD dengan Penambahan 3 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Hasil XRD yang diperoleh pada variasi penambahan 3 mmol Glycine pada variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C terlihat pada Gambar 4.1. Dimana semua puncak difraksi terindeks sebagai oksida besi besi Fe_2O_3 (hematite) dengan sistem kristal Rhombohedral pada space group R-3c, hal ini berdasarkan standar JCPDS 033-0664 dengan tiga puncak difraksi yang dominan, yakni dengan notasi (hkl) (1 0 4) pada $2\theta=33,153^\circ$, (1 1 0) pada $2\theta=35,612^\circ$, dan (1 1 6) pada $2\theta=54,091^\circ$.

Pada Gambar 4.1 juga terlihat tidak terdapatnya puncak lain sebagai pengotor yang teramati, hal ini menunjukkan jika sample yang diperoleh memiliki kemurnian yang tinggi. Kristalinitas dari serbuk Fe_2O_3 juga mengalami perubahan akibat dilakukan variasi temperatur saat proses sintesa dengan menggunakan metode hidrothermal dengan penambahan 3 mmol glycine. Hal ini terlihat pada Gambar 4.1 dimana intensitas XRD yang terbentuk pada temperatur 140 °C jauh lebih tinggi dengan peningkatan intensitas sangat terlihat pada bidang (1 0 4) dan (1 1 0). Perbedaan intensitas ini dapat diamati dengan melihat nilai dari Full Width Half Maximum (FWHM) pada Tabel 4.1.



Gambar 4.1 Pola XRD dengan Penambahan 3 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrothermal 140 °C, 160 °C, 180 °C

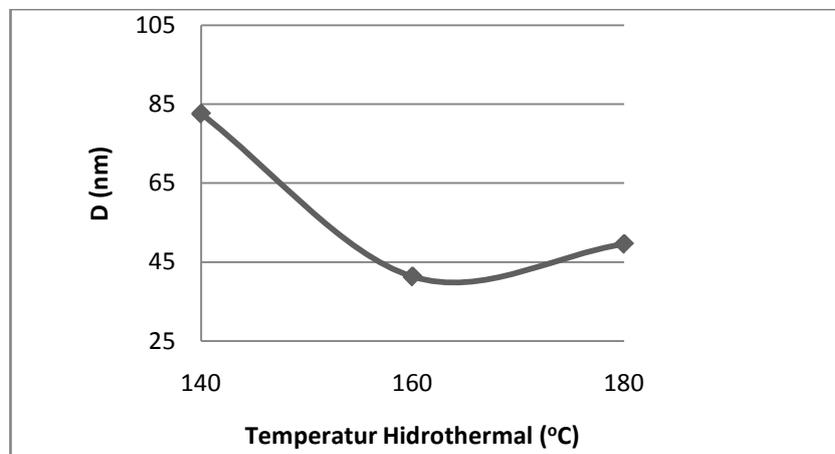
Dari data hasil XRD pada Tabel 4.1 terlihat perbedaan nilai 2θ dan FWHM pada masing-masing sampel, berdasarkan data tersebut dapat diperoleh besar ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer.

Tabel 4.1 Data Hasil XRD Variasi 3 mmol Glycine pada Arah Bidang 1 0 4

Pemanasan Hidrothermal	λ	B	2θ	FWHM	Cos θ	D(A)	D (nm)
T= 140 °C	1,54056	0,001752	33,345	0,1004	0,958	826,175	82,617
T= 160 °C	1,54056	0,003502	33,298	0,2007	0,958	413,216	41,322
T= 180 °C	1,54056	0,002919	33,379	0,1673	0,958	495,819	49,582

Dari perhitungan pada Tabel 4.1 diperoleh besar ukuran kristal pada sample Fe_2O_3 dengan penambahan 3 mmol glycine pada temperatur hidrothermal 140 °C diperoleh sebesar 82,617 nm, untuk temperatur hidrothermal 160 °C diperoleh sebesar 41,322 nm sedangkan pada temperatur 180 °C diperoleh ukuran

sebesar 49,582 nm. Kemudian data nilai D yang diperoleh dibuat grafik perbandingan pada Gambar 4.2



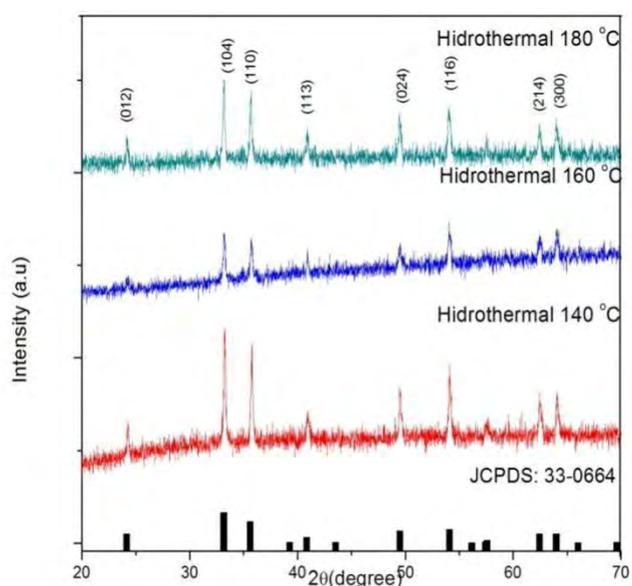
Gambar 4.2 Grafik Perubahan Ukuran Kristal pada Bidang (1 0 4) Fe_2O_3 dengan variasi 3 mmol glycine pada Temperature Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Dari semua hasil XRD ke tiga sample menunjukkan jika pada temperatur hidrotermal 140 °C menghasilkan intensitas yang paling tinggi, tetapi dengan ukuran kristal yang paling besar hal ini dapat terlihat pada Gambar 4.2. Kondisi ini menunjukkan jika peningkatan temperatur hidrotermal yang diberikan mempengaruhi penurunan ukuran kristal dimana tinggi rendahnya temperatur pada proses hidrotermal akan mempengaruhi tingkat nukleasi pertumbuhan kristal (Yuan, 2007)

4.2 Hasil XRD Dengan Penambahan 6 mmol Glycine Pada Variasi Temperatur 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Hasil yang serupa juga diperoleh pada pengujian XRD dengan penambahan 6 mmol glycine pada variasi temperatur 140 °C, 160 °C dan 180 °C dapat terlihat pada Gambar 4.3. Dimana semua puncak difraksi terindeks sebagai oksida besi Fe_2O_3 (hematite) dengan sistem kristal Rhombohedral pada space group R-3c, berdasarkan standar JCPDS 033-0664 dengan tiga puncak difraksi yang dominan, yakni dengan notasi (hkl) (1 0 4) pada $2\theta=33.153^\circ$, (1 1 0) pada $2\theta=35.612^\circ$, dan (1 1 6) pada $2\theta=54.091^\circ$.

Selain itu sama halnya dengan sampel 3 mmol glycine pada sampel ini juga terlihat tidak terdapatnya puncak lain sebagai pengotor yang teramati, hal ini menunjukkan jika sample yang diperoleh memiliki kemurnian tinggi. Kristalinitas dari serbuk Fe_2O_3 juga mengalami perubahan akibat dilakukan variasi temperatur saat proses sintesa dengan menggunakan metode hidrotermal dengan penambahan 6 mmol glycin. Pada Gambar 4.3 terlihat dimana intensitas XRD tertinggi terbentuk pada temperatur 140°C. Pola intensitas yang diperlihatkan pada Gambar 4.3 tidak jauh berbeda dengan Gambar 4.1, dimana peningkatan intensitas sangat terlihat pada bidang 1 0 4 dan 1 1 0. Perbedaan ini dapat diamati dengan melihat dari angka Full Width Half Maximum (FWHM).



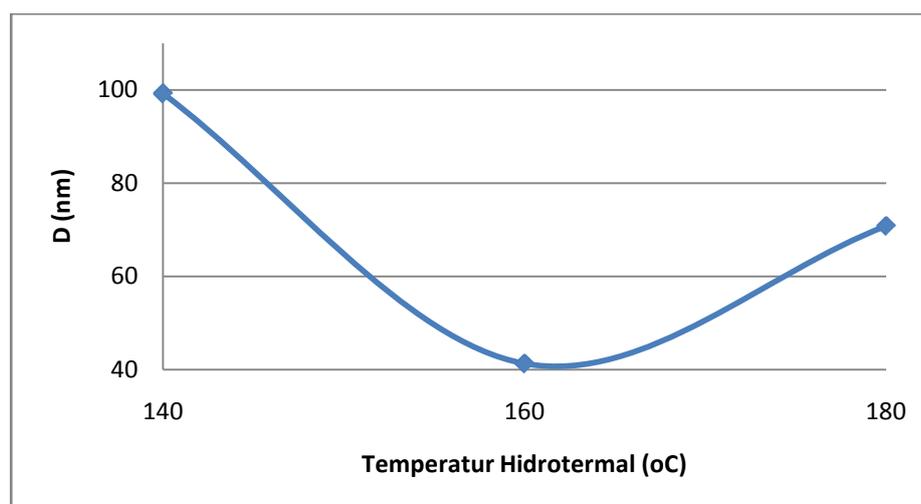
Gambar 4.3 Pola XRD dengan Penambahan 6 mmol Glycine pada Temperatur Hidrothermal 140 °C, 160 °C, 180 °C

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat diketahui perbedaan nilai 2θ dan FWHM pada masing-masing sampel. Berdasarkan data tersebut dapat diperoleh besar ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer, seperti terlihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data Hasil XRD Variasi 6 mmol Glycine Pada Arah Bidang 1 0 4

Pemanasan Hydrothermal	λ	B	2θ	FWHM	Cos θ	D(A)	D (nm)
T= 140 °C	1,5406	0,0015	33,235	0,084	0,958	991,89	99,19
T= 160 °C	1,5406	0,0035	33,204	0,201	0,958	413,12	41,31
T= 180 °C	1,5406	0,002	33,211	0,117	0,958	708,06	70,81

Dari perhitungan Tabel 4.2 dimana dengan nilai FWHM pada temperatur hidrotermal 140 °C sebesar 0,084 diperoleh nilai D 99,19 nm, untuk temperatur hidrotermal 160 °C dengan FWHM 0,201 diperoleh nilai D 41,31 nm dan temperatur pada hidrotermal 180 °C dengan FWHM 0,117 nilai D yang diperoleh sebesar 70,81 nm. Dari data yang diperoleh tersebut dibuat grafik perbandingan seperti yang terlihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Grafik Perubahan Ukuran Kristal pada Bidang (1 0 4) Fe_2O_3 dengan variasi 6 mmol glycine pada Temperature Hydrothermal 140 °C, 160 °C dan 180°C

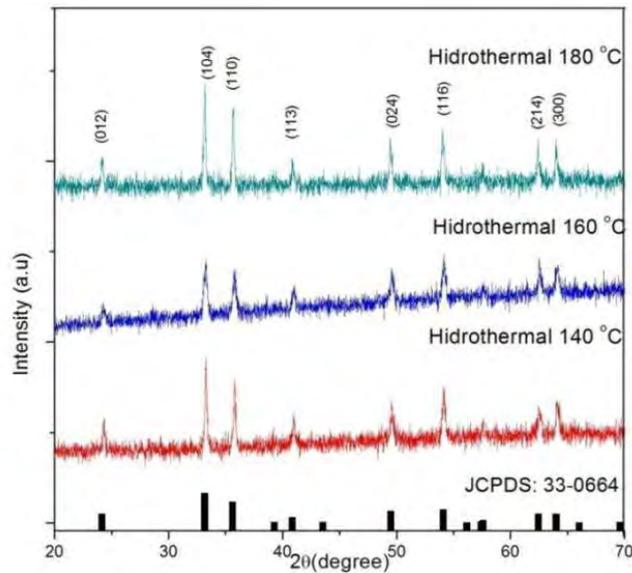
Dari Gambar 4.4 sample Fe_2O_3 pada arah bidang (1 0 4) dengan penambahan 6 mmol glycine terlihat jika intensitas tertinggi terdapat pada temperatur 140 °C tetapi dengan ukuran kristal yang besar. Hal ini menunjukkan jika penambahan temperatur hidrotermal sebesar 160 °C yang diberikan membuat ukuran kristal mengecil.

4.3 Hasil XRD dengan Penambahan 9 mmol Glycine pada Variasi Temperatur 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Hasil XRD pada sample dengan penambahan 9 mmol glycine pada Variasi Temperatur 140 °C, 160 °C dan 180 °C terlihat pada Gambar 4.5. Dimana hasil yang diperoleh diperlihatkan jika semua puncak difraksi terindeks sebagai oksida besi Fe_2O_3 (hematite) dengan sistem kristal Rhombohedral pada space group R-3c, hal ini berdasarkan standar JCPDS 033-0664 dengan tiga puncak difraksi yang dominan, yakni dengan notasi (hkl) (1 0 4) pada $2\theta=33.153^\circ$, (1 1 0) pada $2\theta=35.612^\circ$, dan (1 1 6) pada $2\theta=54.091^\circ$.

Selain itu sama halnya dengan sampel variasi penambahan 3 mmol dan 6 mmol glycine, pada sampel ini juga terlihat tidak terdapatnya puncak lain sebagai pengotor yang teramati. Hal ini menunjukkan jika sample yang diperoleh memiliki kemurnian tinggi. Variasi temperatur yang dilakukan saat proses sintesa dengan menggunakan metode hidrothermal dengan penambahan 9 mmol glycine juga mempengaruhi kristalinitas dari bahan.

Hal ini terlihat pada Gambar 4.5 dimana intensitas XRD yang terbentuk pada temperatur 180 °C lebih tinggi, walaupun hanya berbeda sedikit dengan temperatur 140 °C. Peningkatan intensitas sangat terlihat pada bidang 1 0 4 dan 1 1 0. Perbedaan ini dapat diamati dengan melihat dari angka Full Width Half Maximum (FWHM) pada Tabel 4.5. Dimana FWHM merupakan lebar puncak difraksi puncak pada setengah maksimum puncak dari sampel benda uji.



