



TESIS-SF185401

**STUDI STRUKTUR DAN SIFAT LISTRIK SERBUK  
LiFePO<sub>4</sub>-GILING DAN KOMPOSIT LiFePO<sub>4</sub>/C**

**NIHLATUNNUR**

**NRP 01111850010008**

Dosen Pembimbing

Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Program Magister  
Bidang Keahlian Material  
Departemen Fisika  
Fakultas Sains dan Analitika Data  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2020





**TESIS-SF185401**

**STUDI STRUKTUR DAN SIFAT LISTRIK SERBUK  
LiFePO<sub>4</sub>-GILING DAN KOMPOSIT LiFePO<sub>4</sub>/C**

**NIHLATUNNUR**

**NRP 01111850010008**

**Dosen Pembimbing**

**Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

**Program Magister**

**Bidang Keahlian Material**

**Departemen Fisika**

**Fakultas Sains dan Analitika Data**

**Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

**Surabaya**

**2020**

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**



**THESIS-SF185401**

**STRUCTURAL AND ELECTRICAL STUDIES OF  
MILLED-LiFePO<sub>4</sub> POWDERS AND LiFePO<sub>4</sub>/C  
COMPOSITES**

**NIHLATUNNUR**

**NRP 01111850010008**

**Advisor**

**Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

**Master Program  
Field of Advanced Materials  
Departement of Physics  
Faculty of Science and Data Analytics  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2020**

**”Halaman ini sengaja dikosongkan”**

**LEMBAR PENGESAHAN THESIS**

Thesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar  
**Magister Sains (M.Si)**

**Di**

**Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

**oleh:**

**NIHLATUNNUR**

**NRP. 01111850010008**

**Tanggal Ujian : 11 Agustus 2020**

**Periode Wisuda : September 2020**

**Disetujui Oleh:  
Pembimbing:**

1. **Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**  
**NIP: 196602241990021001**

**Penguji:**

1. **Dr. M. Zainuri, M.Si.**  
**NIP: 196401301990021001**

2. **Dr. Zaenal Arifin, M.Si.**  
**NIP: 196511051991021002**



**Kepala Departemen Fisika  
Fakultas Sains dan Analitika Data**



**Dr. Gatut Yudovono, M.T**

**NIP. 196406161989031004**

# STUDI STRUKTUR DAN SIFAT LISTRIK SERBUK $\text{LiFePO}_4$ -GILING DAN KOMPOSIT $\text{LiFePO}_4$ /C

Nama Mahasiswa : Nihlatunnur

NRP : 01111850010008

Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

## ABSTRAK

Penelitian ini menggunakan metode pelarutan kimia untuk membuat material katoda baterai, yakni  $\text{LiFePO}_4$  (LFP) dengan variasi waktu penggilingan dan variasi metode penambahan karbon. Bahan dasar yang digunakan sebagai sumber Fe merupakan bahan alam, yaitu batu besi Kalimantan Selatan, Indonesia. Material  $\text{LiFePO}_4$  dianalisis dengan XRD, XAS, SEM/EDX dan EIS. Analisis XRD dari semua sampel menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk adalah  $\text{LiFePO}_4$  olivine. Hasil ini didukung analisis XAS, yaitu XANES yang mengkonfirmasi bahwa valensi dari Fe pada semua sampel adalah 2+. Sampel LFP variasi waktu penggilingan mengalami penurunan ukuran kristal sebesar 42% dari LFP tanpa giling. Sedangkan pada sampel LFP/C variasi metode penambahan karbon terjadi penurunan parameter kisi, namun relatif kecil, dengan ukuran kristal dalam kisaran 100 nm. Hasil ini didukung analisis XAS yang mengkonfirmasi bahwa dengan pengaruh penggilingan dan penambahan karbon terjadi pemendekan jarak antara atom Fe dan O. Berdasarkan hasil pengamatan SEM, morfologi dari material LFP dengan penggilingan dan penambahan karbon lebih seragam dan kecil dibanding LFP tanpa giling dan karbon. Hasil uji EIS menunjukkan bahwa material LFP mengalami peningkatan nilai konduktivitas listrik setelah penambahan karbon (LFP/C). Nilai tertinggi dimiliki oleh material LFP/C dengan penambahan karbon menggunakan pelarut akuades, yaitu  $109,7 \times 10^{-6}$  S/cm.

**Kata Kunci:**  $\text{LiFePO}_4$ , karbon, penggilingan, struktur kristal, struktur lokal, sifat listrik.

## STRUCTURAL AND ELECTRICAL STUDIES OF MILLED-LiFePO<sub>4</sub> AND LiFePO<sub>4</sub>/C COMPOSITES

Name : Nihlatunnur  
Student Identity Number : 01111850010008  
Supervisor : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

### ABSTRACT

This study used a chemical dissolution method to synthesize battery cathode materials, namely LiFePO<sub>4</sub>, with variations in milling time and carbon addition method. The basic material used as a source of Fe was iron stone taken from South Kalimantan, Indonesia. The cathode materials were then analyzed by XRD, XAS, SEM/EDX and EIS instruments. XRD analysis showed that the phase formed in all samples was olivine LiFePO<sub>4</sub>. This result was supported by XAS analysis, namely XANES which confirmed that the valence of Fe in all samples was 2+. The crystallite size of the milled LFP sample decreased by 42% as compared to that of LFP without milling. Meanwhile, the LFP/C sample exhibited a small decrease in lattice parameters and a crystallite size of around 100 nm. The crystallite size and lattice parameter data were supported by the XAS analysis which confirmed that there is a shortening of the distance between Fe and O atoms in the samples. Based on SEM observations, the morphology of LFP material by milling and carbon addition is more uniform and smaller than LFP without milling and carbon. EIS test results showed that the electrical conductivity after carbon addition (LFP/C with the addition of carbon using distilled water) can achieve  $109.7 \times 10^{-6}$  S/cm.

**Keywords:** LiFePO<sub>4</sub>, Carbon, Milling, Crystal Structure, Local Structure, Electrical Properties

## KATA PENGANTAR

Puji syukur Penulis panjatkan kepada Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat-Nya , petunjuk-Nya atas nikmat iman, islam, dan ikhsan sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Tesis dengan judul :

### **“Studi Struktur dan Sifat Listrik Serbuk $\text{LiFePO}_4$ -Giling dan Komposit $\text{LiFePO}_4 / \text{C}$ ”**

Penulis menyadari bahwa terselesainya laporan tesis ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan berbagai pihak. Sehubungan dengan hal tersebut, maka penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada :

1. Kedua orang tua Penulis, Irsadi dan Pujistun, Toekiran dan Sri Mulyani, dan suami Septyama Bondan Dwi Sondang, anak Sarah Ghumaisa serta kakak-kakak yang telah memberikan dukungan dan doa sehingga Penulis dapat menyelesaikan laporan tesis ini.
2. Bapak Prof. Suminar Pratapa, Ph.D. selaku dosen pembimbing yang telah sabar dalam membimbing dan memberikan wawasan kepada Penulis sehingga Penulis dapat menyelesaikan laporan tesis ini.
3. Bapak Dr. Ir. Bambang Prihandoko, M.T selaku pembimbing yang telah banyak membantu dan membimbing selama penelitian di LIPI, Serpong.
4. Bapak Dr. Gatut Yudoyono, MT. selaku Kepala Departemen dan segenap staf Departemen Fisika Fakultas Sains ITS yang telah memberikan kemudahan sarana selama kuliah sampai terselesainya laporan tesis ini.
5. Chaironi Latif sebagai pembimbing dari tim LFP yang telah banyak membantu Penulis dari awal penelitian hingga penulis menyelesaikan laporan tesis, serta anggota tim LFP Amalia Firdausi yang telah mengerjakan penelitian bersama dan banyak membantu Penulis dari awal penelitian hingga penulis dapat menyelesaikan laporan tesis ini.
6. Dek Ajeng, mas Dzul, mas Sohib selaku operator yang telah banyak membantu penulis dalam pengambilan data di LIPI, Serpong.

7. Seluruh tim penelitian bimbingan Bapak Prof. Suminar Pratapa, Ph.D., Dek Firda, mbak Aini, Mas Allif, mbak Reni, mbak Sulis, mbak Dewi, mas Wahyu, mbak Lila, mbak Ofa, Pak Husain dan lain-lain yang telah banyak membantu dalam hal pengolahan data maupun saran kepada Penulis.

8. Mbak Umi Nuraini dan Mbak Anisa yang telah banyak membantu dalam pengerjaan laporan tesis ini.

9. Sahabat penulis (Nani, Lisa, Mafaza, Shouma, Dila, Ila, Eries, Ira, Ulfa, Afidah, Haikal, Rozaq, Tito, Annas, Bekt ponco, Syaifuddin, Zidni, Teman seperjuangan JMMI Integrasi, teman seperjuangan beasiswa Mutiara, tim Pembina asrama SMA IT al-Uswah, Teman seperjuangan HIMMPAS ITS, Teman segrup Bunda Pelangi yang telah memberikan semangat dan dukungan kepada penulis.

