Kinerja Elektrokimia Nanokomposit Fe_3O_4/C sebagai Anoda pada Baterai Ion-Lithium

Oleh :
Vania Mitha Pratiwi (2311.201.207)

Pembimbing:
Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng

Latar Belakang

Peralatan Elektronik

Mobil Listrik

Baterai Ion Lithium

Kelebihan baterai ion lithium :
- ion dengan ukuran paling kecil yang densitasnya besar
- memiliki energi spesifik yang paling tinggi
- tidak memiliki memory effect

Katoda : $LiCoO_2$ dan $LiMn_2O_4$

Anoda : Grafit/ Material Karbon (baterai komersial LiC_6)

Kekurangan Grafit :
- perubahan struktur saat siklus menyebabkan kapasitas berkurang (Wang, 2009)
- kapasitas teoritis 372 mAh/g

Alternatif Material pengganti Grafit sebagai Anoda
Oksida logam : Fe_2O_3, Fe_3O_4, $LiFeO_2$, dsb

Latar Belakang

Magnetit (Fe_3O_4)

Kelebihan:
- oksida logam yang stabil
- murah, tersedia di alam dan ramah lingkungan
- kapasitas penyimpanan teoritis yang besar (924 mAh/g, (Liu, 2011)
- terbentuknya SEI (Solid elektrolit Interface)(Tarascon, 2000)
- konduktifitas elektrik sebesar 208 S/m (Behera, 2011)
- stabil pada rapat arus yang lebih tinggi (Behera, 2011)
- berukuran nano (jarak lintasan transfer yang pendek dan reaksi cepat

Kekurangan:
Lebih mudah terjadi aglomerasi sehingga kapasitas penyimpanan menjadi rendah

Magnetite + Grafit

Penelitian Terdahulu

Peneliti	Metode	Hasil Penelitian
Liu dkk (2012)	Menggunakan *precursor* α-Fe_2O_3 untuk pembuatan Fe_3O_4 dan asam sitrat sebagai sumber karbon	Kapasitas *discharge* awal = 1126 mAh/g Kapasitas *discharge* setelah 100 kali siklis = 394 mAh/g
Peichao dkk (2010)	Sintesa magnetit menggunakan metode reaksi gas/liquid interfase dari $Fe(NO_3)_3.9H_2O$ dengan sumber karbonnya dari etilen glikol (EG)	Kapasitas *discharge* awal =1048 mAh/g Kapasitas *discharge* setelah 34 kali siklis = 226 mAh/g
Behera (2011)	Sintesa magnetit disiapkan dari metode sonifikasi presipitasi sederhana dari $FeCl_2$ dan $FeCl_3$	Kapasitas *discharge* awal = 1085 mAh/g Kapasitas *discharge* setelah 153 kali siklis = 200 mAh/g

Tujuan dan Manfaat Penelitian

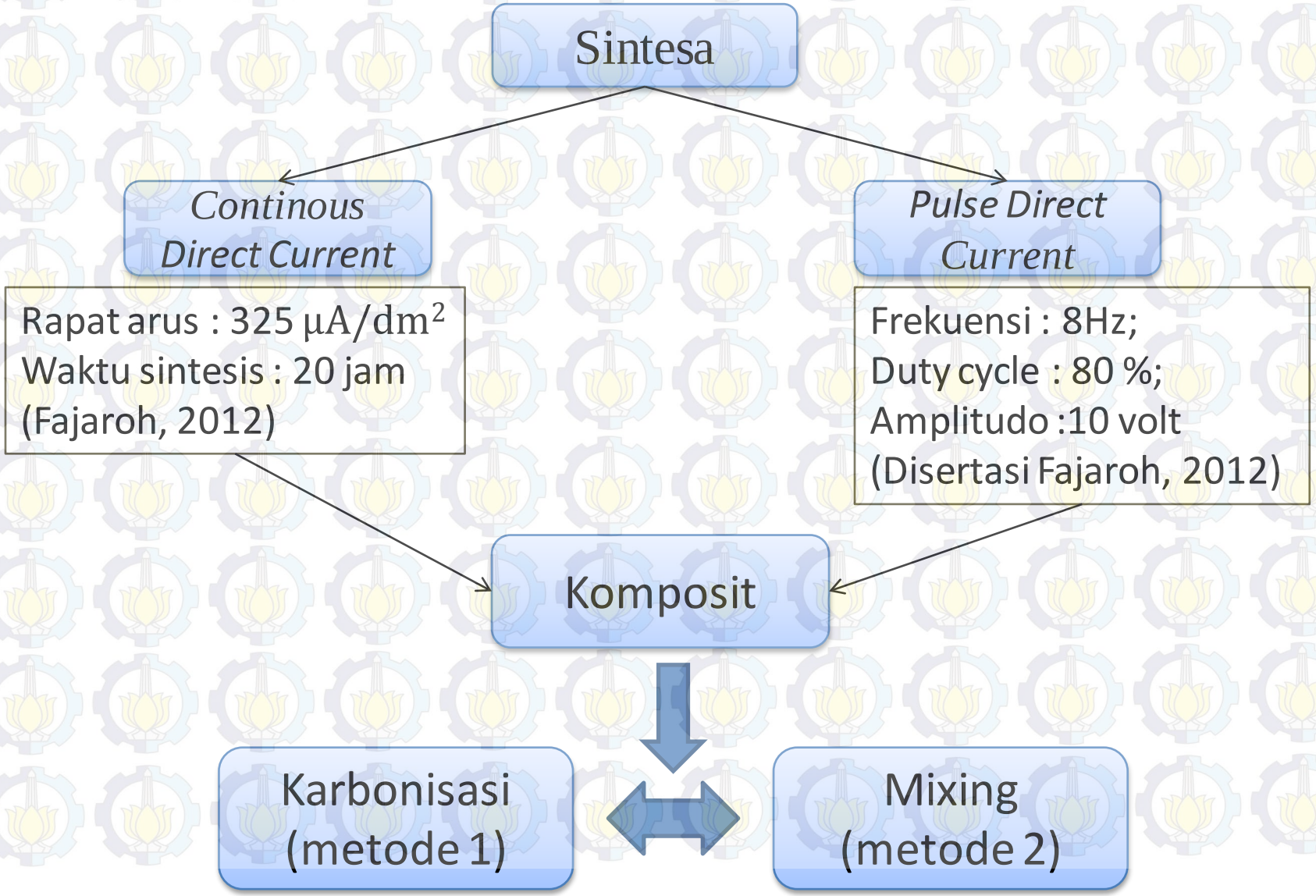
Tujuan :