Gambar 4.5 Pola XRD dengan Penambahan 9 mmol Glycine pada Temperatur Hydrothermal 140 °C, 160 °C, dan 180 °C

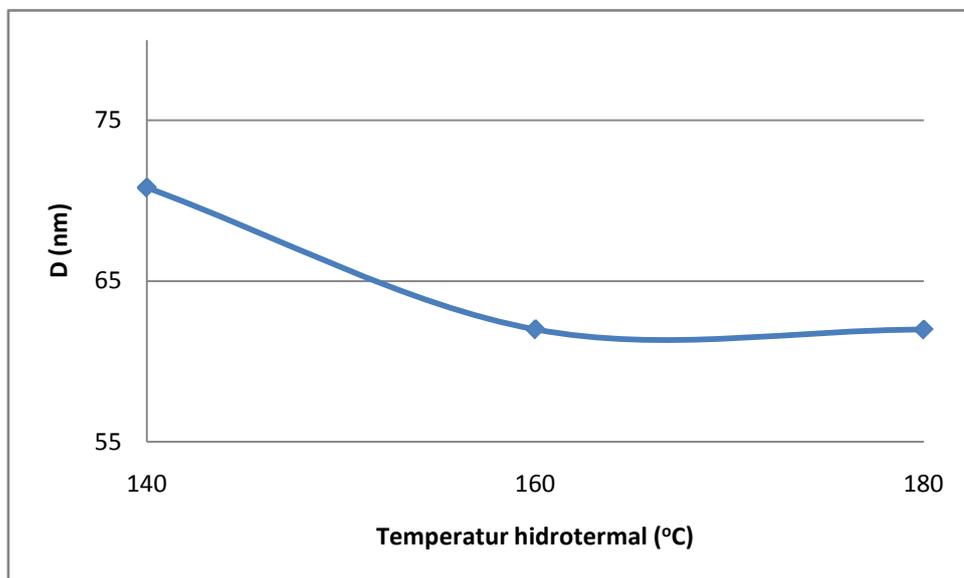
Berdasarkan Gambar 4.5 dapat diketahui perbedaan nilai 2θ dan FWHM pada masing-masing sampel. Berdasarkan data tersebut dapat diperoleh besar ukuran kristal dengan menggunakan persamaan *Debye Scherrer*, seperti terlihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.3 Data Hasil XRD Variasi 9 mmol Glycine Pada Arah Bidang 1 0 4

Pemanasan	λ	B	2θ	FWHM	$\cos \theta$	D(A)	D (nm)
Hydrothermal T= 140 °C	1,541	0,00204	33,285	0,1171	0,958	708,20	70,82
T= 160 °C	1,541	0,00233	33,295	0,1338	0,958	619,87	61,99
T= 180 °C	1,541	0,00233	33,203	0,1338	0,958	619,75	61,97

Data hasil XRD berdasarkan Tabel 4.3 dapat diketahui perbedaan nilai 2θ dan FWHM pada masing-masing sampel. Nilai FWHM dengan penambahan glycine 9 mmol pada temperatur hidrothermal 140 °C sebesar 0,1171 dengan ukuran kristal sebesar 70,81 nm, temperatur hidrothermal 160 °C sebesar 0,1338 dengan ukurann kristal 61,99 nmdan temperatur hidrothermal 180 °C sebesar

0,1338 dengan ukuran kristal 61,97 nm. Dari data yang diperoleh dari persamaan Debye Scherrer dibuat grafik perbandingan seperti yang terlihat pada Gambar 4.4



Gambar 4.6 Grafik Perubahan Ukuran Kristal pada Bidang (1 0 4) Fe_2O_3 dengan variasi 9 mmol glycine pada Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

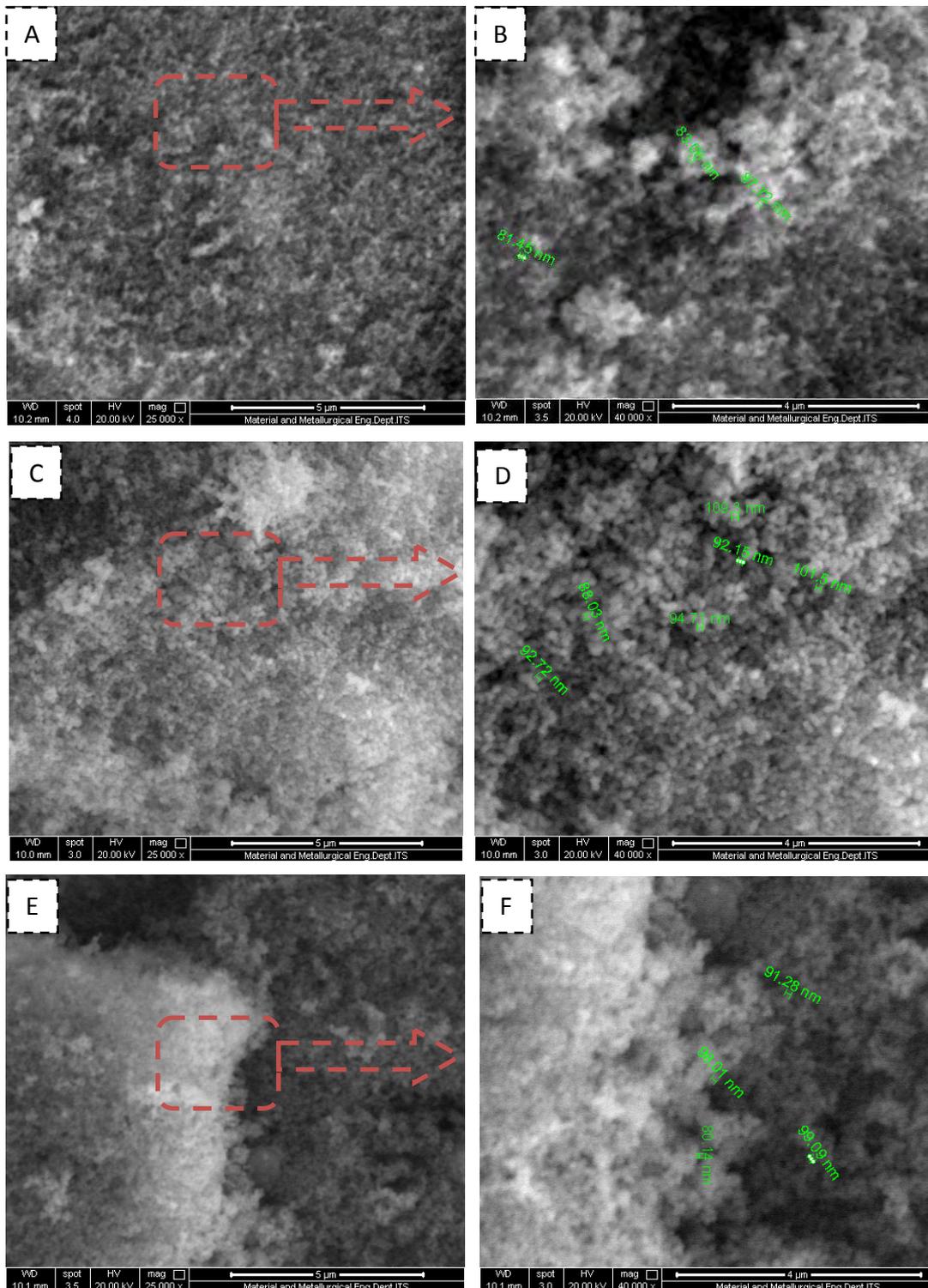
Dari Gambar 4.6 terlihat sampel dengan temperatur 140 °C, memiliki ukuran kristal yang paling besar. Hal ini menunjukkan jika peningkatan temperatur hidrotermal yang dilakukan membuat penurunan ukuran kristal.

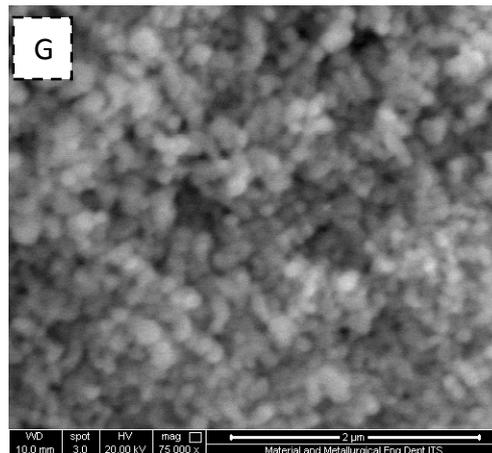
4.4 Hasil Pengujian SEM Fe_2O_3 dengan Penambahan Glycine 3 mmol pada Variasi Temperatur 140°C, 160°C dan 180°C

Pada Gambar 4.7 dengan perbesaran SEM 25.000x hampir tidak terlihat perbedaan yang sangat signifikan dari ketiga sample tersebut. Namun Saat dilakukan perbesaran 40.000x mulai terlihat jika pada temperatur hidrotermal 140 °C terbentuk Struktur yang menyerupai nanopartikel seperti pada gambar 4.7A. Ketika dilakukan peningkatan temperatur hidrotermal pada 160 °C dan 180 °C ukuran partikel membesar membentuk struktur bulat dan elips, hal ini terlihat pada gambar 4.7C dengan perbesaran 75.000x.

Perubahan ini disebabkan perbedaan tingkat nukleasi dan pertumbuhan kristal yang dipengaruhi oleh variasi temperatur, dimana produk yang terbentuk

pada temperatur 120 °C dan 160-200 °C merupakan *nanocylinder* dan *polyhedrons* (Wang, 2014).





Gambar 4.7 Struktur Fe_2O_3 dengan variasi 3 mmol glycine pada (A) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 20.000x (B) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 40.000x (C) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 20.000x (D) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 40.000x (E) Temperatur Hidrothermal 180 °C Perbesaran 20.000x (F) Perbesaran 75.000x (G)

Dari hasil pengukuran butir secara manual menggunakan SEI FEI Inspect S50 diketahui jika perbesaran ukuran butir terjadi seiring dengan peningkatan temperatur hidrotermal yang diberikan. Hasil yang diperoleh diperlihatkan pada Tabel 4.4

Tabel 4.4 Ukuran Partikel dengan Variasi 3 mmol Glycine Berdasarkan Temperatur Hidrotermal

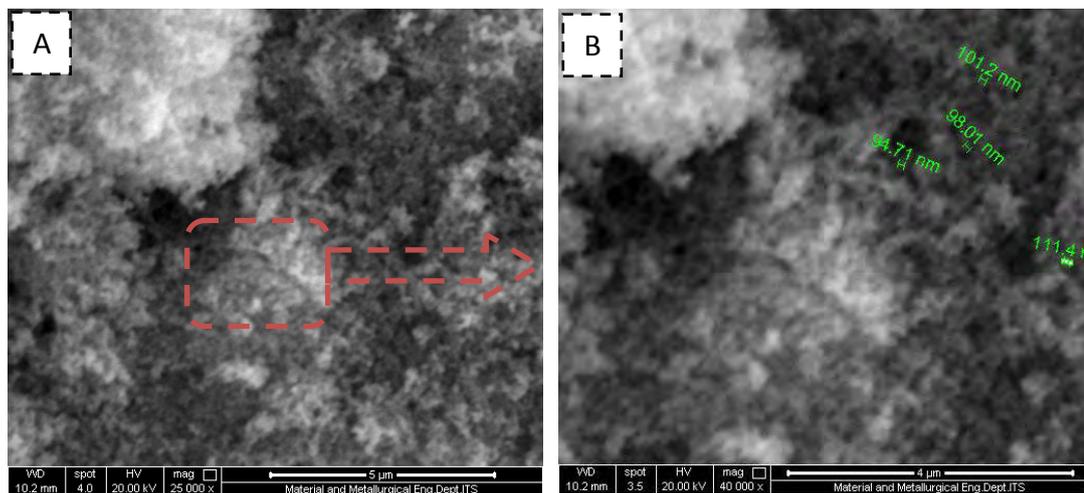
Pemanasan hidrothermal	Partikel Fe_2O_3 (nm)
T= 140 °C t= 10 jam	81-87
T= 160 °C t= 10 jam	88-92
T= 180 °C t= 10 jam	91-99

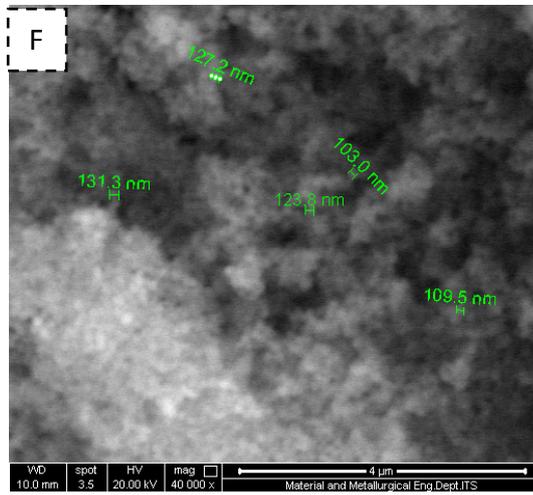
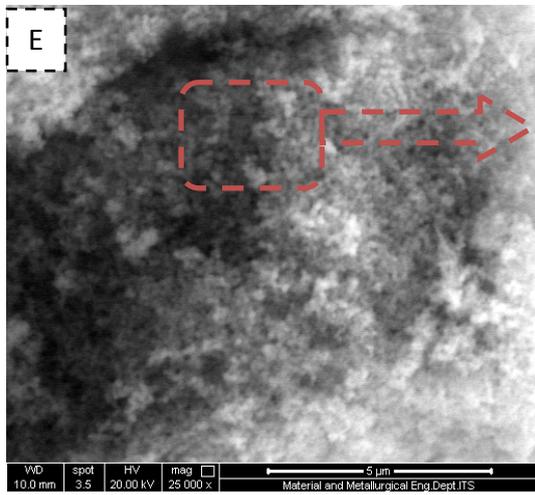
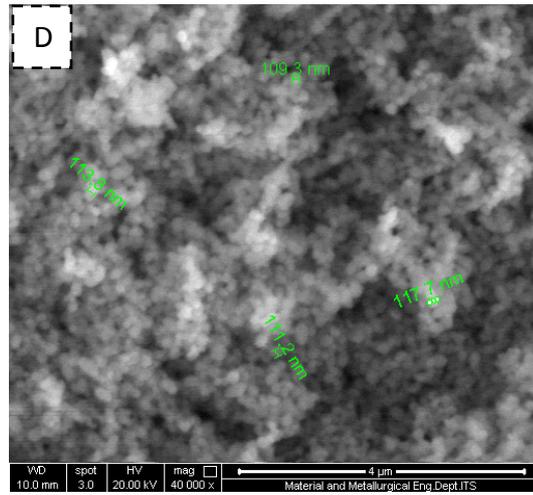
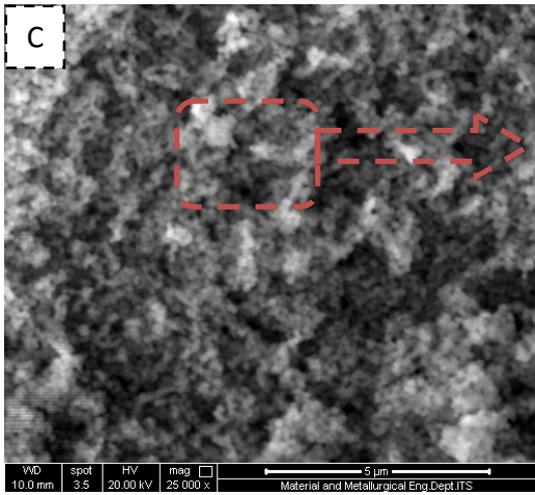
Ketika coba dilakukan sintesa pembuatan Fe_2O_3 pada temperatur hidrotermal 140 °C dalam waktu selama 10 jam tanpa menggunakan glycine untuk membandingkan dengan hasil yang lain, diperoleh jika bentuk morfologi terlihat pada lampiran 10. Pada gambar terlihat bentuk morfologi yang bergumpal-gumpal, dan tidak homogen di setiap bagian dari sample.