10. Dan semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian laporan tesis ini. Penulis menyadari akan adanya kekurangan dalam penulisan laporan ini karena keterbatasan wawasan dan pengetahuan. Untuk itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak agar lebih baik di masa yang akan datang. Semoga laporan penelitian ini dapat berguna dan dimanfaatkan dengan baik sebagai referensi bagi yang membutuhkan serta menjadi sarana pengembangan kemampuan ilmiah bagi semua pihak. Aamiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, Juli 2020

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN THESIS</b> .....	<b>v</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Penelitian .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Manfaat Hasil Penelitian.....	3
<b>BAB II KAJIAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
2.1 Baterai ion Lithium .....	5
2.2 <i>Lithium Ferro Phosphate</i> (LFP) .....	6
2.3 Metode Pelarutan Kimia ( <i>Dissolved method</i> ) .....	7
2.4 Pengaruh Penggilingan pada Material .....	7
2.5 Material $\text{LiFePO}_4/\text{C}$ .....	9
2.6 XAS ( <i>X-ray Absorption Spectroscopy</i> ) .....	11
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>15</b>
3.1 Prosedur Penelitian .....	15
3.1.1 Sintesis $\text{LiFePO}_4$ dengan variasi waktu penggilingan .....	15
3.1.2 Sintesis $\text{LiFePO}_4/\text{C}$ dengan variasi metode penambahan karbon .....	16
3.2 Karakterisasi Material.....	17
3.2.1 Uji XRD .....	17
3.2.2 Uji <i>X-ray Absorption Spectroscopy</i> (XAS).....	17
3.2.3 Uji SEM-EDX.....	18
3.2.4 Uji EIS.....	19

3.3 Diagram Alir Penelitian .....	21
3.3.1 Sintesis $\text{LiFePO}_4$ dengan variasi waktu penggilingan .....	21
3.3.2 Sintesis $\text{LiFePO}_4/\text{C}$ dengan variasi metode penambahan karbon.....	22
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>23</b>
4.1 Struktur Kristal .....	23
4.1.1 $\text{LiFePO}_4$ variasi waktu penggilingan .....	23
4.1.2 $\text{LiFePO}_4$ variasi metode penambahan karbon .....	30
4.2 Analisis Mikrostruktur .....	32
4.3 Analisis Struktur Lokal .....	36
4.3.1 Analisis XANES .....	36
4.3.2 Analisis EXAFS .....	38
4.4 Analisis Sifat Listrik.....	43
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>47</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>49</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>57</b>
<b>BIODATA .....</b>	<b>65</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Kristal $\text{LiFePO}_4$ .....	6
Gambar 2.2 Metode pelarutan kimia .....	7
Gambar 2.3 <i>Skema proses penggilingan</i> .....	8
Gambar 2.4 Koefisien absorpsi terukur $\mu(E)$ yang ditampilkan beserta fungsi <i>smoothed Background</i> $\mu_0(E)$ dan $\Delta\mu_0(E)$ pada LFP 0 (Newville,2014) .....	12
Gambar 2.5 Ilustrasi Sederhana Hamburan EXAFS pada LFP 0 (penner-Han, 2003).....	13
Gambar 3.1 <i>Contoh</i> Contoh grafik hasil pengukuran EIS.....	20
Gambar 3.2 Diagram Alir Sintesis $\text{LiFePO}_4$ dengan variasi penggilingan.....	21
Gambar 3.3 Diagram Alir Sintesis $\text{LiFePO}_4/\text{C}$ dengan metode pelapisan.....	22
Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-x (radiasi $\text{Cu-K}\alpha$ ) sampel-sampel LFP variasi waktu penggilingan (0, 5, dan 15 jam).....	24
Gambar 4.2 Contoh plot penghalusan dengan perangkat lunak <i>Rietica</i> sampel LFP 0 untuk waktu penggilingan 0 jam .....	25
Gambar 4.3 Contoh Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak <i>MAUD</i> Sampel LFP 0.....	27
Gambar 4.4 Ilustrasi ukuran kristal pada material.....	29
Gambar 4.5 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi $\text{Cu-K}\alpha$ ) sampel variasi metode penambahan karbon (LFP 0 ,K dan M).....	30
Gambar 4.6 Citra-citra SEM sampel (a) $\text{LiFePO}_4$ sebelum penggilingan, (b) waktu penggilingan 5 jam (c) waktu penggilingan 15 jam (d) penambahan karbon dengan pelarut akuades (LFP K) dan (e) pelarut alkohol (LFP M) .....	35
Gambar 4.7 Spektrum XANES pada $\text{LiFePO}_4$ dan Sampel Standar.....	37
Gambar 4.8 Daerah <i>Pre-Edge</i> pada LFP dan Sampel Standar.....	38
Gambar 4.9 Simulasi struktur Kristal $\text{LiFePO}_4$ menggunakan perangkat lunak Diamond.....	39
Gambar 4.10 normalisasi EXAFS sampel variasi waktu penggilingan dan penambahan karbon .....	40

Gambar 4.11 Posisi atom Fe-O dan Fe-P berdasarkan database EXAFS pada ruang R ( <i>R-space</i> ) menggunakan perangkat lunak Artemis pada sampel $\text{LiFePO}_4$ .....	40
Gambar 4.12 Contoh hasil <i>fitting</i> EXAFS Fe-Kedge dari sampel LFPM 15 jam.....	42
Gambar 4.13 Kurva Cole-cole dari pengujian EIS dari sampel LFP 0, K, M, dan variasi penggilingan.....	45

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Parameter kecocokan menggunakan <i>software Rietica</i> sampel variasi waktu penggilingan 0, 5 dan 15 jam.....	26
Tabel 4.2 Luaran analisis Rietveld menggunakan <i>software Rietica</i> sampel variasi waktu penggilingan 0, 5 dan 15 jam.....	26
Tabel 4.3 Hasil analisis menggunakan <i>software MAUD</i> sampel variasi waktu penggilingan 0, 5 dan 15 jam.....	27
Tabel 4.4 Luas intensitas dari puncak tertinggi pada material $\text{LiFePO}_4$ variasi metode penambahan karbon.....	31
Tabel 4.5 Parameter kecocokan menggunakan <i>software Rietica</i> sampel variasi waktu penggilingan 0, 5 dan 15 jam.....	31
Tabel 4.6 Luaran analisis Rietveld menggunakan <i>software Rietica</i> sampel $\text{LiFePO}_4$ variasi metode penambahan karbon dengan pelarut akuades (LFP M) dan ethanol (LFP K).....	32
Tabel 4.7 Luaran analisis data XRD variasi penambahan karbon menggunakan <i>Software MAUD</i> .....	32
Tabel 4.8 Hasil uji EDX sampel $\text{LiFePO}_4$ variasi penggilingan dan metode penambahan karbon.....	34
Tabel 4.9 Nilai $E_{0 \text{ pre-edge}}$ dan $E_0$ dari material $\text{LiFePO}_4$ dan sumber Fe.....	38
Tabel 4.10 Parameter struktur untuk sampel $\text{LiFePO}_4$ variasi waktupenggilingan dan pelapisan karbon melalui pencocokan pola EXAFS Fe K-edge berdasarkan jarak terdekat.....	43
Tabel 4.11 Nilai konduktivitas listrik sampel $\text{LiFePO}_4$ variasi metode penambahan karbon.....	44

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Baterai merupakan salah satu komponen penting dalam penggunaan teknologi canggih seperti *handphone*, laptop, kamera, dan alat elektronik lainnya. Baterai ion lithium merupakan solusi untuk memenuhi kebutuhan listrik portabel di masa mendatang yang semakin meningkat, karena baterai ion lithium memiliki kapasitas besar, energi listrik besar, ringan, murah dan aman (Borong, Yonghuan, dan Li 2011). Komponen baterai ion lithium meliputi katoda, anoda, dan larutan elektrolit. Sebagian komponen-komponen dapat dibuat di dalam negeri dengan kemampuan teknologi yang telah dikuasai di Indonesia.

Komponen katoda dalam baterai ion lithium diperlukan sebagai penerima elektron selama proses *discharge* (Brodd, 2013). Beberapa material katoda baterai ion lithium yang telah dikenal adalah *lithium mangan oxide* ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) (Chew dkk. 2009), *lithium cobalt oxide* ( $\text{LiCoO}_2$ ) (Ritchie 2001) dan *lithium ferro phosphate* ( $\text{LiFePO}_4$ ) (Hamid dkk. 2012). Dari ketiga material katoda tersebut yang paling gencar dikembangkan saat ini adalah  $\text{LiFePO}_4$ , karena memiliki rapat daya yang lebih baik dibandingkan dengan baterai yang menggunakan logam lain (Oswal dkk. 2010). Selain itu,  $\text{LiFePO}_4$  (LFP) dikembangkan karena ramah lingkungan, *sustainable* (berkelanjutan), tidak beracun, ketersediaan bahan dasar melimpah, dan biaya produksi rendah (Song dkk., 2007).

Namun,  $\text{LiFePO}_4$  mempunyai keterbatasan seperti konduktivitas rendah ( $\sim 10^{-9}$  S/cm), impedansi tinggi dan laju kapabilitas pemuatan yang rendah (Chung, Bloking, dan Chiang 2002). Untuk mengatasi keterbatasan tersebut diperlukan modifikasi pada karakteristik dasar katoda. Reduksi ukuran kristal LFP merupakan salah satu kemungkinan, karena ukuran yang lebih kecil diharapkan dapat lebih memudahkan transport ion lithium. Selain itu, cara untuk meningkatkan konduktivitas listrik material ini adalah dengan menambahkan *conductive agent*, misalnya melalui pelapisan dengan karbon yang bersumber dari glukosa (Hamid dkk. 2012), polimer (Yang dkk. 2011) dan asam sitrat (Huang dkk. 2009). Penambahan karbon akan menghasilkan komposit LFP/C.