1. Mempelajari sintesa nanokomposit Fe_3O_4/C sebagai bahan anoda baterai ion lithium
2. Mengevaluasi kinerja elektrokimia nanokomposit Fe_3O_4/C (eksperimen dan teoritis)

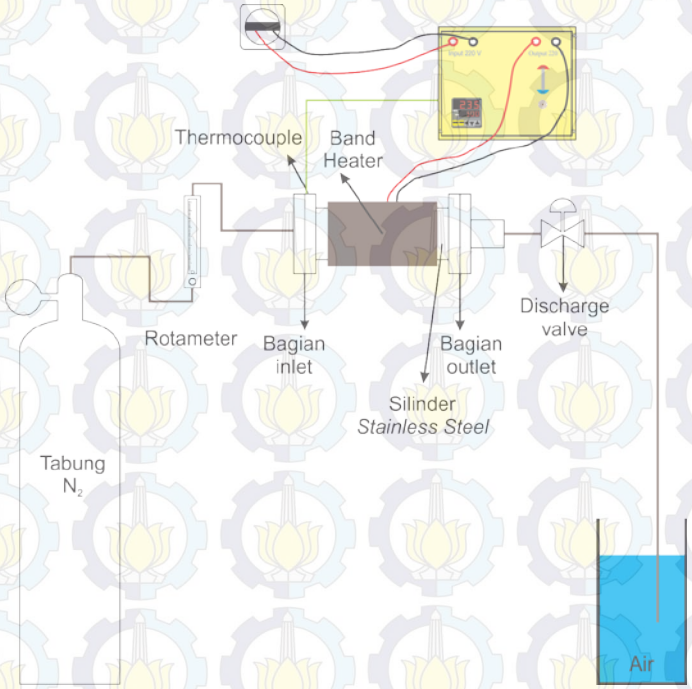
Manfaat :

Manfaat dari penelitian ini yaitu memberikan terobosan baru cara membuat Fe_3O_4 dengan menggunakan metode elektrolisa dan membuat nanokomposit Fe_3O_4/C menggunakan cara karbonisasi sebagai bahan anoda baterai ion lithium yang memiliki kapasitas penyimpan yang besar dan konduktifitas elektrik yang tinggi. Serta sebagai langkah awal pengembangan simulasi baterai ion lithium menggunakan magnetite sebagai anoda baterai ion lithium.

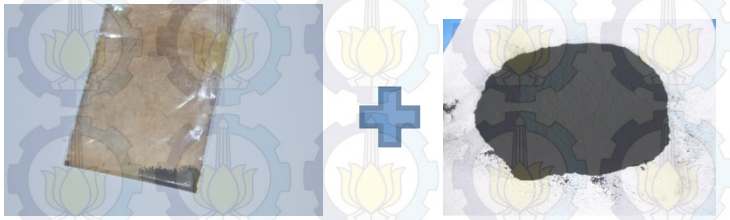
Metodologi Penelitian



Metodologi Penelitian

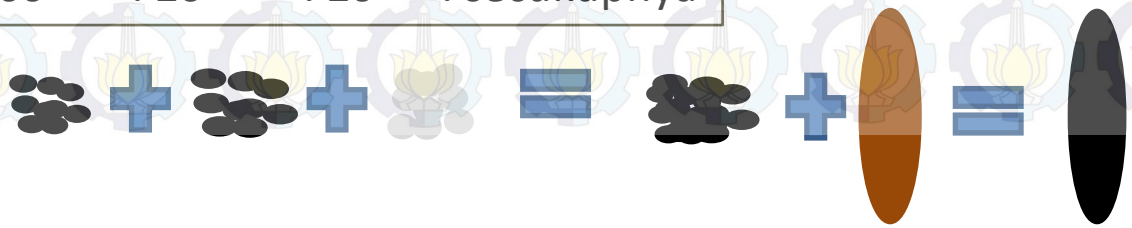


Karbonisasi
Magnetite : Sukrosa = 1: 3



Mixing
Magnetite : *carbon black* = 6: 2

Fe_3O_4	: Karbon	: PVdF	: NMP
60	: 20	: 20	: secukupnya



Uji Elektrokimia

Uji Elektrokimia

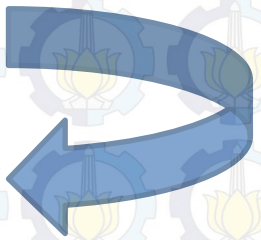
Uji Elektrokimia

Electrochemical Impedance Spectroscopy
Cyclic Voltammetry

(Autolab PG STAT 302,Metrohm)

Elektrolit: Na_2SO_4 1M dan $LiPF_6$ 1 M
Analisa 3 Elektroda
WE : nanopartikel Fe_3O_4 dan nanokomposit Fe_3O_4/C
RE : Ag/AgCl
CE : Platina

Hasil CV dan EIS dari eksperimen :
SIMULASI menggunakan software Comsol Multiphysic Inc.