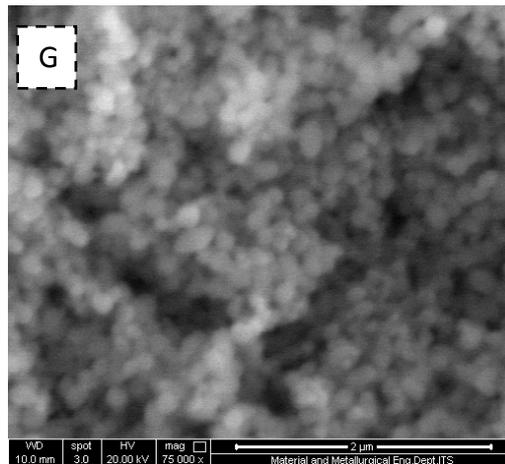
4.5 Hasil Pengujian SEM Fe₂O₃ dengan Penambahan Glycine 6 mmol pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Hasil pengamatan dengan menggunakan SEM FEI Inspect S50 morfologi hasil sintesis Fe₂O₃ dengan menambahkan glycine sebanyak 6 mmol dengan variasi temperatur hidrotermal sebesar 140 °C, 160 °C dan 180 °C selama 10 jam ditunjukkan pada Gambar 4.8. Hasil yang diperoleh dari perbesaran SEM 25.000x hampir sama dengan sample variasi penambahan 3 mmol glycine, dimana tidak terlihat perbedaan yang sangat signifikan dari ketiga sample tersebut. Perbedaan mulai terlihat saat dilakukan perbesaran 40.000x dimana pada temperatur hidrotermal 140 °C terlihat Struktur yang menyerupai nanopartikel seperti pada Gambar 4.8A.

Selain itu ketika dilakukan peningkatan temperatur pada 160 °C dan 180 °C ukuran partikel mulai membesar dan tampak jelas ketika saat perbesaran mencapai 75.000x seperti pada Gambar 4.8D. Pengujian serupa juga pernah dilakukan Wang ketika melakukan sintesa Fe₂O₃ untuk bahan anoda, hasil yang diperoleh menunjukkan jika penambahan glycine akan membantu pembentukan *elliptical* nano (Wang dkk, 2014)







Gambar 4.8 Struktur Fe_2O_3 dengan variasi 6 mmol glycine pada (A) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 20.000x (B) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 40.000x (C) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 20.000x (D) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 40.000x (E) Temperatur Hidrothermal 180 °C Perbesaran 20.000x (F) Perbesaran 75.000x (G)

Ukuran butir dengan pengukuran menggunakan SEI FEI Inspect S50 diperlihatkan pada Tabel 4.5 dibawah ini

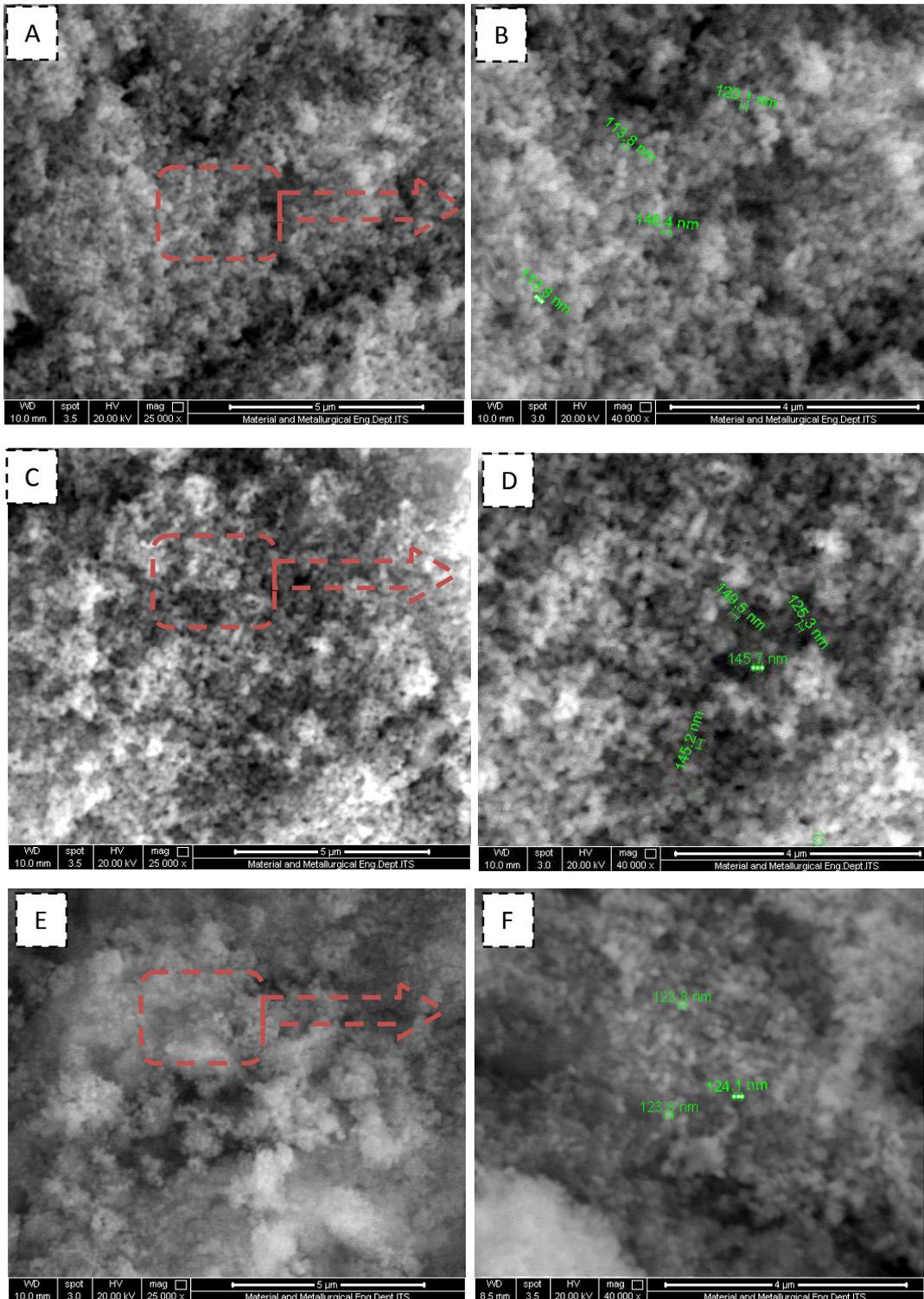
Tabel 4.5 Ukuran Partikel dengan Variasi 6 mmol Glycine Berdasarkan Temperatur Hidrothermal

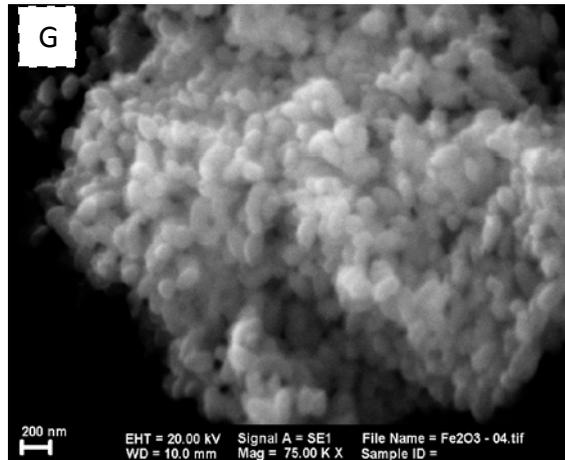
Pemanasan Hidrothermal	Partikel Fe_2O_3 (nm)
T= 140 °C t= 10 jam	98-111
T= 160 °C t= 10 jam	109-119
T= 180 °C t= 10 jam	109-131

4.6 Hasil Pengujian SEM Fe_2O_3 dengan Penambahan Glycine 9 mmol pada Variasi Temperatur Hidrothermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Pada pengamatan dengan menggunakan SEM FEI Inspect S50 morfologi hasil sintesis Fe_2O_3 dengan menambahkan glycine sebanyak 9 mmol dengan variasi temperatur hidrothermal sebesar 140 °C, 160 °C dan 180 °C selama 10 jam ditunjukkan pada Gambar 4.9. Dari perbesaran SEM 25.000x hampir sama dengan sample sebelumnya, dimana tidak terlihat perbedaan yang sangat signifikan dari ketiga sample tersebut. Perbedaan mulai terlihat saat dilakukan perbesaran 40.000x. Pada temperatur hidrothermal 140 °C Struktur yang menyerupai

nanopartikel terbentuk seperti terlihat seperti pada Gambar 4.9A. Ketika dilakukan peningkatan temperatur pada 160 °C dan 180 °C ukuran partikel mulai membesar dan tampak jelas membentuk elips saat perbesaran mencapai 75.000x seperti pada gambar 4.9D.





Gambar 4.9 Struktur Fe_2O_3 dengan variasi 9 mmol glycine pada (A) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 20.000x (B) Temperatur Hidrothermal 140 °C Perbesaran 40.000x (C) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 20.000x (D) Temperatur Hidrothermal 160 °C Perbesaran 40.000x (E) Temperatur Hidrothermal 180 °C Perbesaran 20.000x (F) Perbesaran 75.000x (G)

Untuk ukuran butir yang diperoleh dengan pengukuran menggunakan SEI FEI Inspect S50 diperlihatkan pada Tabel 4.6 dibawah ini

Tabel 4.6 Ukuran Partikel dengan Variasi 9 mmol Glycine Berdasarkan Temperatur Hidrotermal

Pemanasan Hidrothermal	Partikel Fe_2O_3 (nm)
T= 140 °C t= 10 jam	120-145
T= 160 °C t= 10 jam	125-150
T= 180 °C t= 10 jam	125-150

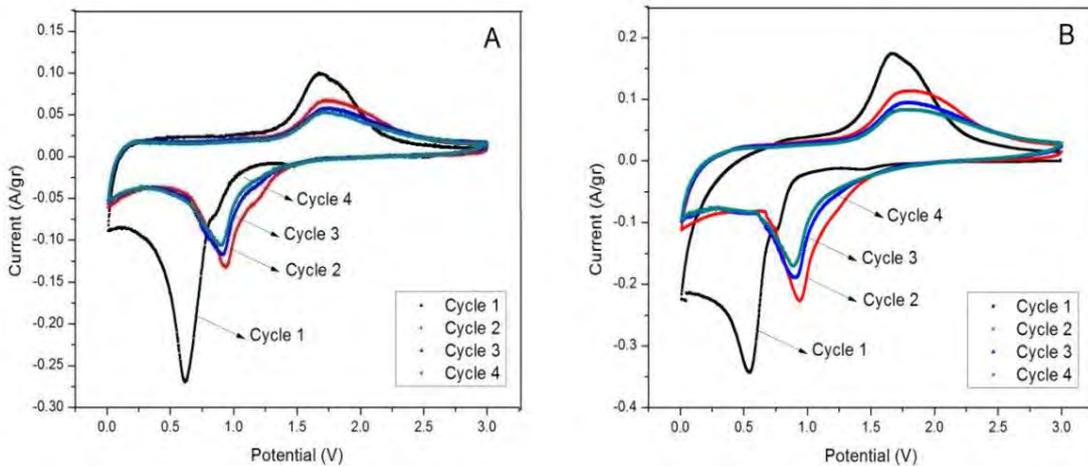
4.7 Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry* Fe_2O_3 dengan Penambahan 3 mmol Glycine Variasi Temperatur Hidrothermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

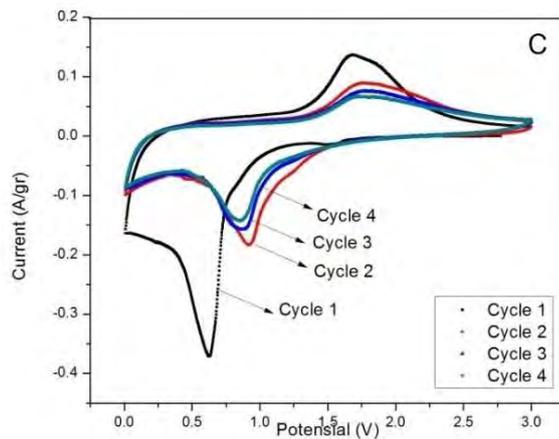
Hasil pengujian *Cyclic Voltammetry* Fe_2O_3 dengan penambahan 3 mmol glycine pada variasi temperatur Hidrothermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C terlihat pada Gambar 4.11. Cycle Voltametri diukur antara rentang 0.01 -3.0V dengan scane rate 0,1mV/s sebanyak 4 cycle. Pada cycle pertama terlihat untuk ketiga sampel. Diperoleh puncak reduksi sebesar ~ 0,6V, ~ 0,554 V dan 0,629 hal ini berhubungan dengan penyisipan ion lithium kedalam struktur kristal Fe_2O_3

dimana terjadi pengurangan Fe^{3+} menjadi Fe^0 dan reaksi reduksi irreversible dari elektrolit (Larcher, 2003).