Metode penelitian dalam sintesis LFP telah banyak dilakukan. Untuk yang menggunakan bahan komersial, metode-metode yang telah dilakukan antara lain *solid state reaction* (Rong dkk. 2014), hidrotermal (Bolloju dkk. 2016), kopresipitasi (Jugović dkk. 2013), solvotermal (Zheng dkk. 2015), *carbothermal reduction* (H. Liu dkk. 2008), *spray pyrolysis* (Ju dan Kang 2008) dan sol-gel (Y. Liu dkk. 2015). Dari aspek bahan dasar, sebagian besar material yang digunakan adalah material-material komersial (Satyavani, Srinivas Kumar, dan Subba Rao 2016). Masih sangat sedikit studi yang memanfaatkan mineral alam seperti pasir atau batu besi sebagai sumber Fe. Penelitian dengan menggunakan pasir besi sebagai sumber Fe dengan metode *solid state reaction* (Mauliana dan Zainuri 2015) dan *sol gel* (Angela dkk., 2017) telah dilakukan. Namun, hasil sintesis belum menghasilkan LFP murni dan ukurannya masih di atas 100 nm. Kemurnian fasa LFP atau LFP/C didapatkan pada suhu kalsinasi 600 atau 700°C (Gao dkk., 2007). Dengan temperatur pengeringan yang tepat, Latif dapat menghasilkan LFP dengan fasa murni tetapi dengan ukuran sub-mikron (masih di atas 100 nm) (Latif dkk. 2018). Penggilingan dipercaya dapat mereduksi ukuran (Zhao dkk. 2016). Pada tahun 2018, Mardiana menggunakan metode pelarutan dengan variasi waktu penggilingan didapatkan bahwa LFP berbahan dasar alam ini mengalami reduksi ukuran dan sampel-sampel sesudah penggilingan memiliki fasa tunggal. Ukuran kristal LFP dengan variasi waktu penggilingan 0, 5, 10, dan 15 jam adalah 196 nm, 183 nm, 79 nm dan 65 nm (Mardiana, 2018). Namun, LFP dan LFP/C berbahan dasar alam dengan variasi ukuran LFP ini belum dikaji terkait sifat listrik dan struktur lokal sehingga penelitian ini diusulkan untuk maksud tersebut.

Pengembangan katoda material  $\text{LiFePO}_4$  berbasis bahan alam dalam meningkatkan performa baterai lithium sangat diperlukan khususnya dalam sifat listriknya. Pada penelitian ini pembuatan LFP dan pembuatan  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  akan dilakukan dengan menggunakan bahan dasar batu besi Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Batu besi ini dipilih karena memiliki kandungan besi yang cukup tinggi, yaitu 89,84% (Islam 2016). Sintesis LFP murni akan dilakukan dengan menggunakan metode pelarutan kimia (*dissolved method*) (Suminar Pratapa dkk. 2014) dan variasi waktu penggilingan untuk mereduksi ukuran. Sementara itu, pembuatan  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  akan dilakukan dengan metode pelapisan menggunakan

asam sitrat variasi pelarut. Relasi antara struktur dengan sifat listrik material katoda tersebut akan dikaji dalam penelitian ini.

## **1.2 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis  $\text{LiFePO}_4$  dengan variasi waktu penggilingan dan pelapisan karbon dengan menggunakan batu besi alam sebagai sumber dan mengungkap karakteristik struktur kristal, struktur lokal, mikrostruktur dan kaitannya dengan sifat-sifat listriknya sebagai material katoda baterai.

## **1.3 Batasan masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Sumber Fe yang digunakan pada penelitian ini adalah batu besi dari Pelaihari, Kalimantan Selatan, Indonesia.
2. Bahan dasar komersial yang digunakan adalah  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  sebagai sumber Li,  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$  sebagai sumber C dan  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  sebagai sumber  $\text{PO}_4$ .
3. Variasi waktu penggilingan yang digunakan adalah 0, 5, dan 15 jam.
4. Variasi pelapisan karbon yang digunakan yaitu dengan pelarut akuades dan ethanol
5. Karakterisasi  $\text{LiFePO}_4$  variasi penggilingan dilakukan dengan XRD, SEM-EDX, dan XAS.
6. Karakterisasi  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  variasi metode penambahan karbon dilakukan dengan XRD, SEM-EDX, XAS dan EIS.

## **1.4 Manfaat Hasil Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi mengenai pengaruh karbon  $\text{LiFePO}_4$  terhadap struktur kristal, mikrostruktur, dan sifat listrik.
2. Memberikan informasi mengenai pengaruh waktu penggilingan serbuk  $\text{LiFePO}_4$  dan pelapisan karbon terhadap struktur kristal dan mikrostruktur.

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## **BAB II**

### **KAJIAN PUSTAKA**

#### **2.1 Baterai Ion Litium**

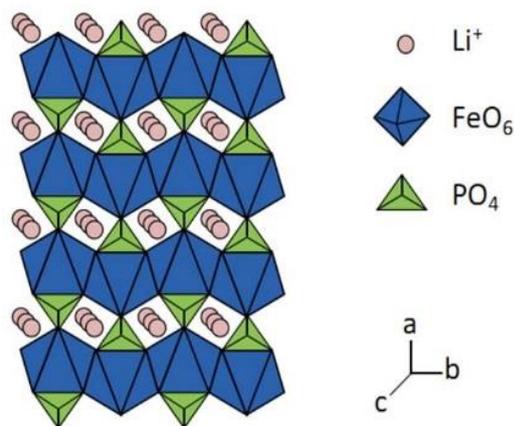
Baterai dibagi menjadi dua kelompok utama yaitu baterai primer (*primary battery*) dan baterai sekunder (*secondary battery*). Baterai primer adalah baterai yang dapat digunakan sekali saja sampai energi yang ada di dalamnya habis digunakan. Sedangkan baterai sekunder merupakan penyimpan energi listrik yang dapat diisi ulang setelah digunakan. Baterai ion litium termasuk baterai sekunder. Pada baterai ion litium, ion litium bergerak dari elektroda negatif ke elektroda positif saat dilepaskan, dan kembali saat diisi ulang. Baterai Li-ion memiliki bahan paling ringan dan memiliki potensial elektrokimia yang paling tinggi dibandingkan dengan logam lainnya (Zhu, 2013).

Penelitian tentang baterai litium dimulai pada tahun 1980s dan baterai komersial pertama pada tahun 1991 dikeluarkan oleh Sony yang digunakan pada ponsel. Semenjak itu, Baterai ion lithium merupakan solusi untuk memenuhi kebutuhan listrik portabel di masa mendatang yang semakin meningkat karena baterai ion lithium memiliki kapasitas besar, energi listrik besar, ringan, murah dan aman (Borong, Yonghuan, dan Li. 2011). Semua kriteria tersebut menjadikan baterai litium sebagai baterai yang paling menjanjikan dibandingkan baterai lainnya.

Komponen dasar suatu sel baterai tunggal terdiri dari 3 bagian yaitu anoda, elektrolit, dan katoda. Anoda adalah elektroda negatif yang berkaitan dengan reaksi oksidasi setengah sel yang melepaskan elektron ke dalam sirkuit eksternal. Sedangkan katoda adalah elektroda positif dimana terjadi reaksi setengah sel lainnya, yaitu reaksi reduksi yang menerima elektron dari sirkuit luar sehingga reaksi kimia reduksi terjadi pada elektroda ini. Komponen elektrolit berfungsi sebagai material yang mampu menjadi penghubung reaksi. Karakteristik yang perlu dimiliki elektrolit adalah konduktivitas ionik tinggi dan sekaligus konduktivitas elektronik yang rendah sehingga mampu menghantarkan ion selama proses reaksi redoks yang terjadi antara elektroda positif dan elektroda negatif tanpa terjadi kebocoran arus elektron (Linden dan Reddy 2001).

## 2.2 Lithium ferro Phosphate (LFP)

$\text{LiFePO}_4$  atau *lithium iron phosphate* disebut juga *olivine* adalah salah satu bahan yang banyak digunakan dalam aplikasi baterai Li. Lithium memiliki elektron valensi +1, besi +2 dan fosfat -3. Atom besi berada di tengah dikelilingi dengan enam atom oksigen membentuk bentuk oktahedron  $\text{FeO}_6$ . Atom fosfor dari fosfat dengan empat atom oksigen membentuk tetrahedron dengan fosfor di tengah. Kerangka zigzag dibentuk oleh oktahedral  $\text{FeO}_6$  yang memakai bersama atom O di sisi pojok dengan tetrahedral  $\text{PO}_4$ . Ion lithium terletak dalam struktur zigzag oktahedral. Oktahedral  $\text{FeO}_6$  dihubungkan melalui pemakaian bersama *edge* dari sisi bc. Grup  $\text{LiO}_6$  membentuk rantai linier oktahedral paralel axis b. Oktahedral  $\text{FeO}_6$  berbagi *edge* dengan dua oktahedral  $\text{LiO}_6$  dan satu tetrahedron  $\text{PO}_4$ . Struktur LFP ini termasuk dalam *space group*  $\text{Pmnb}$  dari sistem kristal *Orthorhombic*.