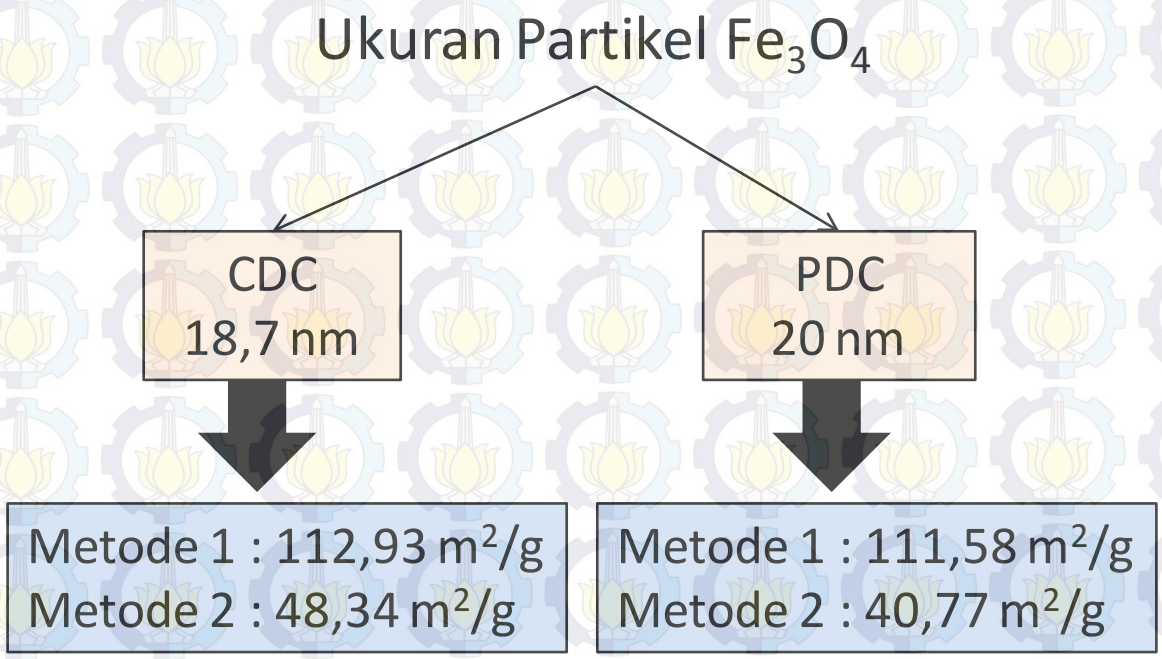


Karakterisasi Produk

1. Diameter dan Surface Area Partikel Fe_3O_4 dan Fe_3O_4/C (Quantachrome Instruments Nova 1200)
2. Kemurnian Partikel (X-ray Diffraction Analysis) menggunakan X-ray diffractometer (X'pert PRO PANalytical)
3. Morfologi Partikel *scanning electron microscopy* (SEM S-5000 Hitachi)
4. Ikatan Gugus dalam Partikel *Fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR) (Themo Scientific Icolet iS10)
5. Degradasi Fe_3O_4 dan Karbon *thermogravimetry and differential scanning calorimetry* (TGA/DSC 1 STARe System Mettler Toledo)
6. Kinerja Elektrokimia Fe_3O_4/C ,Potensiostat (Autolab PG STAT 302, Methrom)

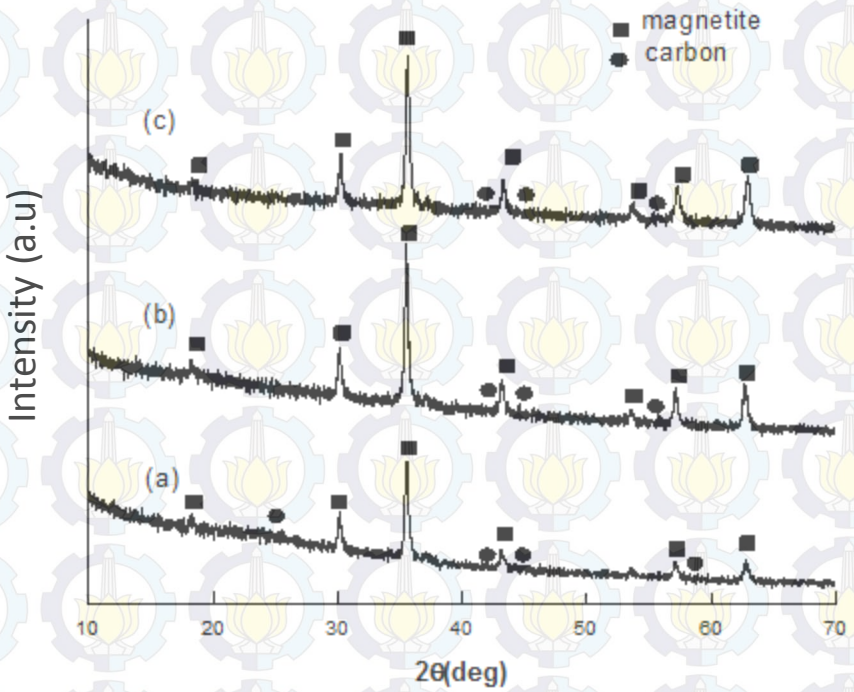
Hasil dan Pembahasan

Ukuran partikel Fe_3O_4 dan nanokomposit Fe_3O_4/C



Hasil dan Pembahasan

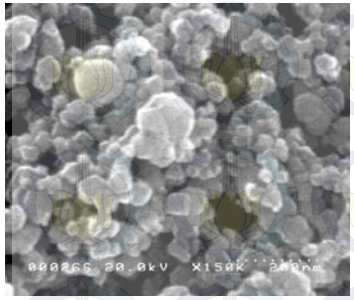
Pola Difraksi Nanokomposit Fe_3O_4/C



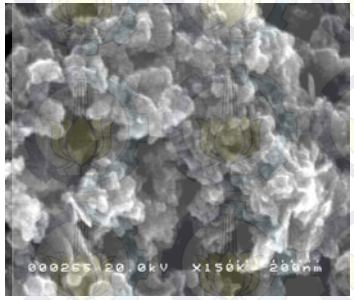
Gambar 4.2 pola XRD perbedaan metode pencampuran pada (a) CDC metode (2), (b) CDC metode (1), (c) PDC metode (2)

Hasil dan Pembahasan

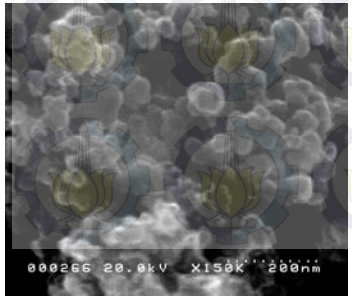
Foto *Scanning Electron Specroscopy* (SEM) Nanokomposit Fe_3O_4/C