Selain itu terlihat puncak utama pada proses oksidasi sebesar $\sim 1,69\text{V}$, $\sim 1,689\text{V}$ dan $\sim 1,697\text{V}$. Hal ini sesuai dengan kondisi oksidasi reversible dari Fe^0 untuk Fe^{3+} . Pada Gambar 4.10 terlihat jika pada siklus ke dua terjadi penurunan intensitas puncak hal ini terkait faktor ireversibel interkalasi dari ion Li^+ dalam kisi kristal, pembentukan lapisan Solid-electrolyte interface (SEI) yang ireversibel dan dekomposisi elektrolit yang biasa terjadi pada kebanyakan logam oksida transisi yang digunakan sebagai anoda (Liang, 2013) dan (Wang, 2014). Hal-hal tersebut dapat mempengaruhi puncak reduksi pada cycle ke dua dimana terjadi pergeseran menjadi $\sim 0,932\text{V}$, $\sim 0,923\text{V}$ dan $\sim 0,927\text{V}$ sedangkan puncak oksidasi menjadi $\sim 1,763\text{V}$, $\sim 1,82\text{V}$ dan $\sim 1,806\text{V}$.

Dari Gambar 4.10 terlihat jika puncak cycle ketiga hampir sama dengan cycle keempat namun agak lebih menurun dibandingkan puncak cycle kedua. walaupun terlihat terjadi penurunan puncak reduksi, namun secara keseluruhan menunjukkan jika sifat reversible dari reduksi dan oksidasi dari sampel Fe_2O_3 pada temperatur hidrotermal 140°C , 160°C dan 180°C sangat baik.





Gambar 4.10 Cycle Voltammogram Fe_2O_3 dengan Variasi 3 mmol Glycine pada (A) Temperatur Hidrotermal 140 °C (B) Temperatur Hidrotermal 160 °C (C) Temperatur Hidrotermal 180 °C

Dari Gambar 4.10 akan diperoleh intensitas arus pada masing-masing sample yang ditunjukkan pada Tabel 4.7. Tingginya puncak yang dihasilkan menunjukkan jika ketiga sample memiliki kemampuan konduktivitas yang baik.

Tabel 4.7 Intensitas Arus pada Variasi 3 mmol Glycine Terhadap Temperatur Hidrotermal

Temperatur hidrotermal (°C)	Intensitas Arus	
	Oksidasi (I _{pa})	Reduksi (I _{pc})
140	0.269	0.099
160	0.343	0.174
180	0.371	0.137

Dari pengamatan hasil grafik CV pada gambar 4.10 terlihat intensitas puncak redoks tertinggi terdapat pada sample dengan temperatur 160 °C. Tingginya intensitas yang diperoleh menandakan jika sample memiliki konduktivitas yang baik. Jika dikaitkan dengan bentuk morfologi dan SEM sample temperatur 160 °C memiliki morfologi nano partikel dengan permukaan yang lonjong dan cenderung terlihat elips, walaupun terdapat beberapa partikel lain yang berbentuk bulat. Jika dihubungkan dengan hasil perhitungan *Debye Scherrer* sampel 160 °C memiliki ukuran kristal yang paling kecil yakni 41.3 nm.

Hasil voltamogram pada gambar 4.10 menunjukkan jika ketiga sample memiliki kurva yang berhimpit dan terus stabil hingga cycle ke empat. Nilai kapasitas ireversibel tertinggi diperoleh pada variasi temperatur hidrotermal 180 °C yang mencapai hingga 570 mAh/g namun terjadi penurunan menjadi 334 mAh/g pada cycle kedua. Kapasitas yang diperoleh dari ketiga sample jauh lebih rendah dibandingkan kapasitas teoritik dari Fe₂O₃ yang mencapai 1005 mAh/g fenomena ini dapat dikaitkan dengan dengan terjadinya dekomposisi elektrolit yang terjadi atau pembentukan SEI yang kemungkinan besar mempengaruhi kapasitas yang dihasilkan (wang, 2014) dan (zang, 2013). Namun kapasitas yang diperoleh pada sampel dengan temperatur hidrotermal 180 °C jauh lebih tinggi dibandingkan kapasitas spesifik teoritis grafit yang hanya mencapai 372 mAh/g (wang dan yashio, 2000).

4.8 Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry* Fe₂O₃ dengan Penambahan 6 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Hasil cycle voltammogram dari Fe₂O₃ dengan penambahan glycine sebesar 6 mmol terhadap variasi temperatur hidrotermal antara 140 °C, 160 °C dan 180 °C selama 10 jam dapat dilihat pada Gambar 4.10. Nilai Cycle Voltametri diukur antara rentang 0.01 -3.0V dengan scan rate 0.1mV/s. Pada cycle pertama terjadi perbedaan mencolok pada puncak sampel dengan pemanasan hidrotermal 160 °C dimana puncak reduksi yang diperoleh sebesar 0.3V berbeda halnya dengan sample dengan pemanasan hidrotermal 140 °C dan 180 °C dimana puncak reduksi yang diperoleh mencapai 0.577V dan ~ 0.537V.

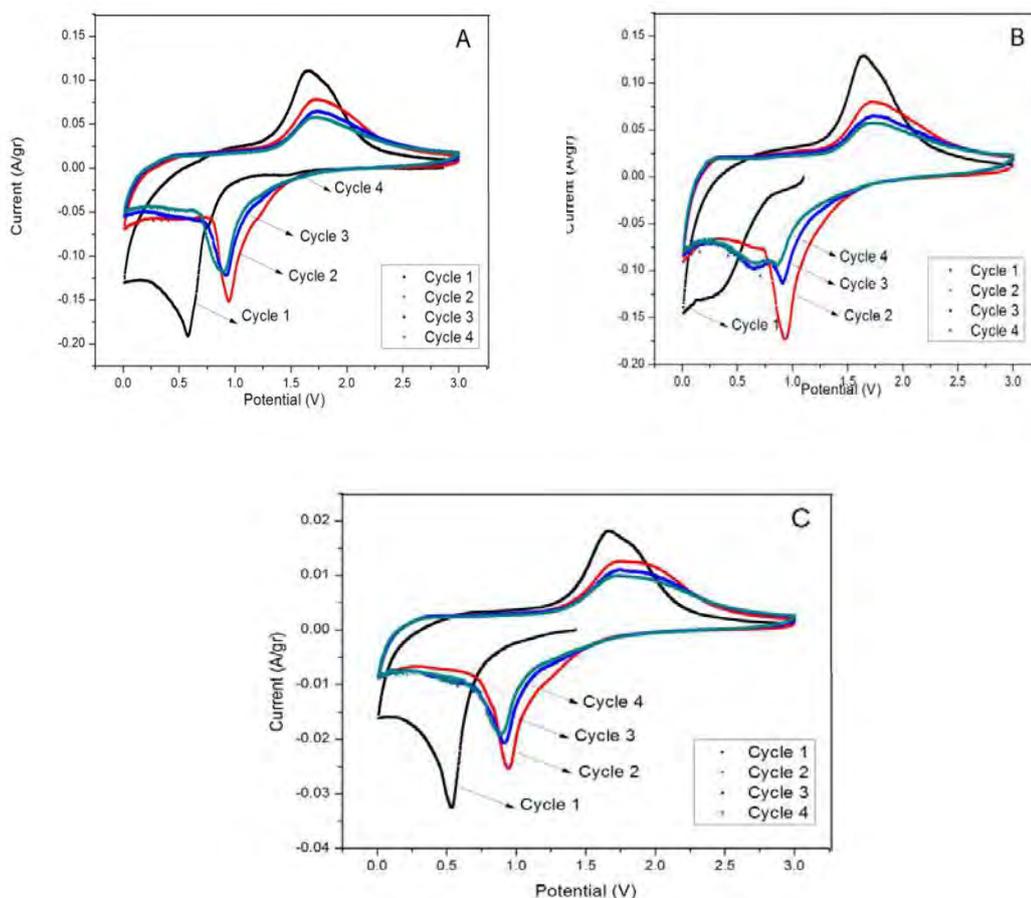
Namun pada proses oksidasi ketiga sample berada pada potensial yang sama yakni sebesar ~ 1.6V jika merujuk pada Reaksi yang terjadi dalam sel litium yakni :



hal ini sesuai dengan kondisi oksidasi reversible dari Fe⁰ untuk Fe³⁺. Pada Gambar 4.11 terlihat jika pergeseran besar potensial yang terjadi pada cycle ke dua. Faktor dominan yang mempengaruhi disebabkan pembentukan lapisan Solid-electrolyte interface SEI yang ireversibel atau dekomposisi elektrolit yang biasa

terjadi pada kebanyakan logam oksida transisi yang digunakan sebagai anoda (wang, 2014). Hal-hal tersebut mampu menjadi faktor yang mempengaruhi terjadi pergeseran pada puncak reduksi pada cycle ke dua menjadi $\sim 0,955\text{V}$, $\sim 0,928\text{V}$ dan $\sim 0,935\text{V}$ sedangkan puncak oksidasi menjadi $\sim 1,745\text{V}$, $\sim 1,735\text{V}$ dan $\sim 1,798\text{V}$.

Pada cycle ketiga terjadi penurunan puncak reduksi maupun oksidasi dimana terlihat penurunan puncak yang sangat jauh terdapat pada sampel dengan pemanasan hidrotermal $160\text{ }^\circ\text{C}$. Perbedaan puncak reduksi dan oksidasi yang besar pada setiap cycle yang terjadi menunjukkan jika kemampuan reversible dari sample dengan pemberian 6 mmol glycine dengan pemanasan $160\text{ }^\circ\text{C}$ sangat rendah, berbeda halnya dengan grafik voltammogram yang diperlihatkan sample dengan pemanasan $140\text{ }^\circ\text{C}$ dan $180\text{ }^\circ\text{C}$.



Gambar 4.11 Cycle Voltammogram Fe_2O_3 dengan Variasi 6 mmol Glycine pada (A) Temperatur Hidrotermal $140\text{ }^\circ\text{C}$ (B) Temperatur Hidrotermal $160\text{ }^\circ\text{C}$ (C) Temperatur Hidrotermal $180\text{ }^\circ\text{C}$

Dari Gambar 4.11 akan diperoleh intensitas arus pada masing-masing sample yang ditunjukkan pada Tabel 4.8 Tingginya puncak yang dihasilkan dari prngujian CV menunjukkan jika ketiga sample memiliki kemampuan konduktivitas yang baik.

Tabel 4. 8 Intensitas Arus pada Variasi 6 mmol Glycine Terhadap Temperatur Hidrotermal

Temperatur hidrotermal (°C)	Intensitas Arus	
	Oksidasi (Ipa)	Reduksi (Ipc)
140	0.191	0.110
160	0.145	0.129
180	0.032	0.08

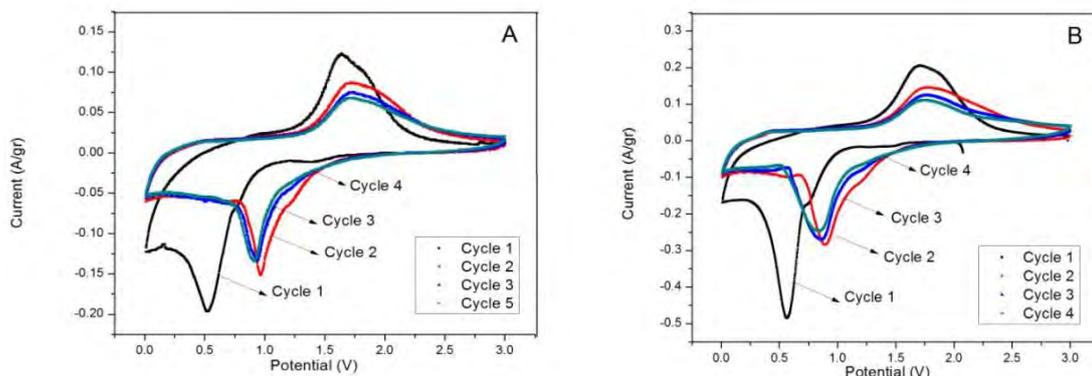
Dari pengamatan hasil grafik CV pada gambar 4.11 terlihat intensitas puncak redoks tertinggi terdapat pada sample dengan temperatur 180 °C. Tingginya intensitas yang diperoleh menandakan jika sample memiliki konduktifitas yang baik. Jika dikaitkan dengan bentuk morfologi dan SEM sample temperatur 180 °C memiliki morfologi nano partikel namun memiliki permukaan yang lonjong dan cenderung terlihat elips yang homogen. Jika dihubungkan dengan hasil perhitungan *Debye Scherrer* sampel memiliki ukuran kristal yang paling kecil yakni 70.81 nm. Hasil voltamogram pada gambar 4.11 menunjukkan jika ketiga sample memiliki kurva yang berhimpit dan terus stabil hingga cyle ke empat.

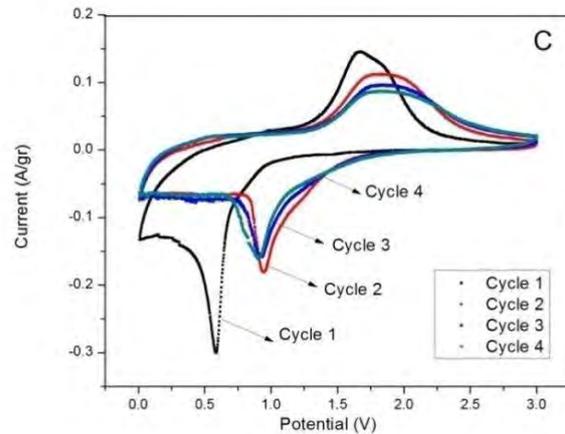
Kapasitas ireversible tertinggi diperoleh sampel dengan pemanasan hidrotermal 180 °C sebesar 509 mAh/g namun terjadi penurunan menjadi 483 mAh/g pada cycle kedua. Diperkuat dengan hasil XRD dan SEM terhadap unjuk kerja sample pada temperatur 180 °C, dimana puncak XRD yang dihasilkan sangat tinggi. Saat diamati dengan SEM morfologi yang terbentuk pada sampel dengan temperatur 180 °C sebagian menyerupai nanopartikel dan lebih homogen.