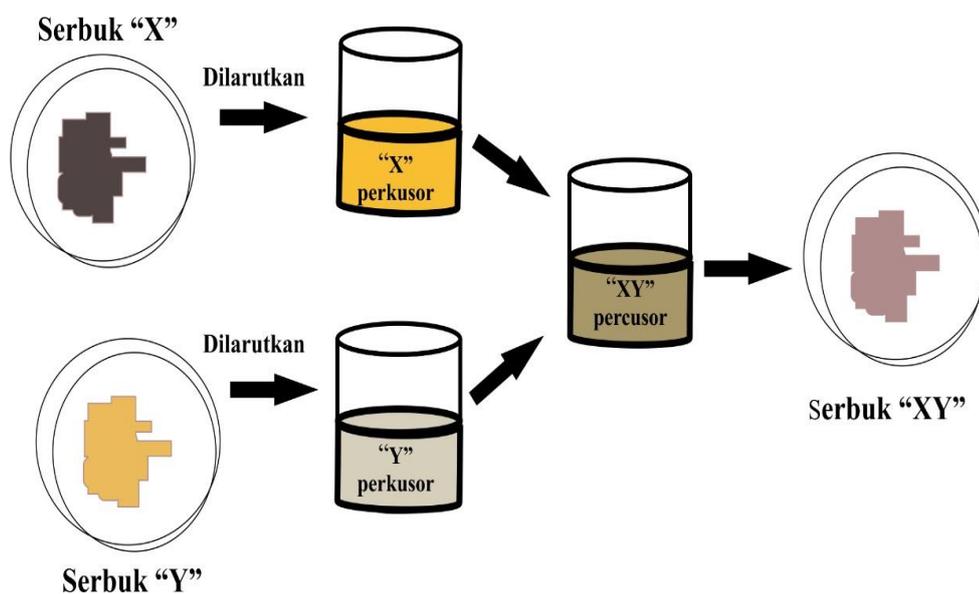
**Gambar 2.1** Struktur Kristal  $\text{LiFePO}_4$  (Zhang, 2012)

Jika diaplikasikan sebagai material katoda baterai Litium,  $\text{LiFePO}_4$  secara teoritis memiliki kapasitas muatan 170 mAh/g dan *voltage open-circuit* sebesar 3,45 V. Struktur kristal *olivine* memiliki parameter kisi  $a = 6,008 \text{ \AA}$ ,  $b = 10,334 \text{ \AA}$ , dan  $c = 4,693 \text{ \AA}$  (Padhi, Nanjundaswamy, dan Goodenough, 1997) serta memiliki volume kristal hampir sama dengan  $\text{FePO}_4$ , sehingga perubahan volume yang terjadi tidak terlalu signifikan yaitu sebesar  $291 \text{ \AA}^3 - 272 \text{ \AA}^3$  (Hamid dkk., 2012). Dari struktur itu ada terowongan satu dimensi yang dibentuk oleh *edge shared* Li oktahedral.  $\text{Li}^+$  bermigrasi melalui terowongan ini. Hambatan utama untuk

mencapai kapasitas teoritis adalah konduktivitas elektronik intrinsik dan kecepatan difusi ion  $\text{Li}^+$  yang rendah. Oleh sebab itu dibutuhkan penelitian lebih lanjut untuk meningkatkan konduktivitas elektronik dan kecepatan difusi ion  $\text{Li}^+$ .

### 2.3 Metode Pelarutan Kimia (*Dissolved Method*)

Metode pelarutan kimia adalah metode pencampuran menjadi larutan yang sederhana dan telah digunakan secara efektif untuk menghasilkan senyawa dengan kemurnian tinggi. Metode ini melibatkan suatu serbuk yang kemudian dilarutkan dan dicampurkan dengan serbuk yang berbeda yang telah dilarutkan pula. Kemudian Larutan campuran tersebut di keringkan dan di kalsinasi. Kemurnian fasa dan kristalinitas dari hasil menggunakan metode ini ditentukan dengan memanfaatkan data difraksi sinar-X di laboratorium, dimana analisis berbasis Rietveld yang dilakukan. Hasil menunjukkan bahwa metode ini hanya menghasilkan satu jenis bubuk (Suminar Pratapa dkk., 2014). Untuk proses lebih jelasnya diilustrasikan pada Gambar 2.2 di bawah ini.

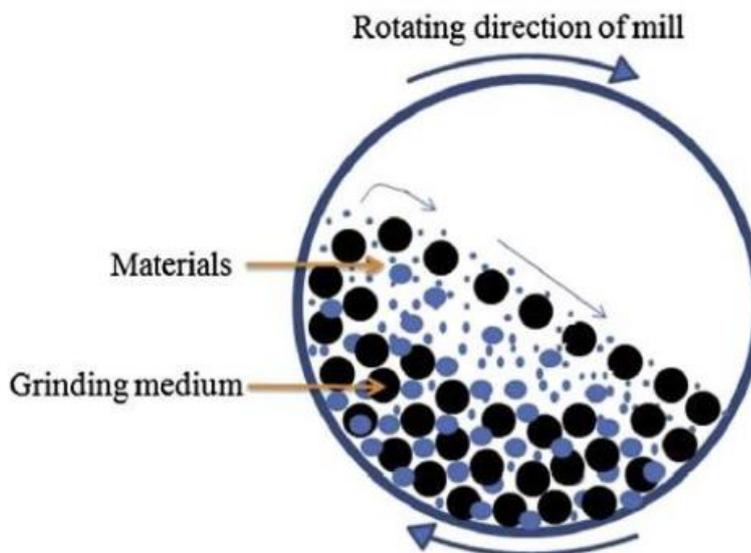


Gambar 2.2 Ilustrasi Metode pelarutan kimia (Pratapa, 2014)

### 2.4 Pengaruh Penggilingan pada material

Nanomaterial merupakan material yang mempunyai ukuran dengan skala nanometer, yaitu berkisar antara 1-100 nm (Batdemberel dkk., 2013). Salah satu perangkat yang dapat digunakan untuk mendapatkan material berukuran nano yakni Ball-mill. Ball-mill memiliki prinsip kerja yaitu material yang akan

dibuat dalam ukuran nano dimasukkan dalam tabung bersama bola-bola milling. Ball-mill digerakkan secara rotasi dengan frekuensi dan waktu yang disesuaikan bola milling dan dinding tabung akan saling bertumbukan menyebabkan mereduksinya ukuran material (Chen dkk. 2005), dapat menyeragamkan ukuran partikel (homogen) (Biyik dan Aydin 2015) tetapi dapat meningkatkan nilai dari regangan kristal (Musyarofah dkk. 2019). Skema proses penggilingan dapat di lihat pada Gambar 2.3



**Gambar 2.3** Skema proses penggilingan (khadkha, dkk. 2014)

Untuk mengefektifkan penggilingan, tekanan dikonsentrasikan pada lokasi retakan atau crack yang telah ada sehingga retakan tersebut merambat dan memecah material dengan mudah. Akan tetapi begitu ukuran partikel mengecil, material memperlihatkan peningkatan sifat plastisin sehingga semakin sulit dipecah lebih lanjut. Pada sejumlah material, ada batas terkecil ukuran partikel sehingga penggilingan lebih lanjut tidak mengubah partikel. Suatu indeks empiric yang dikenal dengan indeks kerja Bond ( $W_i$ ) menentukan energy yang diperlukan untuk memecah partikel

$$W_i = 10 (d_f^{-1/2} - d_i^{-1/2}) \quad (2.1)$$

dengan  $d_i$  adalah diameter partikel yang akan dipecah dan  $d_f$  adalah diameter akhir partikel yang diharapkan (Abdullah, 2009).

Ukuran partikel sangat mempengaruhi sifat listrik suatu material terkhusus dalam hal baterai ion lithium. Ukuran partikel yang terlalu besar atau adanya aglomerasi dapat memperlebar jarak difusi (*diffusi length*) sehingga mempengaruhi pergerakan ion Li saat transfer muatan pada proses *charging-discharging*. Sebaliknya, partikel yang berukuran kecil atau nanometrik dapat meningkatkan *surface contact area* sehingga dapat mempercepat reaksi interkalasi ion Li (Zhu, 2013). Selain itu, distribusi ukuran partikel yang merata dapat mencegah terjadinya kemampuan pada saat proses interkalasi dan deinterkalasi.

## **2.5 Material LiFePO<sub>4</sub>/C**

Karbon merupakan salah satu unsur yang jumlahnya sangat melimpah di alam. Dalam peradaban manusia saat ini, karbon bahkan ada dalam setiap aspek kehidupan, contohnya bahan material konstruksi seperti kayu yang tersusun atas selulosa, plastik, karet dan dunia farmasi. Selain ketersediannya yang sangat melimpah, karbon juga memiliki sifat yang sangat menarik yaitu dapat menghasilkan struktur yang bermacam-macam. Mulai dari intan yang merupakan material terkeras dan merupakan bahan isolator sampai grafit yang merupakan bahan konduktor. Selain itu ada beberapa jenis alotrop karbon lainnya yang ditemukan seperti karbon amorf yang merupakan alotrop karbon dengan susunan acak. Kemudian pada tahun 1985 telah ditemukan buckminster yang tersusun atas 60 atom karbon membentuk bola. Pada tahun 1991 ditemukan nanotube yang merupakan molekul karbon berbentuk silinder dan lembaran grafena ditemukan pada tahun 2004. CNT atau carbon nanotube merupakan alotrop karbon yang sangat konduktif, diprediksi memiliki konduktivitas panas hingga 6000 W/m K (Coleman dkk. 2006). Dari sekian banyak alotrop karbon yang ada di alam, karbon amorf merupakan salah satu jenis alotrop yang banyak diteliti saat ini. Hibrida sp<sup>2</sup> dan sp<sup>3</sup> didalam karbon amorf sangat mempengaruhi struktur dan sifat yang dihasilkan. Semakin banyak konsentrasi hibrida sp<sup>2</sup> maka sifat karbon amorf akan cenderung seperti grafit yaitu memiliki konduktivitas tinggi.