Fe_3O_4 CDC

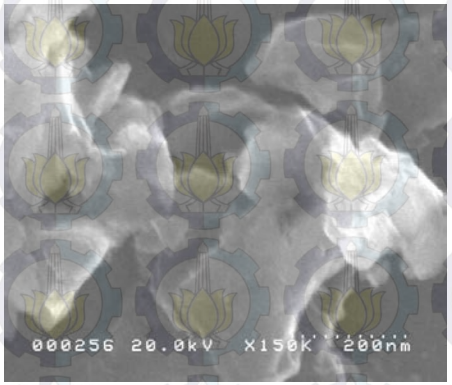


Fe_3O_4 PDC

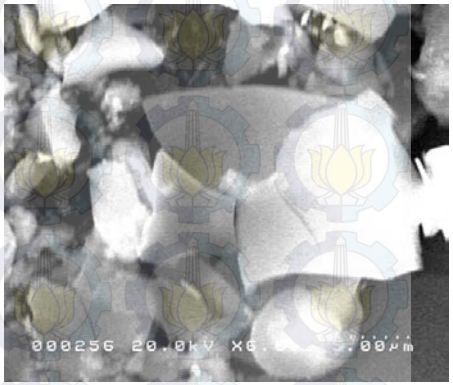


Carbon black

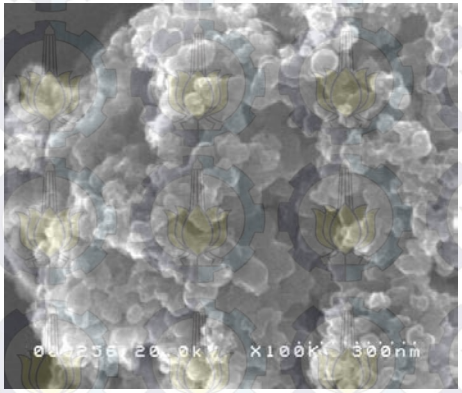
CDC

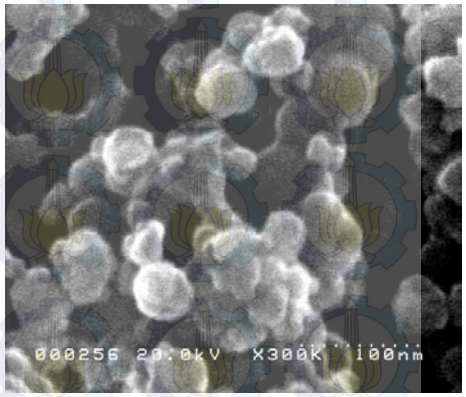


PDC



Nanokomposit Fe_3O_4/C Metode 1

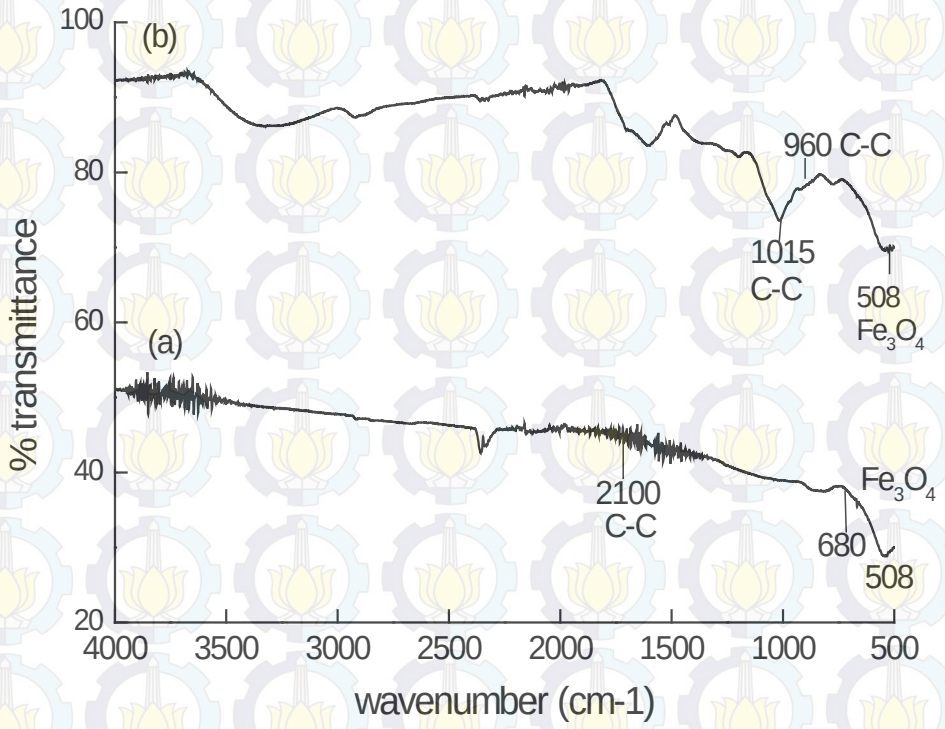




Nanokomposit Fe_3O_4/C Metode 2

Hasil dan Pembahasan

Spektrum *Fourier Transfer Infra Red* (FT-IR) Nanokomposit Fe_3O_4/C

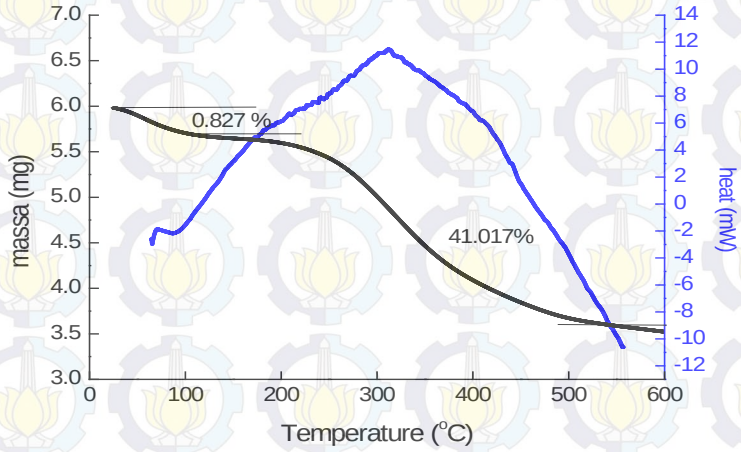


Gambar 4.4 Spektrum FT-IR nanokomposit Fe_3O_4/C (a) CDC metode 2 dan (b) CDC metode 1

Hasil dan Pembahasan

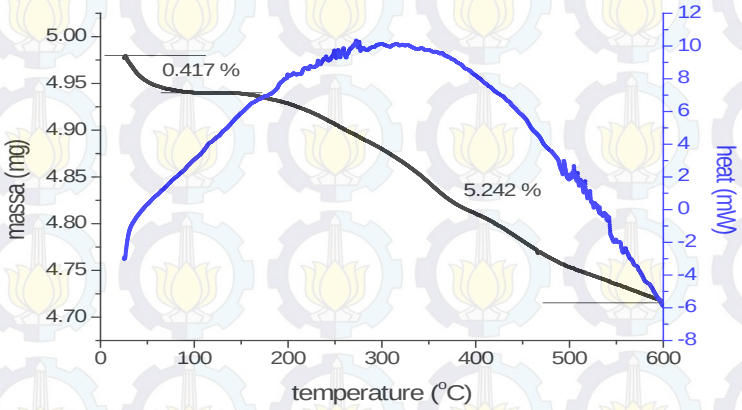
Degradasi massa Nanokomposit Fe_3O_4/C

a)



T = 110°C, air dan material yang mudah menguap terdekomposisi, Hasil dari TGA dibawah 110°C menunjukkan bahwa jumlah dari pelarut dari sampel dengan metode 1 dan metode 2 yaitu sebesar **0,827 wt%** dan **0,417 wt%.**

b)