4.9 Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry* Fe₂O₃ dengan Penambahan 9 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Pada gambar 4.12 terlihat hasil cycle voltammogram dari Fe₂O₃ dengan penambahan glycine sebesar 9 mmol terhadap variasi temperatur hidrotermal antara 140 °C, 160 °C dan 180 °C selama 10 jam. Nilai cycle voltametri diukur antara rentang 0,01 -3,0V dengan scan rate 0.1mV/s. Pada cycle pertama puncak reduksi yang diperlihatkan sampel dengan pemanasan hidrotermal 140 °C, 160 °C, 180 °C dimana puncak reduksi yang diperoleh sebesar ~ 0,522V, ~ 0,564V, ~ 0.583V. Sedangkan pada proses oksidasi ketiga sample berada pada potensial sebesar ~1,65 V; 1,72 V; 1,69 V. Pada Gambar 4.12 terlihat jika terjadi pergeseran besar potensial pada cycle ke dua untuk ketiga sample. Faktor dominan yang mempengaruhi disebabkan pembentukan lapisan Solid-electrolyte interface SEI yang ireversibel atau dekomposisi elektrolit yang biasa terjadi pada kebanyakan logam oksida transisi yang digunakan sebagai anoda (wang, 2014). Hal-hal tersebut yang mampu mempengaruhi puncak reduksi pada cycle ke dua dimana nilai potensial menjadi ~ 0,963V, ~ 0,894V dan ~ 0,952V sedangkan puncak oksidasi menjadi; 1,737V, ~ 1,77V dan ~ 1,838V

Posisi puncak baik reduksi maupun oksidasi pada cycle ke dua, tiga dan empat saling berdekatan hal ini menunjukkan jika kemampuan reversible dari sample dengan pemberian 9 mmol glycine sangat baik.





Gambar 4.12 Cycle Voltammogram Fe_2O_3 dengan Variasi 9 mmol Glycine pada (A) Temperatur Hidrotermal 140 °C (B) Temperatur Hidrotermal 160 °C (C) Temperatur Hidrotermal 180 °C

Dari Gambar 4.12 akan diperoleh intensitas arus pada masing-masing sample yang ditunjukkan pada Tabel 4.9 Tingginya puncak yang dihasilkan menunjukkan jika ketiga sample memiliki kemampuan konduktivitas yang baik.

Tabel 4. 9 Intensitas Arus pada Variasi 9 mmol Glycine Terhadap Temperatur Hidrotermal

Temperatur hidrotermal (°C)	Intensitas Arus	
	Oksidasi (Ipa)	Reduksi (Ipc)
140	0.197	0.120
160	0.482	0.212
180	0.301	0.146

Untuk kapasitas irreversible yang dimiliki sampel pada pemanasan hidrotermal 140 °C, 160 °C, 180 °C. kapasitas yang dihasilkan sebesar 358 mAh/g, 634 mAh/g dan 401 mAh/g. Namun kapasitas yang dihasilkan masih lebih rendah jika dibandingkan dengan kapasitas spesifik Fe_2O_3 yang mencapai 1005 mAh/g. Akan tetapi kapasitas yang diperoleh pada pemanasan hidrotermal 160 °C dan 180 °C masih melebihi kapasitas spesifik teoritis grafit yang hanya mencapai 372 mAh/g (wang dan yashio, 2000).

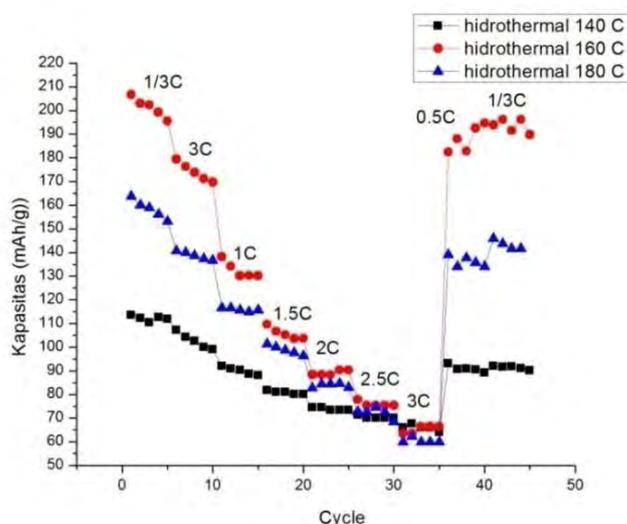
Berdasarkan pengujian *Cyclic Voltammetry* dapat terlihat jika variasi temperatur hidrotermal 160 °C memberikan performa yang baik dimana kapasitas irreversible yang diperoleh cukup tinggi hingga mencapai 634 mAh/g namun terjadi penurunan menjadi 500 mAh/g pada cycle kedua dibandingkan dengan variasi temperatur hidrotermal 180 °C yang mencapai 410 mAh/g dengan penurunan pada cycle kedua menjadi 333 mAh/g. Jika ditinjau dari hasil XRD terlihat jika pada temperatur 180 °C, puncak yang dihasilkan sangat tinggi dibandingkan sample temperatur hidrotermal 160 °C, dan dapat dikatakan jika sample temperatur 180 °C jauh lebih kristalin. Berdasar hasil SEM morfologi yang terbentuk pada sampel dengan temperatur 160 °C menyerupai nanopartikel dan terlihat homogen. Homogenitas dan ukuran nano membuat luas permukaan partikel lebih besar sehingga jalur difusi Li⁺ lebih baik.

4.10 Hasil Pengujian *Charge/Discharge* Fe₂O₃ dengan Penambahan 3 mmol Glycine pada Variasi Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Hasil pengujian *charge/discharge* Fe₂O₃ dengan penambahan 3 mmol glycine pada variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C seperti yang terlihat pada Gambar 4.14. Pengujian *charge–discharge* dengan variasi *C–rates* ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan dari baterai dalam menerima pembebanan arus yang berbeda–beda. Untuk mengetahui kehilangan kapasitas yang terjadi ketika diberikan pembebanan arus yang berbeda-beda, sel baterai diberikan *rate* dari 1/3C hingga 3C. Ketika ketiga sample diberikan beban arus 1/3C, kapasitas yang diperoleh pada variasi temperatur hidrotermal 140 °C sebesar 113.52 mAh/g, temperatur 160 °C sebesar 206.68 mAh/g dan temperature 180 °C sebesar 163.64mAh/g.

Kapasitas dari sample terus menurun seiring dengan penambahan variasi rapat arus yang diberikan. Dari Gambar 4.14 terlihat jika ketiga sample tetap stabil ketika diberikan beban arus sebesar 3C walaupun terjadi penurunan kapasitas hingga 65.98 mAh/g pada variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 63.46 mAh/g pada temperature 160 °C dan 59.811 mAh/g pada temperatur 180 °C. Hal ini terkait dengan kemampuan yang dimiliki bahan dalam penyimpanan ion

lithium dan bentuk morfologi yang berkaitan dengan total luas permukaan dari elektroda (zang, 2012)

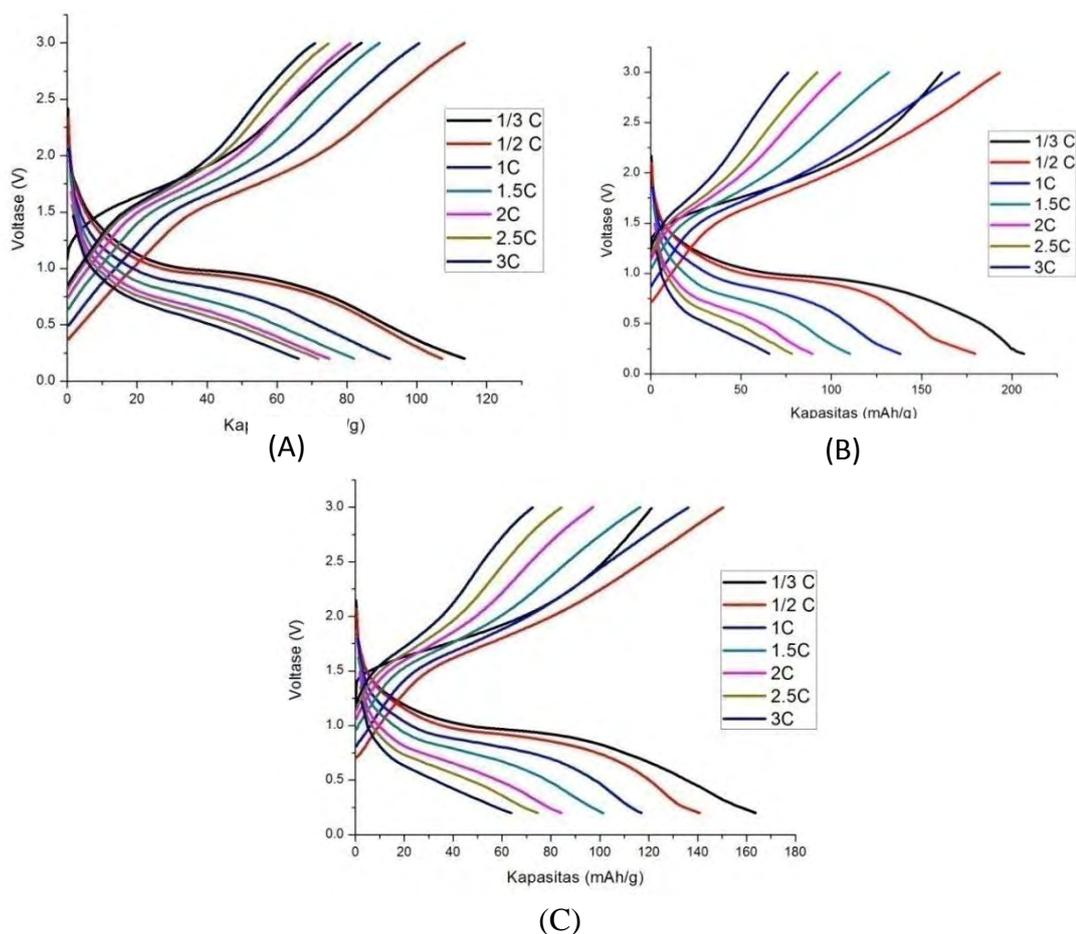


Gambar 4.13 Kurva Hasil high Rate Charge Discharge Mulai 1/3 hingga 3C pada Variasi 3 mmol Glycine dengan Temperature Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Dari grafik polarisasi yang ditampilkan pada Gambar 4.14 terlihat jika kesetabilan dalam mempertahankan kapasitas terbaik diperoleh pada variasi dengan temperatur 140 °C. Walaupun kapasitas awal yang diperlihatkan kecil dibandingkan pada temperatur 160 °C namun ketika dilakukan pembeban arus yang berbeda dari 1/3C hingga 3C penurunan kapasitas yang terjadi sebesar 43%. Sedangkan penurunan yang ditunjukkan pada variasi dengan temperatur 160 °C dan 180 °C ialah masing-masing sebesar 67% dan 63%.

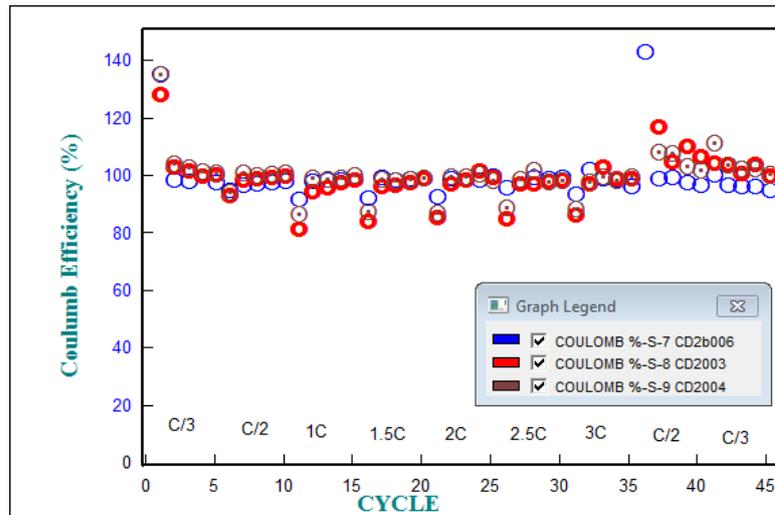
Pada grafik polarisasi juga terlihat ketika diberi pembebanan 1/3C terjadi perbedaan mencolok pada kapasitas awal yang terbentuk untuk ketiga sample yaitu masing-masing sebesar 113,52 mAh/g untuk sample dengan variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 206,68 untuk temperatur 160 °C dan 163,63 untuk temperatur 180 °C, dan ketiga sample terlihat membentuk platea lurus yang sama yakni pada saat tegangan sebesar 1,0 Volt. Seiring dengan peningkatan beban arus yang diberikan maka kapasitas yang dihasilkan juga menurun. Penurunan kapasitas yang terjadi dapat dipengaruhi oleh berbagai factor salah satunya yakni dekomposisi elektrolit yang biasa terjadi pada kebanyakan logam oksida transisi yang digunakan sebagai anoda (wang, 2014).

Jika ditinjau dari hasil XRD sample dengan temperatur 140 °C memiliki kristalinitas yang tinggi dibandingkan dibandingkan kedua sample yang lain dengan tingginya kristalinitas maka kemampuan sample menyerap ion Li^+ juga sangat baik.



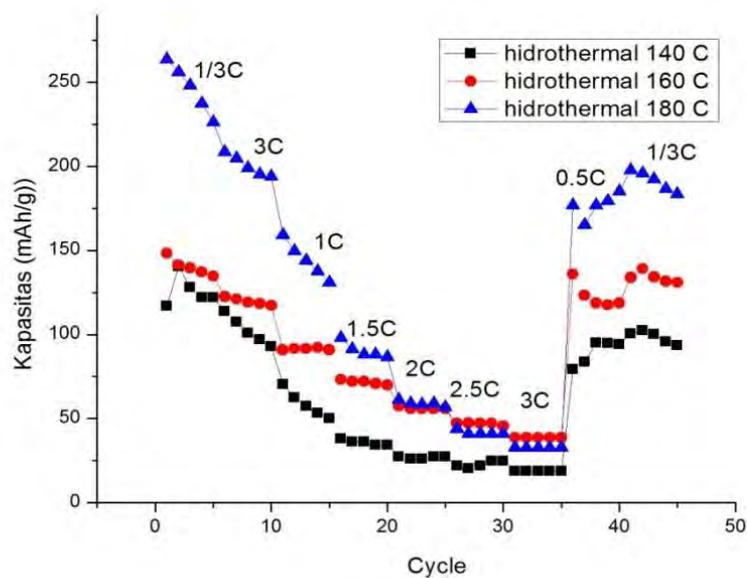
Gambar 4.14 Grafik Polarisasi dari Pengujian *Charge-Discharge* Menggunakan Variasi *C-Rates* 0,3C, 0,5C, 1C, 2C, 3C dengan Variasi 3 mmol Glycine pada (A) Temperatur Hidrotermal 140 °C (B) Temperatur Hidrotermal 160 °C (C) Temperatur Hidrotermal 180 °C

Dalam Gambar 4.15 terlihat efisiensi colombic antara ketiga sample cenderung stabil walaupun diberikan variasi pembebanan. Pada gambar terlihat penurunan efisiensi terjadi pada awal perubahan beban arus yang diberikan yakni pada cycle ke 5, 11, 16, 21, 26, dan 31. Namun ketika melewati cycle selanjutnya efisiensi colombic yang terjadi kembali stabil bahkan hingga cycle ke 45 efisiensi yang terjadi diatas 90%.