$\text{LiFePO}_4$  memiliki konduktivitas elektronik rendah dapat diatasi dengan menambahkan konduktif agen untuk membentuk material komposit. Beberapa bahan yang digunakan sebagai sumber karbon seperti acetylene black, glukosa, sukrosa, asam sitrat, PVA, Malonic acid, Polypropylene, dll yang dapat ditambahkan pada raw material dan kemudian dikarburisasi pada temperatur tinggi untuk membentuk material  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$ . Distribusi karbon yang merata akan meningkatkan nilai konduktivitas elektronik material komposit katoda LFP/C. Karbon aktif yang terbentuk akan membantu difusi ion Li pada saat transfer muatan pada saat interalasi dan deinterkalasi (Park dkk., 2010). Selain itu, Ukuran butir kecil yang seragam akan memberi keuntungan high rate performance. Walaupun carbon memiliki konduktivitas yang tinggi tetapi memiliki densitas 40% lebih rendah dibandingkan  $\text{LiFePO}_4$  dan mempengaruhi energi densitas. Untuk itu diperlukan komposisi yang tepat untuk mendapatkan  $\text{LiFePO}_4$  agar memiliki kapasitas hampir mendekati kapasitas teoritisnya ( $170 \text{ mAhg}^{-1}$ ) (Borong, Yonghuan, dan Li, 2011).

Penambahan karbon memiliki beberapa keuntungan antara lain partikel tidak mengalami penggumpalan dan dapat tersebar secara merata, struktur porous pada karbon mencegah pertumbuhan  $\text{LiFePO}_4$ , dapat meningkatkan konduktivitas elektronik dan koefisien difusi dari baterai ion litium, mereduksi ukuran partikel, dan sebagai agen pereduksi  $\text{Fe}^{2+}$  menjadi  $\text{Fe}^{3+}$ . Namun penambahan karbon yang terlalu banyak dapat mengakibatkan berkurangnya tap density sehingga volumetric energy density menjadi rendah yang mengakibatkan densitas energi dari baterai menjadi turun. Sehingga penambahan karbon jumlahnya tidak terlalu berlebih. Pada baterai terjadi proses konversi energi dari energi kimia menjadi energi listrik. Perubahan energi tersebut tidak dapat mencapai efisiensi 100% karena pada proses *discharging* terjadi proses polarisasi. Polarisasi ini mengkonsumsi energi baterai dan menghasilkan panas (Triwibowo, 2011).

## **2.6 XAS (*X-ray Absorption Spectroscopy*)**

XAS (*X-ray Absorption Spectroscopy*) menggunakan konsep efek fotolistrik sinar-x dengan foton sinar-x menumbuk elektron sehingga keluar dari

orbitnya. Elektron yang tereksitasi tersebut dinamakan fotoelektron. Sebagian berkas sinar-x monokromatik dengan intensitas  $I_0$  akan ditransmisikan melewati sampel dengan ketebalan  $x$  yang sesuai dengan hukum Beer-Lambert pada Persamaan 2.2 dan 2.3,

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (2.2)$$

$$\mu(x) = \ln(I_0/I) \quad (2.3)$$

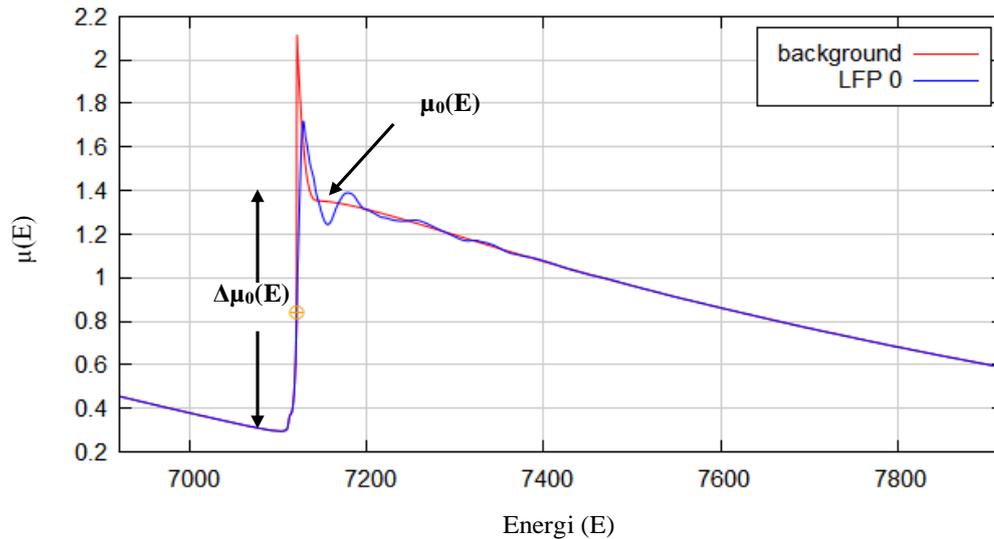
dengan  $I_0$  merupakan intensitas dari sinar-x yang datang,  $I$  merupakan intensitas sinar-x yang ditransmisikan dan  $\mu$  merupakan koefisien absorpsi (Iwasawa, Asakura, dan Tada, 2016). Elektron dengan energi kinetik ini menghasilkan hamburan kemudian diserap oleh atom-atom tetangganya membentuk interferensi antara bagian yang diserap dengan bagian yang terhambur. Efek dari interferensi kuantum ini selanjutnya terbaca dalam bentuk spektrum dan digunakan dalam analisis jarak atom tetangga, karakteristik ikatan serta struktur lokal lainnya. Pada pengukuran menggunakan mode fluorescence, elektron akan memiliki energi lebih tinggi dan bertransisi ke energi yang lebih rendah disertai dengan pemancaran radiasi sinar-x yang sesuai dengan energi dari tingkat asalnya. Hubungan energi dari koefisien absorpsi dengan *X-ray fluorescence* atau emisi Auger memenuhi persamaan 2.4.

$$\mu(x) \propto I_f / I_0 \quad (2.4)$$

Pada pengukuran EXAFS perlu diperhatikan osilasi yang jauh di atas tepi absorpsinya (absorpsi *edge*) dengan fungsi  $\chi(E)$  seperti pada persamaan 2.5,

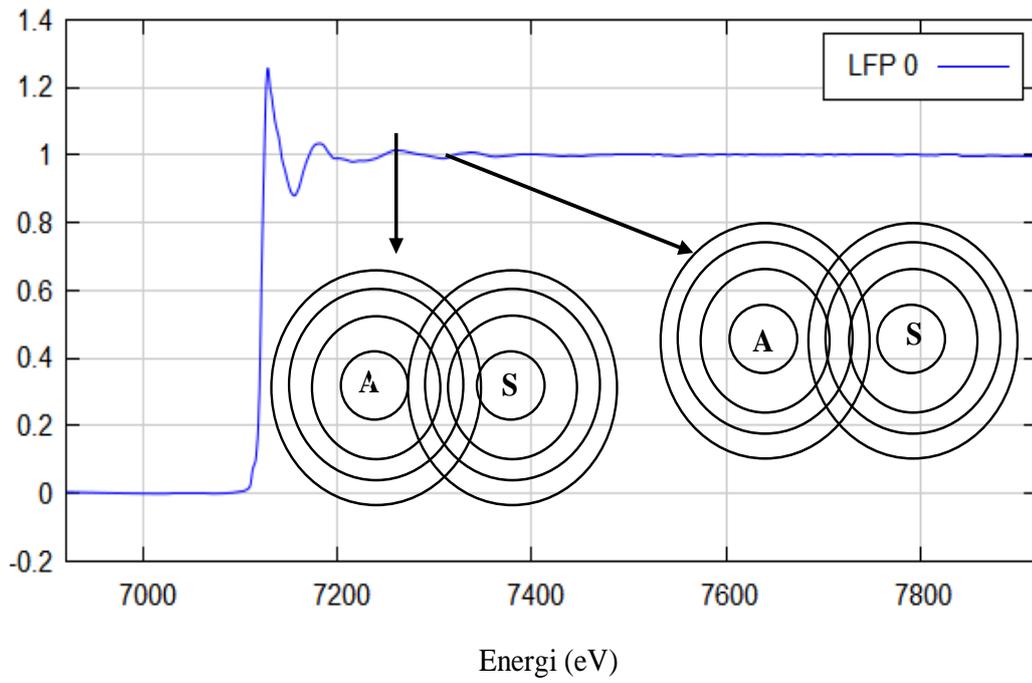
$$\chi(E) = \frac{\mu(E) - \mu_0(E)}{\Delta\mu(E)} \quad (2.5)$$

dengan  $\mu(E)$  merupakan koefisien absorpsi terukur,  $\mu_0(E)$  merupakan fungsi *smooth background* yang mempresentasikan absorpsi dari atom yang diisolasi serta  $\Delta\mu_0(E)$  merupakan selisih terukur dalam absorpsi  $\mu(E)$  pada energi ambang  $E_0$  seperti Gambar 2.4.