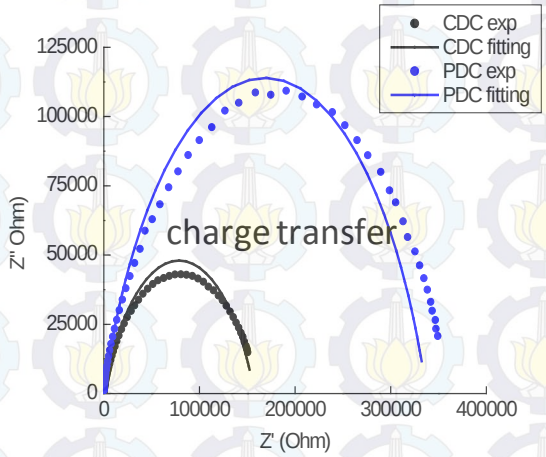
T = 110-600°C molekul organic yang lainnya terdekomposisi. sumber karbon terdegradasi dan meninggalkan residu karbon dalam yield sebesar **41,017 wt%** dan **5,242 wt%** untuk metode 1 dan metode 2.

Gambar 4.6 grafik DSC/TGA dari Fe_3O_4/C (a) CDC metode 2, (b) CDC metode 1

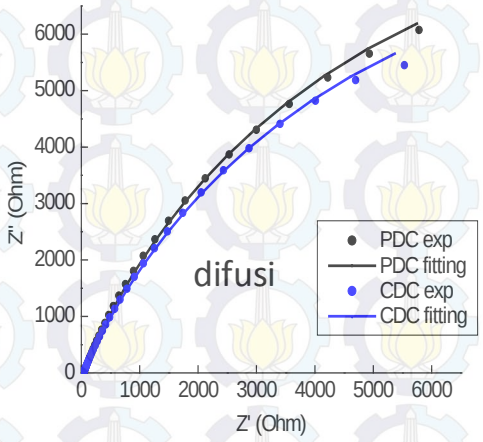
Hasil dan Pembahasan

Diagram Nyquist Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

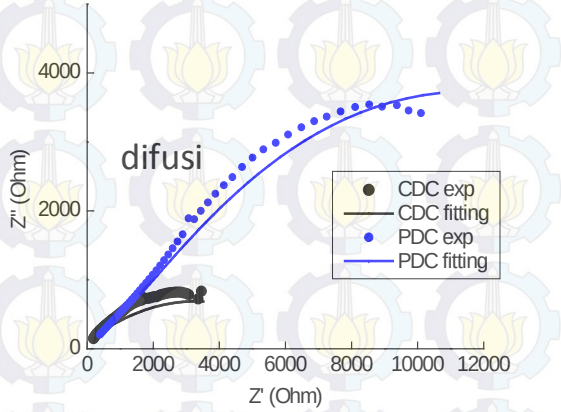
Na_2SO_4 1 M



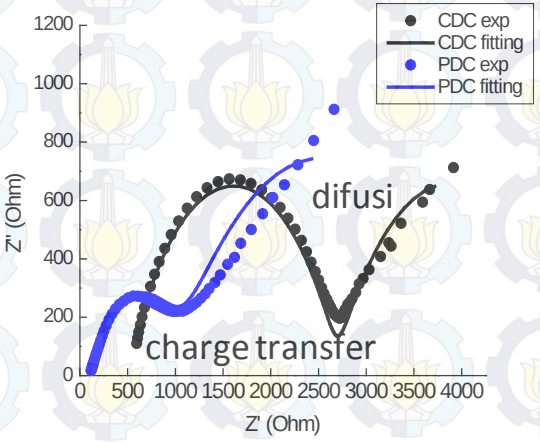
1:3 metode 1



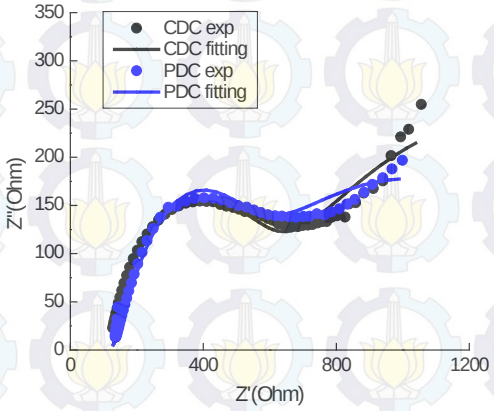
6:2:2 metode 2



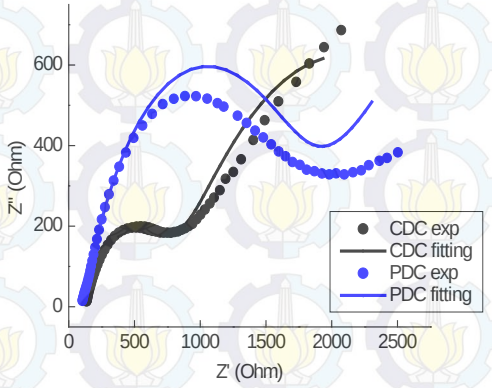
8:2 metode 2



$LiPF_6$ 1 M 6:2:2 metode 2



8:1:1 metode 2



8:2 metode 2

Hasil dan Pembahasan

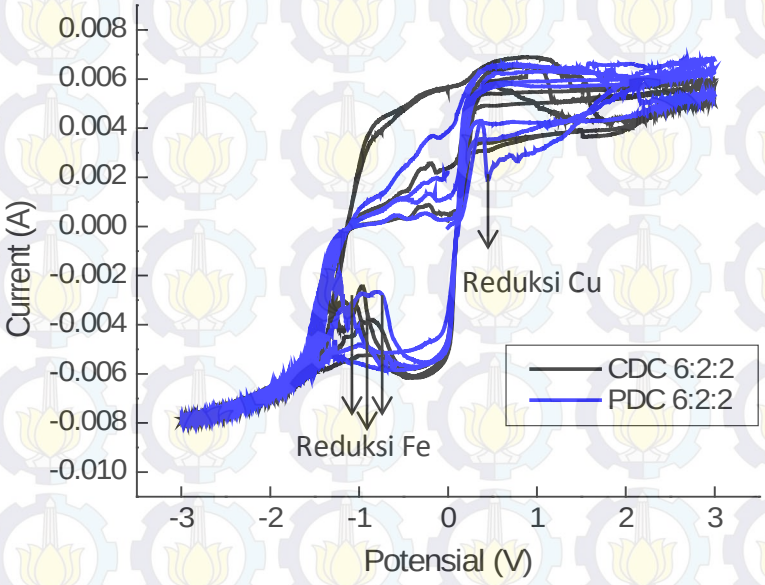
Tabel 4.1 Parameter sirkuit ekivalen hasil analisa EIS