Gambar 4.15 Efisiensi Coulombic Fe_2O_3 dengan variasi 3 mmol glycine pada Temperatur Hidrotermal 140 °C, Temperatur Hidrotermal 160 °C dan Temperatur Hidrotermal 180 °C

4.11 Hasil Pengujian Charge/Discharge Fe_2O_3 dengan Penambahan 6 mmol Glycine Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C



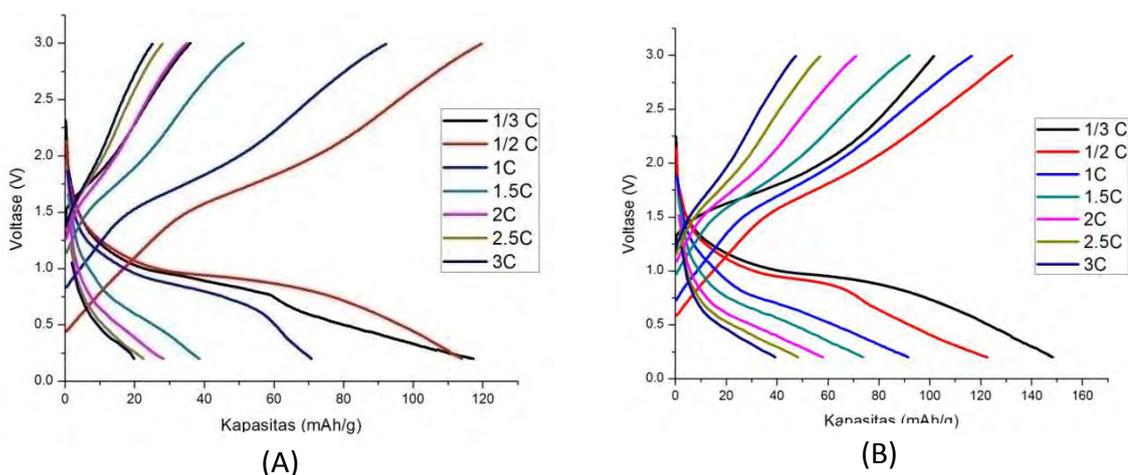
Gambar 4.16 Kurva Hasil high Rate Charge Discharge Mulai 1/3 hingga 3C pada Variasi 6 mmol Glycine dengan Temperature Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

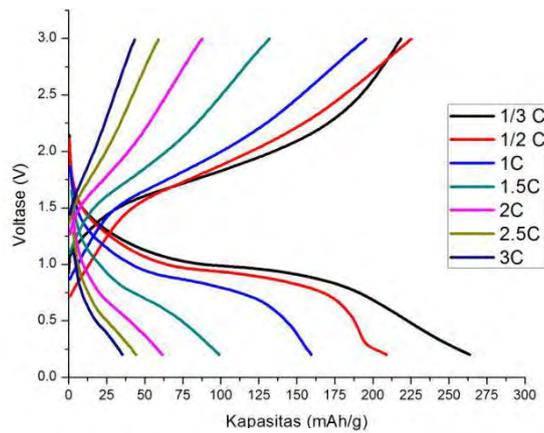
Hasil pengujian Charge/Discharge Fe_2O_3 dengan penambahan 6 mmol glycine pada variasi temperatur Temperatur Hidrotermal 140°C, 160°C dan 180

°C. Terlihat pada Gambar 4.16 jika ketiga sample tetap stabil ketika diberikan beban arus sebesar 3C walaupun terjadi penurunan kapasitas hingga 18.685 mAh/g pada variasi temperatur Temperatur Hidrotermal 140 °C, 38.69 mAh/g pada temperatur 160 °C dan 32.819 mAh/g pada temperatur 180 °C.

Dari Gambar 4.16 terlihat jika sample dengan variasi 160 °C. mampu mempertahankan kapasitas lebih baik dibandingkan kedua sample yang lain dimana penurunan kapasitas yang terjadi sebesar 74% sedangkan untuk spesimen dengan variasi 140 °C mencapai 84% dan temperatur 180 °C mencapai 87%. Penurunan kapasitas yang terjadi jauh lebih besar jika dibandingkan pada pengujian dengan menggunakan 3 mmol glycine. Salah satu alasan berkontribusi terhadap hilangnya kapasitas setelah cycle adalah terjadinya reaksi ireversibel dari Fe^0 ke Fe^{3+} dan proses lithium-difusi rendah (Hassan, 2010)

Dari Gambar 4.16 terlihat jika temperatur hidrotermal 180 °C memiliki kapasitas lebih tinggi dibandingkan dengan sampel lainnya. Namun ketika diberikan beban arus 3C penurunan kapasitas yang diberikan juga lebih tinggi. Jika dilihat berdasarkan grafik polarisasi pada gambar 4.17 terlihat jika variasi temperatur 180 °C membentuk platea lurus saat diberikan arus 1/3C, namun ketika beban arus ditingkatkan sebesar 1.5C platea yang terbentuk sangat kecil kondisi ini menunjukkan jika proses lithium-difusi yang terjadi rendah.

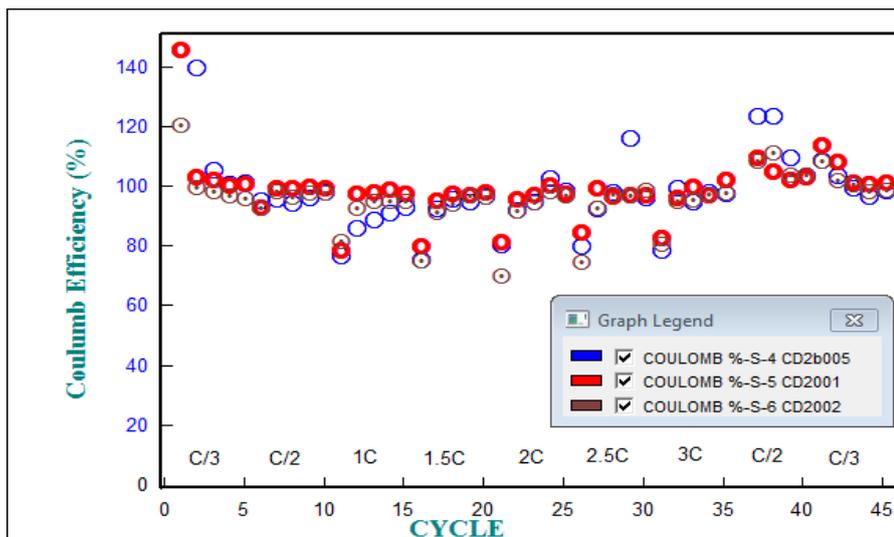




(C)

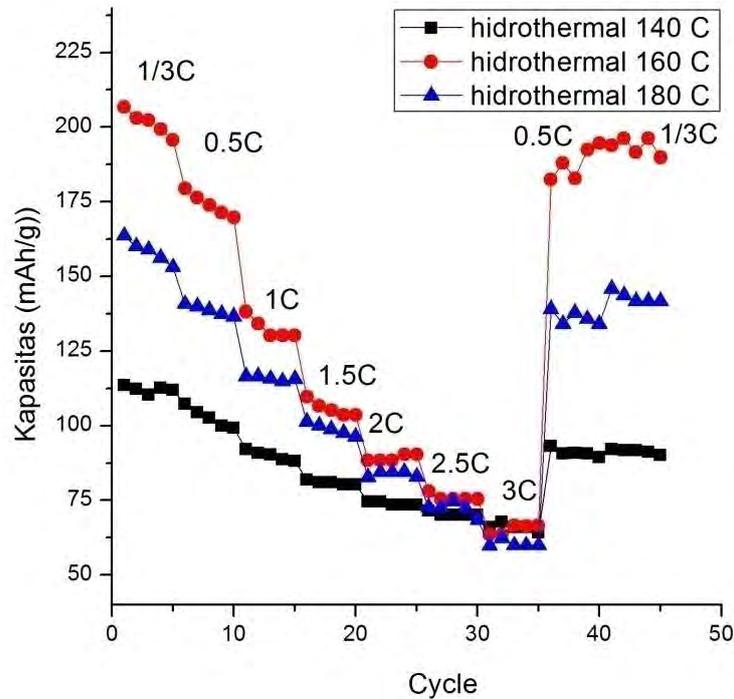
Gambar 4.17 Grafik Polarisasi dari Pengujian *Charge–Discharge* Menggunakan Variasi *C–Rates* 0,3C, 0,5C, 1C, 2C, 3C dengan Variasi 6 mmol Glycine pada (A) Temperatur Hidrotermal 140 °C (B) Temperatur Hidrotermal 160 °C (C) Temperatur Hidrotermal 180 °C

Berdasarkan pengujian charge–discharge juga diperoleh nilai efisiensi Coloumbic dari semua sampel. Efisiensi Coloumbic digunakan untuk mengetahui nilai presentase sampel dari pengujian dengan variasi *C–rates* yang berbeda–beda. Pada Gambar 4.18 terlihat jika ketiga spesimen memiliki efisiensi *Coloumbic* lebih stabil namun terlihat penurunan efisiensi terjadi pada awal perubahan beban arus yang diberikan yakni pada cycle ke 5, 11, 16, 21, 26, dan 31. Akan tetapi efisiensi kembali stabil ketika memasuki cycle selanjutnya.



Gambar 4.18 Efisiensi Coulombic Fe_2O_3 dengan variasi 6 mmol glycine pada Temperatur Hidrotermal 140 °C, Temperatur Hidrotermal 160 °C dan Temperatur Hidrotermal 180 °C

4.12 Hasil Pengujian Charge/Discharge Fe₂O₃ dengan Penambahan 9 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140°C, 160°C dan 180°C

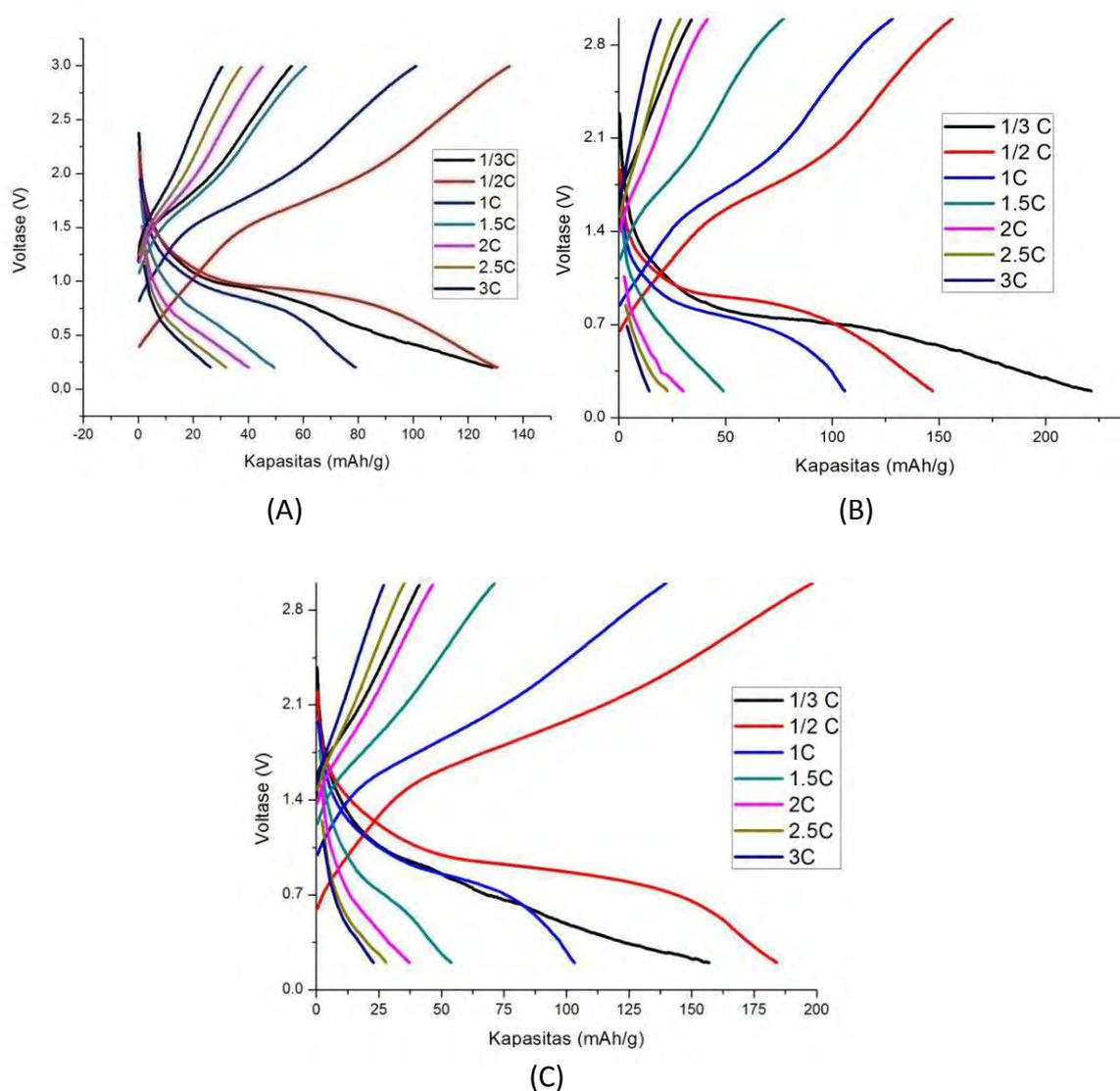


Gambar 4.19 Kurva Hasil high Rate Charge Discharge Mulai 1/3 hingga 3C pada Variasi 9 mmol Glycine dengan Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C

Hasil pengujian Charge/Discharge Fe₂O₃ dengan penambahan 9 mmol glycine pada variasi temperatur Temperatur Hidrotermal 140°C, 160°C dan 180°C. Terlihat pada Gambar 4.19 jika ketiga sample tetap stabil ketika diberikan beban arus dari 1/3C hingga 3C. Ketika beban arus yang diberikan kepada ketiga sample mencapai 3C terjadi penurunan kapasitas hingga, 11.287 mAh/g pada temperatur hidrotermal 160°C dan 21.63 mAh/g pada temperature hidrotermal 180°C.