**Gambar 2.4** Koefisien absorpsi terukur  $\mu(E)$  yang ditampilkan beserta fungsi *smoothed Background*  $\mu_0(E)$  dan  $\Delta\mu_0(E)$  pada LFP 0 (Newville,2014)

Data EXAFS juga memberikan sejumlah informasi mengenai karakteristik gelombang dari fotoelektron yang tercipta dalam proses absorpsi dari core atom (A) dan *scattering* oleh atom tetangganya (S). Daerah ini merupakan daerah perpanjangan dari spektrum XANES, yaitu sekitar 50-1000 eV. Gambar 2.5 menunjukkan energi berada dalam fasa yang sama sehingga menghasilkan interferensi konstruktif yang digambarkan berupa puncak, yaitu merepresentasikan nilai absorpsi sinar-x maksimum. Sebaliknya pada energi yang lebih tinggi dengan foto elektron memiliki energi kinetik yang lebih besar dan panjang gelombang yang pendek. Kedua energi tidak berada dalam fasa yang sama, oleh karena itu menghasilkan interferensi destruktif (saling menghilangkan) yang digambarkan pada spektrum EXAFS sebagai lembah yang merepresentasikan nilai absorpsi sinar-x minimum (Penner-Han, 2003).



**Gambar 2.5** Ilustrasi Sederhana Hamburan EXAFS pada LFP 0 ( penner-Han, 2003)

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Prosedur Penelitian

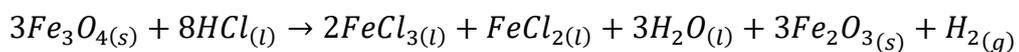
##### 3.1.1 Sintesis LiFePO<sub>4</sub> dengan variasi waktu penggilingan

Peralatan yang digunakan untuk sintesis sampel penelitian ini adalah timbangan digital (*digital balance*), gelas beker, spatula, pipet, gelas ukur, kertas pH, *boot crucible*, oven, *furnace* dengan gas inert, *ultrasonic cleaner*, *hot plate*, dan *magnetic stirrer*. 8 gram batu besi yang berukuran kecil dilarutkan dalam 100 ml HCl 37% dan diaduk selama 90 menit pada suhu 100 °C. Kemudian larutan tersebut disaring dengan tujuan memisahkan larutan dengan pengotor. Dari perlakuan tersebut, kita memperoleh larutan FeCl<sub>2</sub>+FeCl<sub>3</sub> dan disebut dengan larutan A. Kemudian 1,92 gram litium karbonat dilarutkan dalam 10 ml HCl pada suhu 100°C, larutan ini disebut larutan B. 6 gram NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> dilarutkan dalam 60 ml akuades pada suhu ruang, disebut larutan C. Larutan A dan B dicampur hingga homogen, dilanjutkan dengan penambahan larutan C hingga menjadi larutan D. Larutan D dititrasi dengan NH<sub>4</sub>OH sampai diperoleh pH 4 dan dipanaskan pada suhu 100 °C selama 1 jam untuk membentuk gel. Larutan tersebut dipanaskan pada suhu 350 °C untuk pengeringan 1 jam pertama dan dilanjutkan dengan suhu 300 °C. Serbuk yang diperoleh dari perlakuan pengeringan, dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 10 jam dalam lingkungan gas nitrogen.

Serbuk LiFePO<sub>4</sub> yang telah dikalsinasi pada 700 °C di lingkungan nitrogen diberikan perlakuan penggilingan. 12 gram serbuk LFP dilarutkan dalam 24 ml alkohol dengan menggunakan 24 *ball milling*. Variasi waktu penggilingan adalah 0, 5 dan 15 jam. Setelah digiling, sampel LFP dalam kondisi terlarut dalam alkohol sehingga diperlukan pengeringan untuk menguapkan alkohol pada suhu 80 °C.

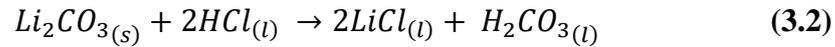
Berikut reaksi kimia yang terjadi dalam proses sintesis,

##### ▪ Pelarutan batu besi

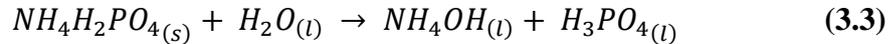


(3.1)

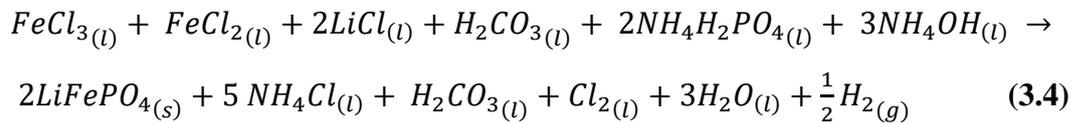
- **Pelarutan Lithium Carbonat**



- **Pelarutan Amonium Dihidrogen Phospat**



- **Pencampuran , pengeringan dan kalsinasi**



### 3.1.2 Sintesis LiFePO<sub>4</sub>/C dengan variasi metode penambahan karbon

Peralatan yang digunakan sama seperti sintesis LiFePO<sub>4</sub> pada subbab 3.1.1. Kemudian 8 gram batu besi yang berukuran kecil dilarutkan dalam 100 ml HCl 37% dan diaduk selama 90 menit pada suhu 100 °C. Larutan tersebut disaring dengan tujuan memisahkan larutan dengan pengotor. Dari perlakuan tersebut, kita memperoleh larutan FeCl<sub>2</sub>+FeCl<sub>3</sub>, dan disebut dengan larutan A. Selanjutnya 1,92 gram litium karbonat dilarutkan dalam 10 ml HCl pada suhu 100 °C dan disebut dengan larutan B. 6 gram NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> dilarutkan dalam 60 ml aquades pada suhu ruang, disebut larutan C. Larutan A dan B dicampur hingga homogen dan dilanjutkan dengan penambahan larutan C hingga diperoleh larutan D. Larutan D dititrasi dengan NH<sub>4</sub>OH sampai diperoleh pH 4 dan dipanaskan pada suhu 100 °C selama 1 jam untuk membentuk gel Kemudian larutan tersebut dipanaskan pada suhu 350 °C untuk pengeringan 1 jam pertama dan dilanjutkan dengan pengeringan dengan suhu 300 °C.

Serbuk LiFePO<sub>4</sub> setelah pengeringan dicampur dengan asam sitrat menggunakan perbandingan 10:1. Pada tahap ini digunakan variasi pelarut berupa ethanol dan akuades. Kemudian larutan dikeringkan pada suhu 125 °C. Setelah itu dilakukan proses kalsinasi pada suhu 700 °C selama 10 jam dalam lingkungan gas nitrogen. Sampel dengan menggunakan pelarut akuades saat pencampuran asam sitrat disebut LFP K, sedangkan sampel dengan menggunakan pelarut ethanol disebut LFP M.

## 3.2 Karakterisasi Material

### 3.2.1 Uji XRD

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fasa-fasa kristalin dan struktur kristal yang terkandung dalam sampel. Karakterisasi XRD dilakukan di departemen Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya. Tipe XRD yang digunakan adalah perangkat XRD Tipe Philips X'Pert MPD. Pengukuran ini akan dilakukan pada sudut  $10 - 70^\circ$  dan step size  $0,02^\circ$  pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA, dengan menggunakan target Cu.

Analisis hasil XRD dilakukan secara semikuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk mengetahui fasa yang terbentuk dari sampel serbuk  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  dan  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  variasi waktu penggilingan. Hal ini dilakukan dengan cara pencocokan (*matching*) antara pola XRD terukur dan model, mengindikasikan bahwa sampel yang ditembak dengan difraksi sinar-X tersebut memiliki struktur yang sama dengan yang dimiliki model, demikian juga dengan fasanya. Selanjutnya, analisis kuantitatif dengan perangkat lunak Rietica dengan metode Rietveld Refinement untuk mengetahui parameter kisi dan perangkat lunak MAUD untuk mengetahui ukuran kristal sampel.

### 3.2.2 Uji X-ray Absorption Spectroscopy (XAS)

Suatu material dianalisis lebih jauh mengenai struktur lokalnya menggunakan uji *X-ray Absorption Spectroscopy* (XAS). Dari uji XAS akan di dapatkan data berbentuk spektrum XAS. Spektrum XAS dibagi menjadi dua bagian antara lain daerah *X-ray Absorption Near Edge Spectroscopy* (XANES) dan daerah *Extended X-ray Absorption Fine Structure* (EXAFS). Analisis XANES dilakukan untuk mengetahui keadaan oksidasi, struktur elektron dan kimia lokal, struktur atom dan sifat getaran. Selain itu XANES juga sensitif terhadap simetri lokal disekitar absorber (atom penyerap) (Farges, Brown, dan Rehr 1996). Sedangkan analisis EXAFS untuk mengetahui jarak antar atom, bilangan koordinasi dan *Debye-Waller factors* ( $\sigma^2$ ) (Muchlis, 2017).

Untuk mengolah data XAS memerlukan perangkat lunak *ATHENA* dan *ARTEMIS*. Program *ATHENA* untuk menganalisis data XANES, sedangkan program *ARTEMIS* digunakan untuk menganalisis data EXAFS menggunakan perhitungan standar teoritis berbasis program FEFF (Ravel dan Newville 2005).

FEFF8 merupakan program yang dapat diaplikasikan untuk spektrum XAS, baik XANES maupun EXAFS. File yang dapat diumpankan pada FEFF8 berbentuk “*feff.inp*” menggunakan program *Atom*. Untuk material kristalin, program *Stand Alone Atom* juga bisa menterjemahkan langsung data kristalografi (cif) ke dalam bentuk “*feff.inp*”. Pada perangkat yang tersedia sekarang, program *FEFF8* sudah termasuk di dalam *ARTEMIS* yang mengkonversi data kristalografi menjadi *feff input file* (Muchlis, 2017).