		Na_2SO_4 1 M						$LiPF_6$ 1 M					
		Metode 1		Metode 2				Metode 2					
		1;3		6;2;2		8;2		6;2;2		8;1;1		8;2	
		CDC	PDC	CDC	PDC	CDC	PDC	CDC	PDC	CDC	PDC	CDC	PDC
Elemen	Parameter	Nilai											
Rs	R(Ω)	-263	-398	37.9	33.9	-263	-355	516	111	105	121	126	89.1
	Y_0 (Mho)	5.78E-07	1.62E-07	1.34E-04	1.44E-04	1.40E-04	8.90E-05	3.92E-06	5.36E-05	1.09E-64	2.93E-05	8.19E-05	3.00E-05
CPE	N	0.696	0.755	0.766	0.749	0.243	0.481	0.683	0.637	0.682	0.84	0.62	0.759
Rct	R(Ω)	158000	338000	21300	20300	7130	13500	21800	928	438	274	689	1470
Rdif	R(Ω)							2390	3010	1510	1260	2590	
	Y_0 (Mho)							3.05E-03	1.87E-03	3.43E-03	1.04E-03	2.31E-03	
CPE	N							0.639	0.582	0.386	0.348	0.568	

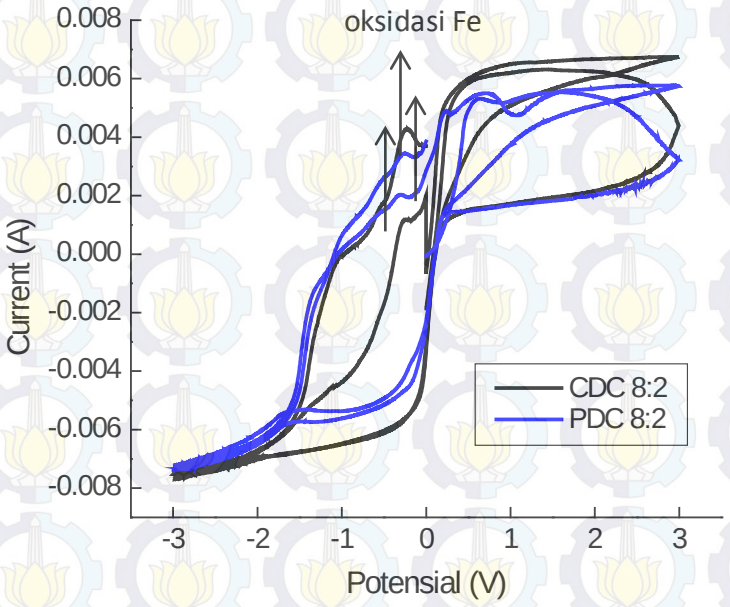
Hasil dan Pembahasan

Hasil Uji Cyclic Voltammetry (CV)

Larutan elektrolit Na_2SO_4 1 M



nanokomposit Fe_3O_4/C 6:2:2 menggunakan CDC dan PDC metode 2

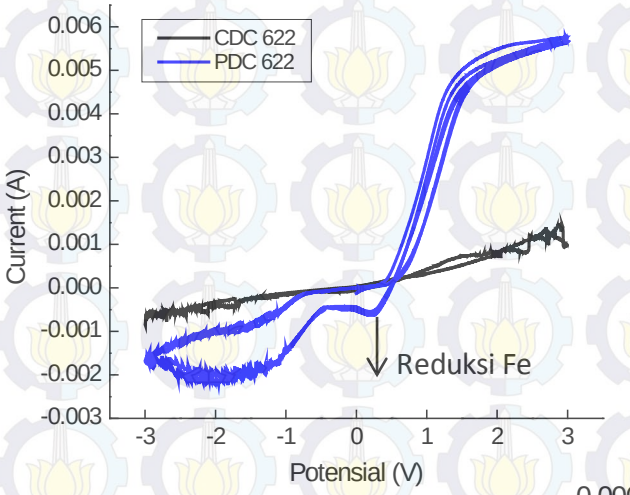


nanokomposit Fe_3O_4/C 8:2 menggunakan CDC dan PDC metode 2

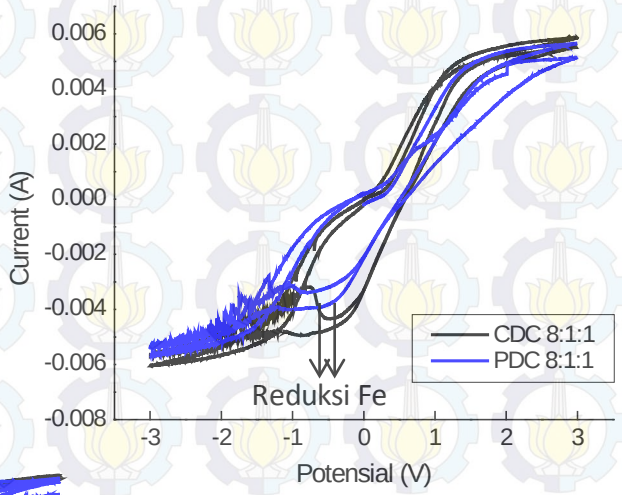
Hasil dan Pembahasan

Hasil Uji Cyclic Voltammetry (CV)

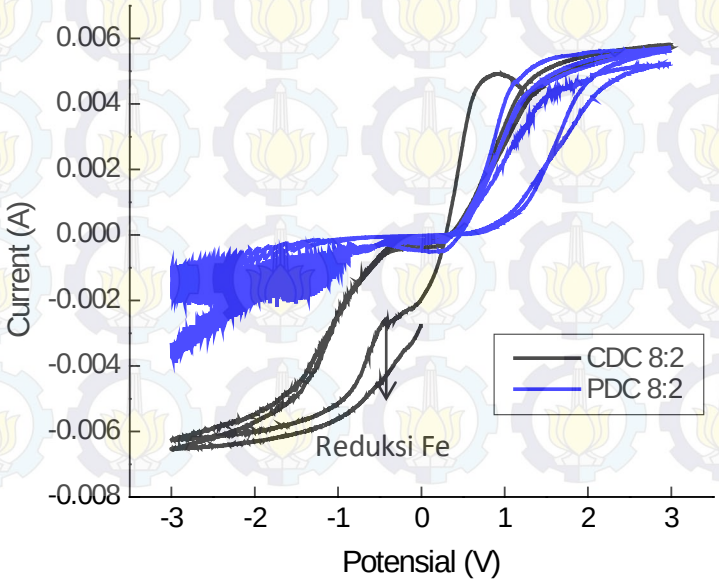
Larutan elektrolit $LiPF_6$ 1 M



6:2:2 metode 2



8:1:1 metode 2



8:2 metode 2

Hasil dan Pembahasan

Simulasi menggunakan software Comsol Multiphysic Inc.