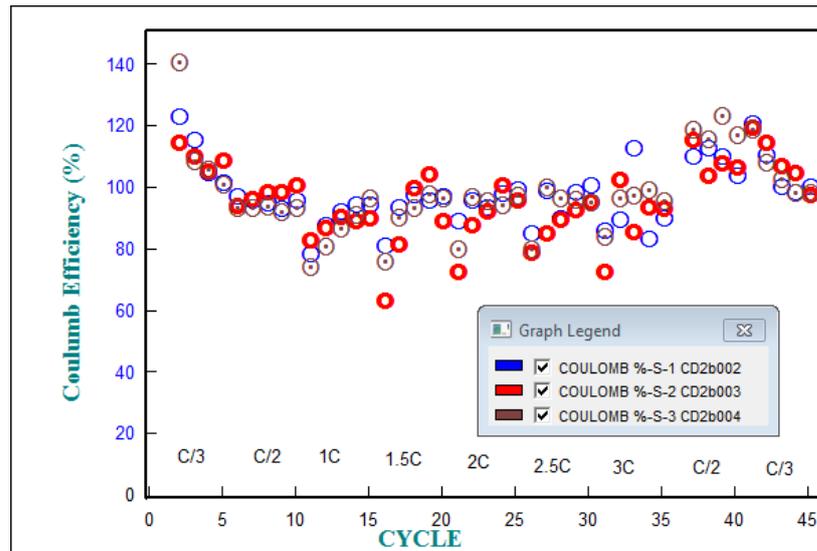
Dari Gambar 4.19 terlihat jika pengurangan kapasitas yang terjadi akibat pemberian beban arus dari 1/3 hingga 3C dengan variasi temperatur yakni sebesar 84%, untuk variasi temperatur 160 °C sebesar 94% dan variasi 180% sebesar 86%. Fe₂O₃ dengan pemanasan hidrotermal 140°C mampu mempertahankan penurunan kapasitas terhadap beban arus yang diberikan, jauh lebih baik dibandingkan kedua sample lainnya. Hal ini diperkuat dengan hasil XRD dimana sample tersebut

memiliki kristalinitas yang tinggi. Kisi kristal Fe_2O_3 mampu menyimpan enam ion Li per unit rumus dengan mekanisme interkalasi / de-interkalasi lithium ion sesuai persamaan $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 6\text{Li} \leftrightarrow 3\text{Li}_2\text{O} + 2\text{Fe}$ (Liu, 2009). Hanya saja hilangnya kapasitas terjadi setelah diberikan pembebanan arus yang tinggi. Faktor berkontribusi terhadap berkurangnya kapasitas setelah variasi pembebanan arus adalah terjadinya reaksi *ireversibel* dari Fe^0 ke Fe^{3+} dan proses lithium-difusi rendah (Hassan, 2010)



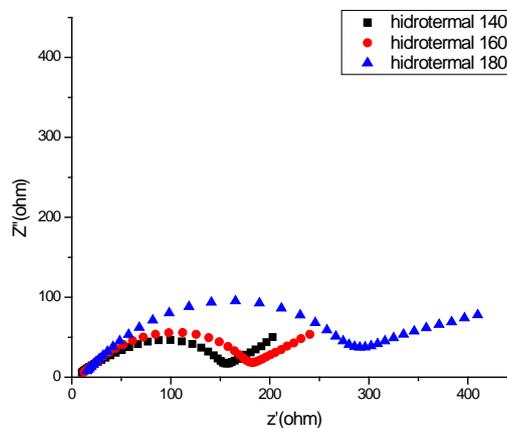
Gambar 4.20 Grafik Polarisasi dari Pengujian *Charge-Discharge* Menggunakan Variasi *C-Rates* 0,3C, 0,5C, 1C, 2C, 3C dengan Variasi 9 mmol Glycine pada (A) Temperatur Hidrotermal 140 °C (B) Temperatur Hidrotermal 160 °C (C) Temperatur Hidrotermal 180 °C

Berdasarkan pengujian charge – discharge juga diperoleh nilai efisiensi Coloumbic dari semua sampel. Efisiensi Coloumbic digunakan untuk mengetahui nilai presentase sampel dari pengujian dengan variasi C–rates yang berbeda– beda dimana nilai kapasitas colombik dari ketiga sampel mencapai kurang lebih 90% pada saat diberikan arus sebesar 3C.



Gambar 4.21 Efisiensi Coulombic Fe₂O₃ dengan variasi 9 mmol glycine pada Temperatur Hidrotermal 140 °C, Temperatur Hidrotermal 160 °C dan Temperatur Hidrotermal 180 °C

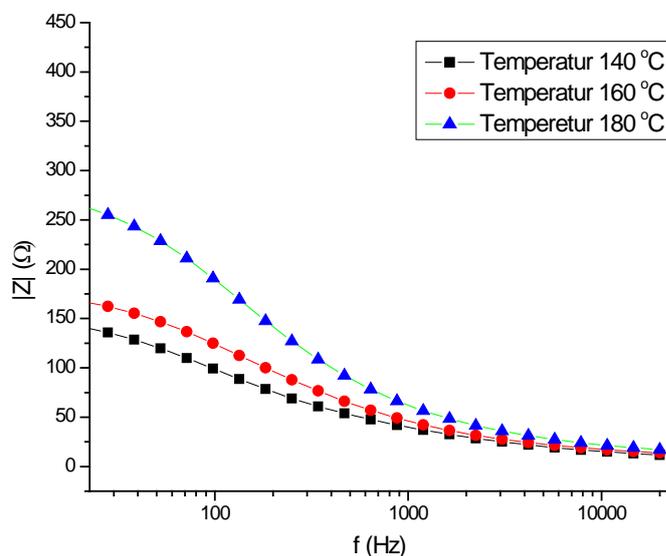
4.13 Hasil Pengujian *EIS* dengan Penambahan 3 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C



Gambar 4.22 Impedance Spectra Setelah Cycle ke 45 dengan Penambahan 3 mmol Glycine dengan Variasi Temperatur Hidrotermal

Nyquist plot dari elektroda Fe_2O_3 diperoleh setelah dilakukan percobaan charge-discharge pada cycle ke 45. Nilai dari impedansi didapatkan untuk mengetahui adanya proses interkalasi ion lithium yang terjadi antara *interface* pada anoda Fe_2O_3 dan larutan elektrolit LiPF_6 . Bentuk dari grafik EIS yang didapatkan yaitu berbentuk *semicircle* dan *slopes*. Setengah lingkaran di daerah frekuensi moderat menunjukkan proses transfer charge dari ion lithium pada permukaan Fe_2O_3 dan elektrolit, (Liang, 2013) Pada gambar 4.22 terlihat bahwa nilai impedansi terbesar memiliki terdapat pada sample dengan temperatur hidrotermal $180\text{ }^\circ\text{C}$ dimana R_{ct} mencapai $310\ \Omega$ sedangkan R_{ct} terkecil terdapat pada temperatur $140\text{ }^\circ\text{C}$ yang mencapai $160\ \Omega$, sedangkan sample dengan temperatur $160\text{ }^\circ\text{C}$ mencapai $190\ \Omega$.

R_{ct} besar yang terdapat pada tempeartur hidrotermal $180\text{ }^\circ\text{C}$ berbanding lurus dengan kapasitas yang dimiliki dan kemampuan reversible bahan hal ini terlihat pada hasil CV. Jika dilihat dari hasil XRD $180\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki kristalinitas yang tinggi dengan morfologi nanopartikel.

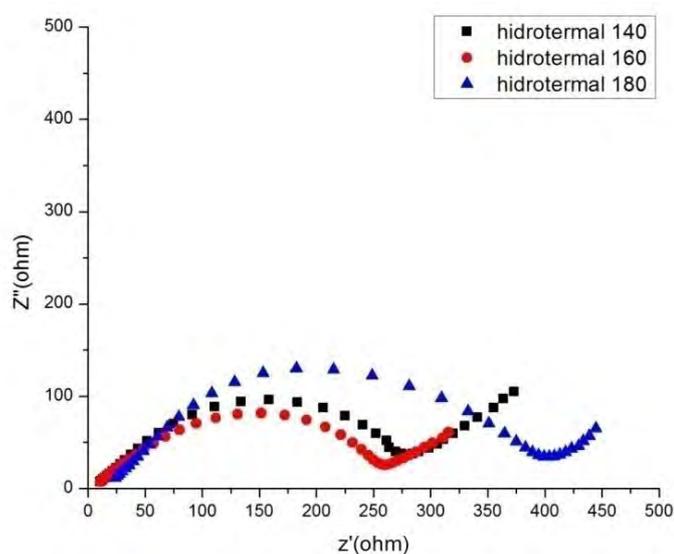


Gambar 4.23 Grafik EIS *bode plot* dari variasi temperatur hidrotermal $140\text{ }^\circ\text{C}$, $160\text{ }^\circ\text{C}$ dan $180\text{ }^\circ\text{C}$ pada variasi glycine 3 mmol setelah 45 cycle

Gambar 4.23 menunjukkan grafik *bode plot* yang memperlihatkan hasil dari nilai Z mutlak ($|Z|$) berbanding frekuensi. Pada sample dengan variasi 3 mmol

glycin dengan temperatur hidrotermal 140 °C memiliki nilai $|Z|$ sebesar 151,9 Ω , untuk temperatur 160 °C sebesar 176,7 Ω dan temperatur 180 °C sebesar 278,8 Ω . Dari ketiga variasi yang dilakukan, variasi 140 °C memiliki nilai $|Z|$ yang paling kecil hal ini sesuai grafik Nyquist plot pada Gambar 4.22 yang menunjukkan R_{ct} paling kecil. Dari hasil XRD terlihat jika variasi 140 °C memiliki kristalinitas paling tinggi dengan bentuk morfologi nanopartikel.

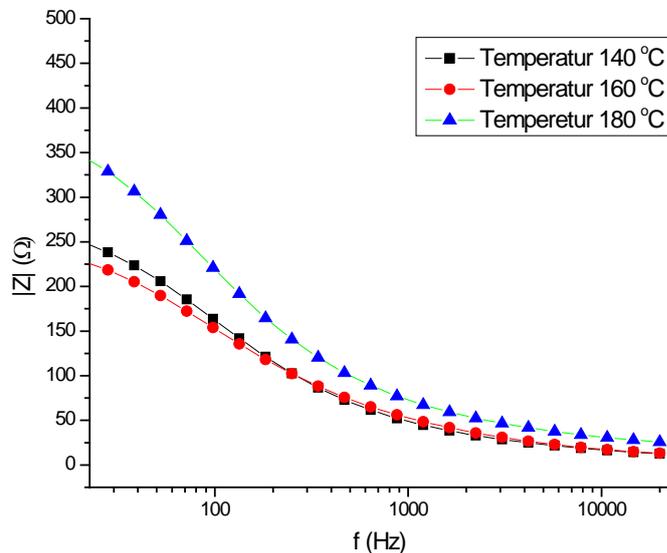
4.14 Hasil Pengujian *EIS* dengan Penambahan 6 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C



Gambar 4.24 Impedance Spectra Setelah Cycle 45 dengan Penambahan 6 mmol Glycine dengan Variasi Temperatur Hidrotermal

Hasil pengujian *EIS* dengan penambahan 6 mmol glycine pada variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C terlihat pada Nyquist plot gambar 4.23 dimana sampel elektroda Fe_2O_3 diperoleh setelah dilakukan percobaan charge-discharge pada cycle ke 45. Terlihat jika impedansi terbesar terdapat pada sample dengan temperatur hidrotermal 180 °C dimana R_{ct} mencapai 420 Ω sedangkan pada temperatur 160 °C hanya mencapai 255 Ω dan sample dengan temperatur 140 °C mencapai 290 Ω . walaupun memiliki R_{ct} yang cukup besar namun sampel dengan temperatur hidrotermal 180 °C memiliki kristalinitas dan kapasitas yang besar di bandingkan kedua sample yang lain. Hambatan besar terdapat pada temperatur hidrotermal 180 °C. Dimana jika dilihat dari hasil XRD

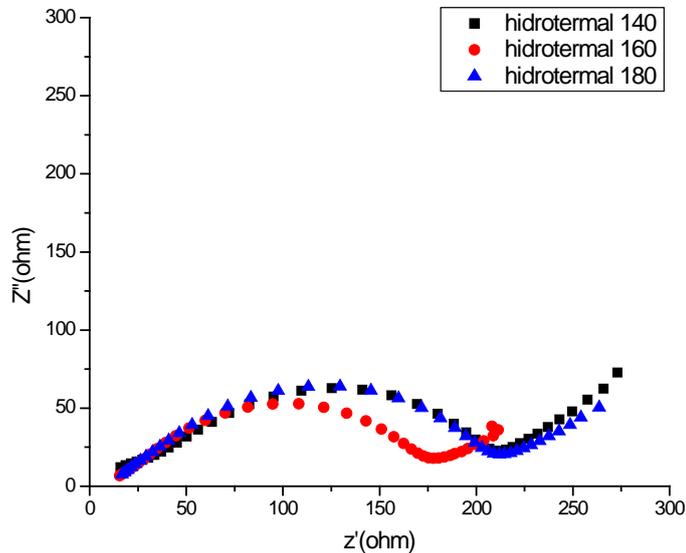
temperatur 180 °C memiliki kristalinitas yang tinggi dengan morfologi nanopartikel.