Untuk analisis XANES hanya menggunakan program *ATHENA* sedangkan Dalam analisis EXAFS digunakan program FEFF untuk perhitungan teoritis hamburan atom. Pertama, data dinormalisasi menggunakan program *ATHENA* dan diimport ke *ARTEMIS* dan dilakukan Transformasi Fourier untuk pemodelan struktur (Newville, 2001).

### 3.2.3 Uji SEM-EDX

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) merupakan perangkat karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui morfologi atau struktur mikro permukaan dari zat padat. Perangkat SEM dilengkapi dengan detektor dispersi energi (*Energy Dispersive X-ray*) yang berguna untuk mengetahui komposisi elemen-elemen pada sampel yang dianalisis (Kosasih dan Zainuri, 2012). Adapun tujuan karakterisasi SEM-EDX dalam penelitian ini adalah untuk mengetahui morfologi permukaan, ukuran, bentuk partikel dan komposisi unsur dalam material  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  (untuk mengetahui keberhasilan pelapisan karbon pada material  $\text{LiFePO}_4$  . Prinsip kerja SEM, sebuah pistol elektron (*electron gun*) memproduksi sinar elektron, yang difokuskan oleh lensa magnetik ke arah sampel yang dikarakterisasi. Ketika interaksi antara elektron dan sampel yang dikarakterisasi, sejumlah energi dari elektron menghilang sehingga terjadi emisi dan pemantulan elektron yang akan diterima oleh detektor yang dapat memvisualisasikan menjadi morfologi permukaan dari sampel. Perangkat SEM yang dilengkapi dengan EDX dapat memetakan elemen yang terdapat dalam permukaan sampel, setiap elemen diberikan dengan warna yang berbeda-beda dan terdapat persentase dari setiap elemen. Sehingga karakterisasi dengan SEM-EDX dapat mengetahui tingkat keberhasilan pelapisan karbon pada material  $\text{LiFePO}_4$ .

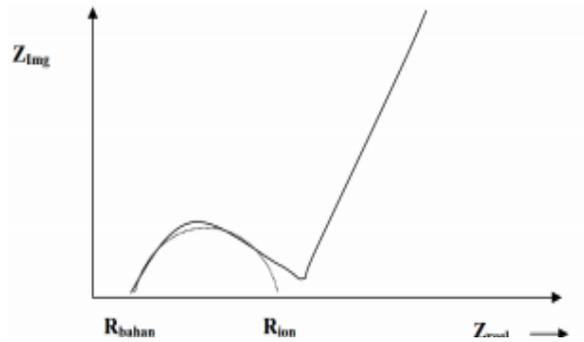
### 3.2.4 Uji EIS

Salah satu tahapan uji sifat listrik adalah uji EIS. Sebelumnya, diperlukan pembuatan sel baterai dari bahan katoda yang telah dibuat. Tahapan pembuatan sel baterai untuk uji EIS terdiri dari pembuatan *slurry*, lembaran katoda dan koin sel baterai tersebut. Pembuatan *slurry* terdiri dari campuran bahan material katoda ( $\text{LiFePO}_4$ ), PVDF, dan Super P. Campuran ini bisa divariasikan perbandingannya. Dalam penelitian ini menggunakan perbandingan 85 : 10 : 10. Campuran ini menggunakan pelarut DMAC dan dicampurkan pada temperatur  $72^\circ\text{C}$  dengan kecepatan 320 rpm sampai homogen dan kekentalannya seperti “Lumpur”. Setelah didapatkan *slurry* yang homogen, langkah selanjutnya adalah membuat lembaran katoda. Pembuatan lembaran katoda ini menggunakan alat “Doctor Blade”. Dengan Doctor Blade, kita bisa mengatur ketebalan dari lembaran katoda dan melakukan pengeringan. Pada penelitian ini menggunakan  $200\ \mu\text{m}$  dan dikeringkan dengan temperatur  $80^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Kemudian lembaran katoda dibentuk lingkaran dengan diameter 16 mm dan ditimbang massanya. Selanjutnya pembentukan koin sel baterai dengan menggunakan Glove Box. Koin sel baterai ini terdiri dari lembar katoda, separator, Anoda (Lithium Metal Foil), Elektrolit (*Lithium Hexafluorophosphate*  $\text{LiPF}_6$  1M).

Sel baterai kemudian diuji sifat listriknya, yaitu untuk mengetahui konduktivitas dengan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS). EIS merupakan suatu pengujian ekperimental elektrokimia non-destruktif pada berbagai jenis baterai. Alat yang digunakan adalah LCR meter, HIOKI 3532-50 *Chemical Impedance Meter* LCR HiTESTER. Parameter yang dapat dihasilkan berupa impedansi riil, impedansi imajiner, pergeseran sudut fasa, dan impedansi total, dengan menggunakan variasi spektrum frekuensi dalam skala logaritmik.

Pergerakan elektron dan ionik dalam baterai lithium dapat diamati secara elektrokimiawi dengan menggunakan metoda EIS. Impedansi elektrokimia pada umumnya diukur dengan menggunakan sebuah tegangan AC pada sebuah sel elektrokimia untuk mengukur arus listrik yang melalui sel. Arus massa dalam elektrolit dipengaruhi oleh besaran frekuensi, dimana kontrol kinetik sangat menonjol pada frekuensi tinggi. Sedangkan pada frekuensi rendah, arus akan dipengaruhi oleh transfer massa. Jika nilai impedansi real ( $Z'$ ) diproyeksikan pada

sumbu-X dan nilai impedansi imajiner ( $Z''$ ) diproyeksikan pada sumbu-Y, maka akan diperoleh grafik seperti Gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Contoh grafik hasil pengukuran EIS

Perhitungan konduktivitas dilakukan dengan melakukan interpretasi dari ukuran busur dimana akan didapatkan nilai impedansi  $R_{bahan}$  dan  $R_{ion}$ . Nilai  $R_{bahan}$  menunjukkan karakteristik dari bahan material yang bersifat ohmik, sementara  $R_{ion}$  menunjukkan karakteristik kualitatif dari transfer ion antar elektroda. Karakteristik  $R_{bahan}$  selalu nampak pada data berfrekuensi tinggi, sementara  $R_{ion}$  teramati pada frekuensi rendah (Triwibowo, 2011).

Untuk mendapatkan nilai  $R_{tot}$ , maka kita harus mendapatkan  $Z'' = 0$  dengan cara melakukan ekstrapolasi membentuk setengah lingkaran seperti gambar diatas.  $R_{tot}$  merupakan penjumlahan dari  $R_{bahan}$  dan  $R_{ion}$ . Dari nilai  $Z = R_{tot}$  inidapat menentukan konduktivitas bahan dengan menggunakan persamaan :

$$R = \rho \frac{t}{A} \quad (3.5)$$

$$\sigma = 1/\rho \quad (3.6)$$

dengan

$R$  = resistivitas bahan (ohm)

$\rho$  = hambatan jenis bahan (ohm.cm)

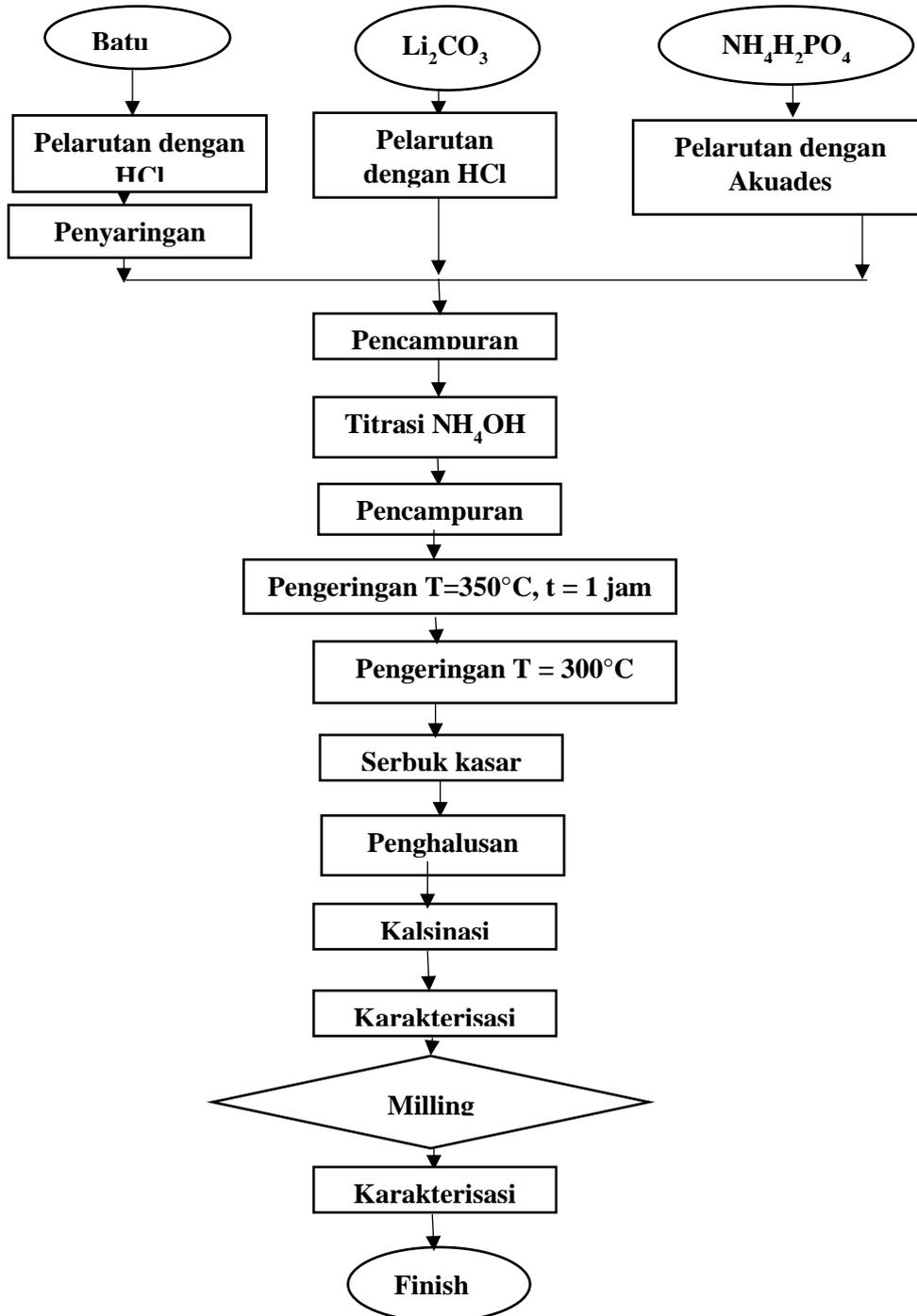
$t$  = tebal bahan (cm)