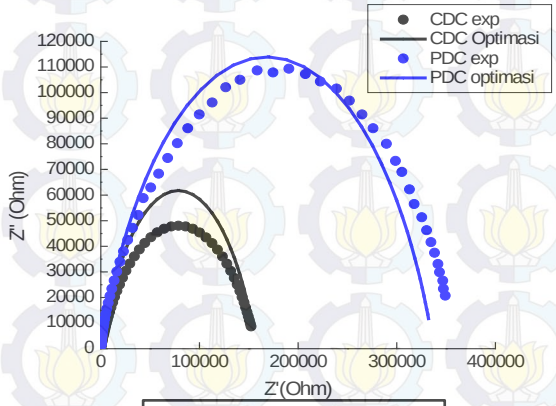
Data dari Uji EIS dan CV yang digunakan :

Konsentrasi elektrolit	: 1000 mol/m^3
Jarak elektrolit	: 10 mm
Amplitudo	: 10 mV
Fmax	: 100.000 Hz
V_1-V_2	:-3,0 – 3,0 V
Scan rate	: 0,001 V/s
K0(EIS)	: 10^{-4} m/s
K0(CV)	: 10^2

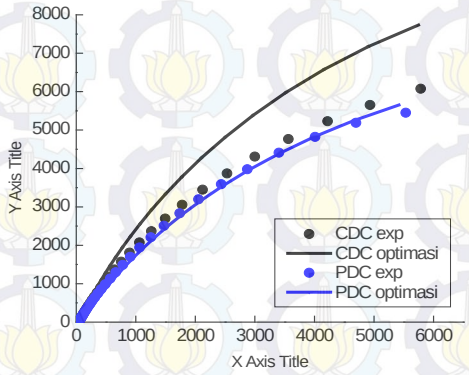
Hasil dan Pembahasan

Hasil Simulasi Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

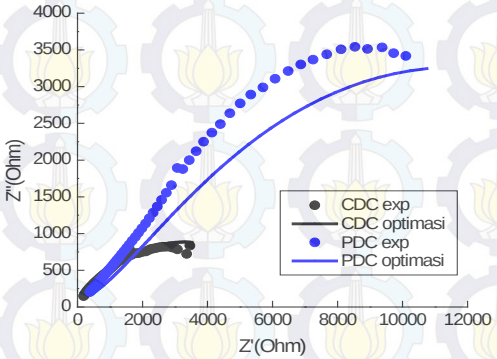
Larutan elektrolit Na_2SO_4 1 M



1:3 metode 1

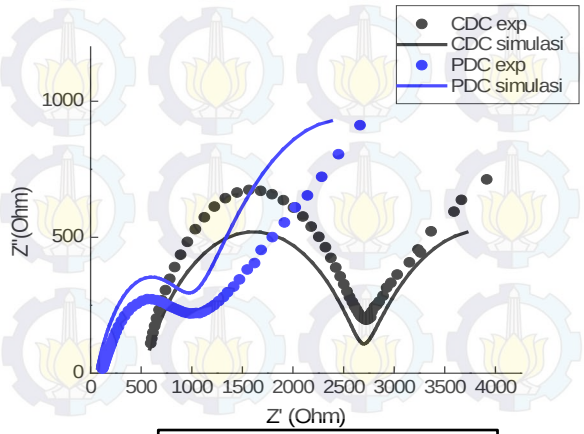


6:2:2 metode 2

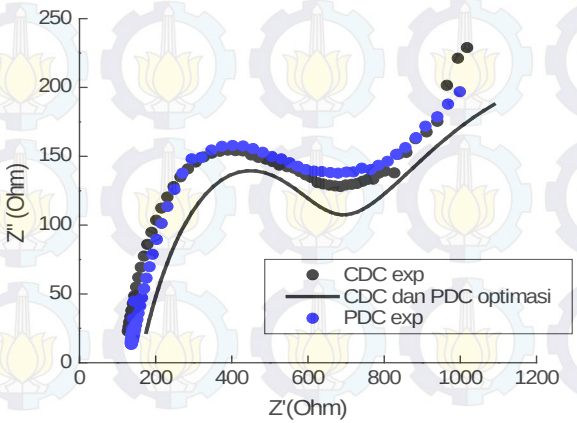


8:2 metode 2

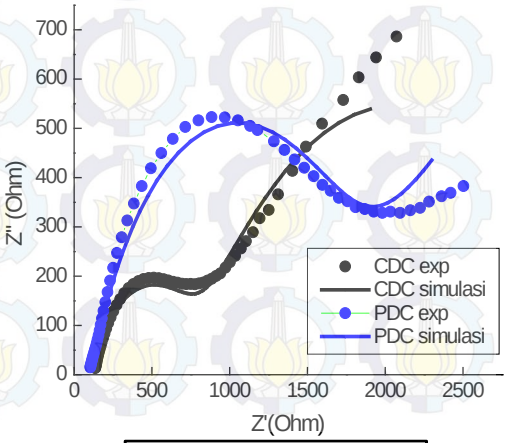
Larutan elektrolit $LiPF_6$ 1 M



6:2:2 metode 2



8:1:1 metode 2



8:2 metode 2

Hasil dan Pembahasan

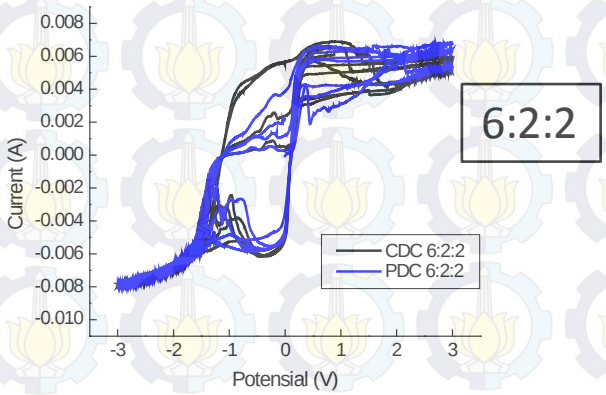
Table 4.2 Nilai Parameter yang didapat dari Simulasi EIS