Gambar 4.25 Grafik EIS *bode plot* dari variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C pada variasi glycin 6 mmol setelah 45 cycle

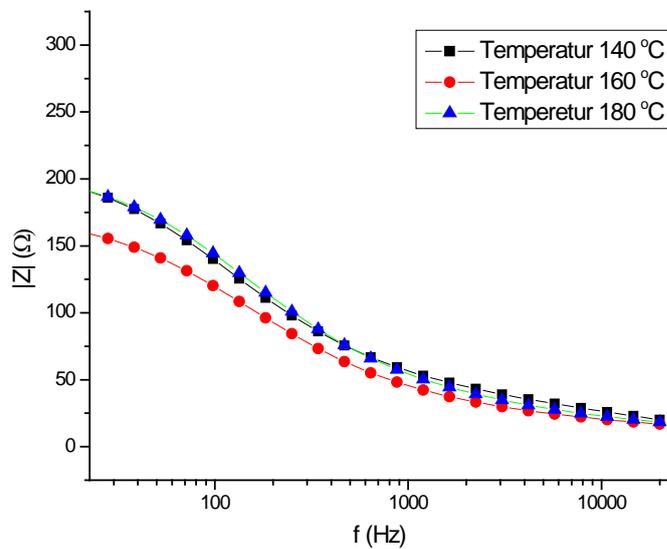
Gambar 4.23 menunjukkan grafik *bode plot* yang memperlihatkan hasil dari nilai Z mutlak ($|Z|$) berbanding frekuensi. Pada sample dengan variasi 6 mmol glycin dengan temperatur hidrotermal 140 °C memiliki nilai $|Z|$ sebesar 263,1 Ω , untuk temperatur 160 °C sebesar 239,1 Ω dan temperatur 180 °C sebesar 353,2 Ω . Dari ketiga variasi yang dilakukan, variasi 160 °C memiliki nilai $|Z|$ yang paling kecil hal ini sesuai grafik Nyquist plot pada Gambar 4.22 yang menunjukkan R_{ct} paling kecil. Dari hasil XRD terlihat jika variasi temperatur 160 °C memiliki kristalinitas paling rendah namun berdasarkan hasil perhitungan *Debye Scherrer* diperoleh jika sampel memiliki ukuran kristal paling kecil. Berdasarkan hasil SEM terlihat jika 160 °C memiliki bentuk morfologi partikel yang homogen.

4.14 Hasil Pengujian *EIS* dengan Penambahan 9 mmol Glycine pada Variasi Temperatur Hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C



Gambar 4.26 Impedance Spectra Setelah Cycle 45 dengan Penambahan 9 mmol Glycine dengan Variasi Temperatur Hidrotermal

Hasil pengujian *EIS* dengan penambahan 9 mmol glycine pada variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C terlihat dimana Nyquist plot dari elektroda Fe_2O_3 diperoleh setelah dilakukan percobaan charge-discharge pada cycle ke 45. Pada gambar 4.26 terlihat jika impedansi terbesar terdapat pada sample dengan temperatur hidrotermal 140 °C dan 180 °C dimana R_{ct} mencapai 210 Ω sedangkan pada temperatur 160 °C hanya mencapai 170 Ω . jika ditinjau berdasarkan hasil XRD variasi temperatur hidrotermal 140 °C memiliki kiralinitas lebih rendah namun memiliki ukuran kristal lebih kecil. Ketika dilakukan pengamatan dengan SEM terlihat jika morfologi yang terbentuk pada temperatur hidrotermal 140 °C lebih homogen



Gambar 4.27 Grafik EIS *bode plot* dari variasi temperatur hidrotermal 140 °C, 160 °C dan 180 °C pada variasi glycin 9 mmol setelah 45 cycle

Gambar 4.25 menunjukkan grafik *bode plot* yang memperlihatkan hasil dari nilai Z mutlak ($|Z|$) berbanding frekuensi. Pada sample dengan variasi 9 mmol glycin dengan temperatur hidrotermal 140 °C memiliki nilai $|Z|$ sebesar 204.5 Ω , untuk temperatur 160 °C sebesar 170,4 Ω dan temperatur 180 °C sebesar 202.8 Ω . Dari ketiga variasi yang dilakukan, variasi 160 °C memiliki nilai $|Z|$ yang paling kecil hal ini sesuai grafik Nyquist plot pada Gambar 4.22 yang menunjukkan R_{ct} paling kecil. Dari hasil XRD terlihat jika variasi temperatur 160 °C memiliki kristalinitas paling rendah namun berdasarkan hasil perhitungan *Debye Scherrer* diperoleh jika sampel memiliki ukuran kristal paling kecil

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa pembuatan Fe_2O_3 sebagai bahan anoda baterai lithium ion dengan menggunakan metode hidrotermal telah berhasil dilakukan. Variasi temperatur hidrotermal yang diberikan memberika karakteristik dan performa elektrokimia yang berbeda. Hasil uji XRD pada semua sample memperlihatkan kecocokan dengan JCPDS no 033-0664 dimana semua puncak difraksi terindeks sebagai oksida besi besi Fe_2O_3 (hematite). Pada pengujian CV didapatkan intensitas puncak arus oksidasi terbaik sebesar 0,482 A/gr dan pada saat reduksi sebesar 0,212 A/gr ketika temperatur hidrothermal 160 °C dengan komposisi 9 mmol glycine. Potensial posisi redoks diperoleh sebesar 0,583V saat reduksi dan 1,69V saat oksidasi. Hal ini menunjukkan jika konduktifitas yang dimiliki sample 9 mmol glycine sangat baik. Kapasitas ireversibel terbaik diperoleh pada temperatur hidrotermal 160 °C dengan penambahan 9 mmol glycine sebesar 634 mAh/g. Ukuran kristal yang kecil dan morfologi yang homogen menjadikan difusi ion dari Li^+ semakin baik sehingga meningkatkan kapasitas dari baterai lithium ion. Saat dilakukan pengujian *charge/discharge* dengan pemberian variasi C-rate dengan pembebanan arus dari 1/3C hingga 3C terlihat jika penurunan kapasitas yang diperoleh sample temperatur hidrothermal 160 °C dengan komposisi 9 mmol sebesar 94% hal ini menunjukkan rendahnya kristalinitas mempengaruhi kemampuan sample dalam mempertahankan kapasitas ketika diberikan pembebanan arus yang berbeda-beda.

5.2 Saran

1. Pada pengujian selanjutnya perlu dilakukan kajian dengan menggunakan asam amino lain.
2. Untuk melihat bentuk morfologi pada pengujian selanjutnya harus menggunakan TEM

3. Perlunya pemanasan dalam kondisi vakum sebelum dirakit menjadi coin cell
4. Perlu dilakukan uji BET untuk mengetahui luas permukaan material

Daftar Pustaka

- Bui Thi Hang, Shigeto Okada, Jun-ichi Yamaki (2008). "Effect of binder content on the cycle performance of nano-sized Fe₂O₃-loaded carbon for use as a lithium battery negative electrode." *Journal of Power Sources*, hal. 402–408.
- Chunyu Wu, Xiaoping Li, Weishan Li, Bin Li, Yaqiong Wang, Yating Wang, Mengqing Xua, Lidan Xing (2014). "Fe₂O₃ nanorods/carbon nanofibers composite: Preparation and performance as anode of high rate lithium ion battery." *Journal of Power Sources*, hal. 85-91.
- Daishu Hara, Junichi Shirakawa, Hiromasa Ikuta, Yoshiharu Uchimoto, Masataka Wakihara, Takafumi Miyanaga, and Iwao Watanabe (2002). "Charge–discharge reaction mechanism of manganese vanadium oxide as a high capacity anode material for lithium secondary battery." *Materials Chemistry*,
- Elson Y. Dzade, Alberto Roldan and Nora H. de Leeuw (2014). "A Density Functional Theory Study of the Adsorption of Benzene on Hematite (α -Fe₂O₃) Surfaces." *Minerals 2014*, hal. 89-115.
- Hanfeng Liang, Wei Chen, Yiwen Yao, Zhoucheng Wang, Yong Yang (2014). "Hydrothermal synthesis, self-assembly and electrochemical performance." *Ceramics International*, hal. 10283–10290.
- Hang-Deok Oh, Sang-Wha Lee, Sang-Ok Kim, Joong Kee Lee (2013). "Facile synthesis of carbon layer-entangled Fe₂O₃ clusters as anode materials for improved Li-ion batteries." *Journal of Power Sources*, hal 575-580.
- Hao Liu, Guoxiu Wang, Jinsoo Park, Jiazhao Wang, Huakun Liu, Chao Zhang (2009). "Electrochemical performance of α -Fe₂O₃ nanorods as anode material for lithium-ion cells." *Electrochimica Acta*, hal. 1733–1736.
- Huang Lihong dan Chen Yungui (2013). "Successful Hydrothermal Synthesis of α -Fe₂O₃ Hexagonal Micro-platelets and Its Application in Li-Ion Battery ." *Rare Metal Materials and Engineering Volume 42*, hal. 2014-2018.
- J. Zhang, X.L. Wang, X.H. Xia, C.D. Gu, J.P. Tu. (2011). "Electrochromic behavior of WO₃ nanotree films prepared by hydrothermal oxidation." *Solar Energy Materials & Solar Cells* ,hal. 2107–2112.
- Jingjing Zhang, Yifan Sun, Yu Yao, Tao Huang, Aishui Yu (2013). "Lysine-assisted hydrothermal synthesis of hierarchically porous Fe₂O₃ microspheres as anode materials for lithium-ion batteries." *Journal of Power Sources* 222, hal. 59-65.
- Leilei Tian, Quanchao Zhuang, Jia Li, Chao Wua, Yueli Shi, Shigang Sun (2012). "The production of self-assembled Fe₂O₃–graphene hybrid materials by a hydrothermal process for improved Li-cycling." *Electrochimica Acta* , hal. 153–158.

- Limin Song, Shujuan Zhang, Bin Chen, Jingjie Ge, Xicheng Jia (2010). "A hydrothermal method for preparation of α -Fe₂O₃ nanotubes and their catalytic performance for thermal decomposition of ammonium perchlorate." *colloids and Surfaces A: Physicochem*, hal. 1–5.
- Mohd Faiz Hassana, Zaiping Guo, Zhixin Chen, Huakun Liu (2011). " α -Fe₂O₃ as an anode material with capacity rise and high rate capability for lithium-ion batteries." *Materials Research Bulletin*, hal 858–864.
- Rahman, MD. Mokhlesur (2011). *advance materials for Lithium-Ion batteries*. University of Wollongong: Institute For Superconducting & Electronic Materials Faculty Of Engineering,.
- Rohman, Fadli (2012). *Aplikasi Graphene Untuk Lithium Ion Battery* . Bandung : Institut Teknologi Bandung .
- Scrosati, Walter A. van Schalkwijk and Bruno (2002). *Advances in Lithium-Ion Batteries*. New York: Kluwer Academic Publishers.
- Shouhua Feng, Ruren xu (2001). "New Materials in Hidrothermal synthesis." *Acc. Chem*, hal 239-247.
- Subhan, Achmad (2011). *Fabrikasi dan karakterisasi li₄ti₅O₁₂ untuk bahan*. Indonesia: universitas indonesia.
- Subrahmanyam Goriparti, Ermanno Miele, Francesco De Angelis, Enzo Di Fabrizio, Remo Proietti Zaccaria, Claudio Capiglia (2014). "Review on recent progress of nanostructured anode materials for Li-ion batteries." *Journal of Power Sources* , hal. 421-443.
- Wen-Jing Li, Yong-Ning Zhou, Zheng-Wen Fu (2010). "Nanocomposite Fe₂O₃–Se as a new lithium storage material." *Electrochimica Acta*,hal. 8680–8685.
- Xia Wang, Ying Xiao, Changwen Hu, Minhua Cao (2014). "A dual strategy for improving lithium storage performance, a case of Fe₂O₃." *Materials Research Bulletin*, hal 162–169.
- Xin-Yu Xue, Chun-Hua Ma, Chun-Xiao Cui, Li-Li Xing (2011) "High lithium storage performance of α -Fe₂O₃/graphene nanocomposites as lithium-ion battery anodes." *Solid State Sciences*,hal 1526-1530.
- Yanna NuLi, Peng Zhang, Zaiping Guo, P. Munroe, Huakun Liu (2008). "Preparation of α -Fe₂O₃ submicro-flowers by a hydrothermal approach and their electrochemical performance in lithium-ion batteries." *Electrochimica Acta*, 2008 hal 4213-4218.
- Yao Li, Chengling Zhu, Tao Lu, Zaiping Guo, Di Zhang, Jun Ma, Shenmin Zhu (2013). "Simple fabrication of a Fe₂O₃/carbon composite for use in a high-performance lithium ion battery." *CARBON*, hal 565–573.
- Ying Wang 2012). *Design of Nanostructured Materials for Advanced Lithium Ion Batteries*. Sydney : University of Technology.

Yinzhu Jiang, Dan Zhang, Yong Li, Tianzhi Yuan, Naoufal Bahlawane, Chu Liang, Wenping Sun, Yunhao Lu, MiYan (2014). "Amorphous Fe_2O_3 as a high-capacity, high-rate and long-life anode material for lithium ion batteries." *Nano Energy*, hal 23–30.

Zhi Liu, Junhua Mia, Yuan Yang, Jia Li, Xiu li Tan (2012). "Synthesis, characterization and electrochemical properties of three-dimensionally ordered macroporous a- Fe_2O_3 ." *Materials Science and Engineering*, hal. 1612–1617.

RIWAYAT HIDUP PENULIS



Penulis bernama Eriek aristya pradana putra dilahirkan di kota Palu, 16Maret1990. Penulis merupakan anak pertama dari tiga bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu, SDN Negeri Birobuli, SMPN 2 Palu dan SMAN 1 Palu. Setelah lulus dari SMA tahun 2007, penulis diterima menjadi mahasiswa di Universitas Tadulako pada jurusan Teknik Mesin pada tahun yang sama.Semasa perkuliahan di Universitas Tadulako, penulis pernah menjadi asisten laboratorium fisika dasar pada priode 2011-2012, dan asisten dosen praktikum prestasi mesin. Selain itu penulis juga pernah terlibat dalam kegiatan pengabdian masyarakat dengan menjadi asisten instruktur pada pelatihan AutoCad untuk guru-guru SMK. Kegiatan organisasi yang pernah penulis ikuti selama menjadi mahasiswa yaitu Organisasi Himpunan Mahasiswa Mesin dan menjabat sebagai Anggota Devisi penalaran dan keilmuan priode 2009-2011 dan Divisi Humas pada priode 2010-2012. Pengalaman kerja yang pernah penulis jalani yakni *On the Job Training* di PT. Poso Energi dalam kurun waktu tiga bulan dan mengambil topik project “Analisis Desain Cooler Turbin Francis Pada PLTA Poso” selain itu penulis juga pernah bekerja sebagai Drafter ME pada PT. Nusantara Citra.

Penulis lulus dari Universitas Tadulakodan melanjutkan studi di Magister Teknik Material dan Metalurgi dan mengambil thesis dengan judul Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Dan Komposisi Glysin Pada Proses Sintesa Anoda Fe_2O_3 Terhadap Performa Elektrokimia Baterai Ion Lithium. Penulis dapat dihubungi di nomer 085341003801, serta melalui email pada erikaristya@gmail.com