Elektrolit	Metode	variabel	CDC		PDC	
			Cdl ($\mu F/cm^2$)	D(m^2/s)	Cdl ($\mu F/cm^2$)	D(m^2/s)
Na_2SO_4 1 M	Metode 1	1;3	2	6.00E-07	25	1.00E-06
	Metode 2	6;2;2	10	3.00E-10	10	3.00E-10
		8;2	10	2.00E-10	17	1.00E-11
$LiPF_6$ 1 M	Metode 2	6;2;2	170	4.00E-08	300	4.00E-09
		8;1;1	580	5.00E-09	580	5.00E-09
		8;2	220	5.00E-09	150	9.00E-08

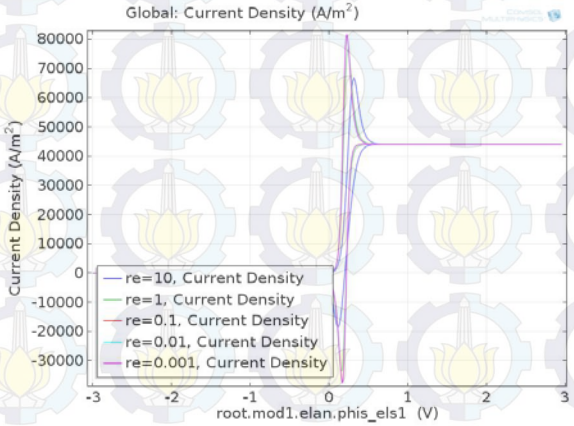
Hasil dan Pembahasan

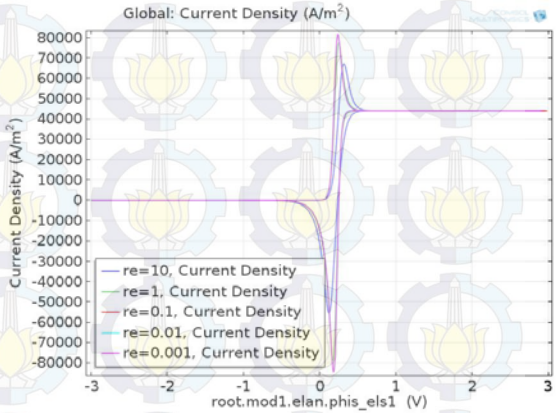
Hasil Simulasi Cyclic Voltammetry (CV)

Larutan elektrolit Na_2SO_4 1 M



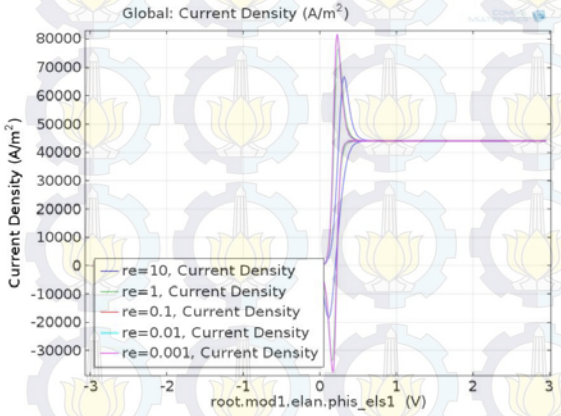
6:2:2



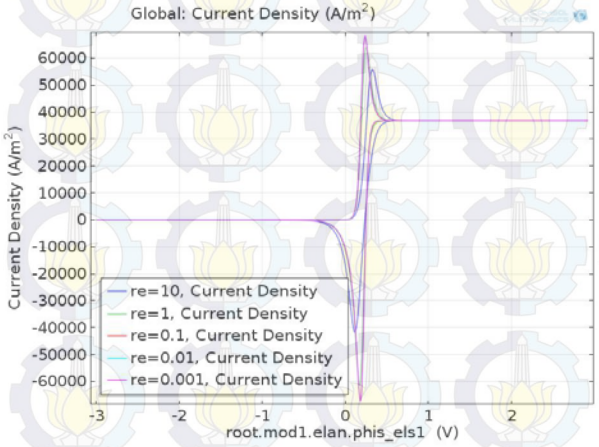


8:2

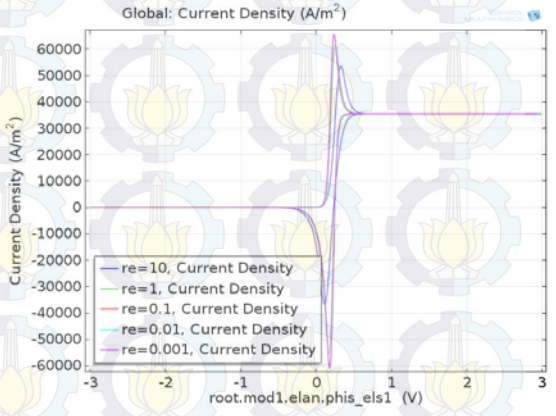
$LiPF_6$ 1 M



6:2:2



8:1:1



8:2

Hasil dan Pembahasan

Tabel 4.3 Nilai parameter yang didapat dari simulasi (CV)

	Na_2SO_4 1 M		$LiPF_6$ 1 M		
	Metode 2				
Parameter	6;2;2	8;2	6;2;2	8;1;1	8;2
DA	1.00E-05	1.00E-05	8.00E-06	7.00E-06	6.50E-06
DB	1.00E-08	4.00E-06	1.00E-05	3.00E-06	3.00E-06

Kesimpulan

1. Luas permukaan spesifik mempengaruhi besar kecilnya konduktifitas dan tahanan dari anoda Fe_3O_4/C. semakin besar luas permukaan spesifik maka semakin besar juga tahanan dan semakin kecil konduktifitas dari komposit tersebut.
2. Nanokomposit Fe_3O_4/C yang disiapkan secara PDC memiliki tahanan lebih besar dibandingkan secara CDC baik menggunakan metode 1 maupun metode 2.
3. Tahanan charge transfer dan tahanan difusi yang diperoleh saat menggunakan larutan elektrolit Na_2SO_4 1 M lebih besar dibandingkan dengan menggunakan larutan elektrolit $LiPF_6$ 1 M baik secara CDC maupun secara PDC
4. Hasil nilai simulasi EIS mencapai nilai optimum pada variabel Fe_3O_4/C 8:1:1 secara CDC maupun PDC menggunakan elektrolit $LiPF_6$ 1M

THANK YOU VERY MUCH FOR YOUR KIND ATTENTION....