$A$  = luas penampang bahan (cm<sup>2</sup>)

$\sigma$  = konduktivitas ( $\Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) atau (S/cm).

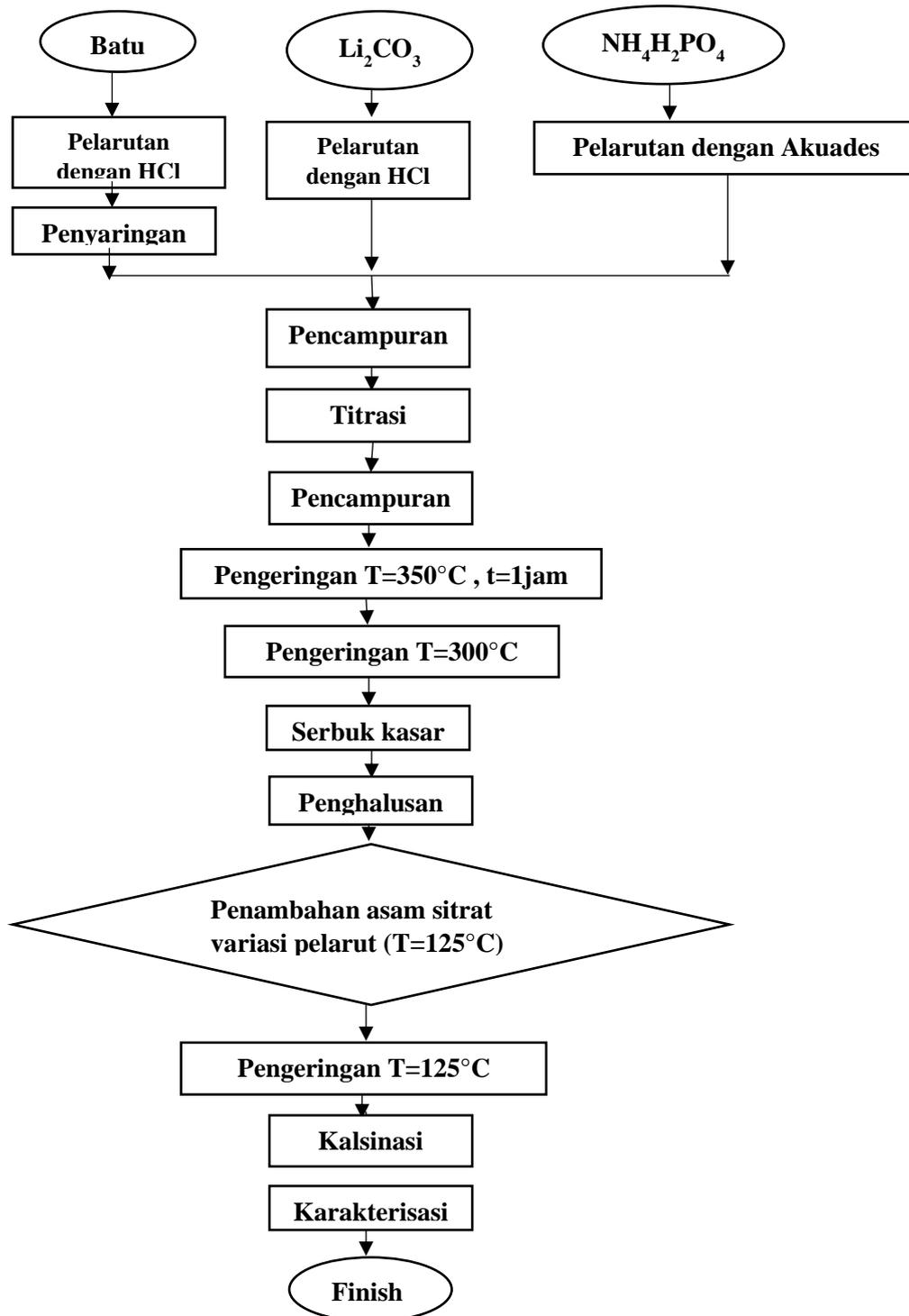
### 3.3 Diagram Alir Penelitian

#### 3.3.1 Sintesis $\text{LiFePO}_4$ dengan variasi waktu penggilingan



Gambar 3.2 Diagram alir sintesis  $\text{LiFePO}_4$  dengan variasi penggilingan

### 3.3.2 Sintesis $\text{LiFePO}_4/\text{C}$ dengan variasi metode penambahan karbon



Gambar 3.3 Diagram alir sintesis  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  dengan metode pelapisan

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Bab IV ini terdiri atas dua bagian, yaitu (a) sintesis LFP dengan variasi ukuran kristal akibat penggilingan dan (b) sintesis dan karakterisasi LFP/C untuk LFP tanpa penggilingan dengan variasi metode penambahan karbon. Perlu dicatat bahwa sintesis dan karakterisasi LFP/C untuk LFP dengan penggilingan tidak mudah dilakukan secara teknis sehingga hasilnya tidak dapat dilaporkan di dalam tesis ini dan memerlukan kajian lebih lanjut.

#### **4.1 Struktur Kristal**

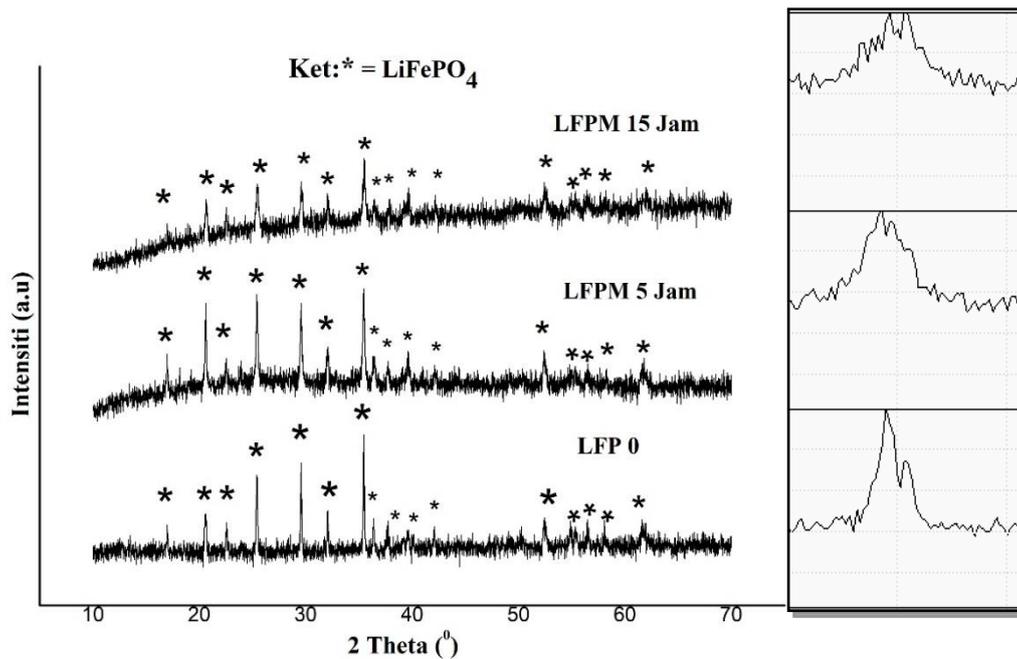
##### **4.1.1 Sintesis Serbuk Giling (XRD)**

Pola-pola difraksi sinar-x dari material  $\text{LiFePO}_4$  variasi waktu penggilingan (0, 5 dan 15 jam) ditunjukkan pada Gambar 4.1. Sampel dianalisis secara kualitatif dan didapatkan informasi bahwa seluruh sampel memiliki fasa olivine  $\text{LiFePO}_4$  dengan struktur kristal ortorombik (*space grup* Pnma) sesuai dengan CIF No. 96110-1112. Puncak-puncak utama terdapat pada sudut-sudut  $2\theta$   $17,1^\circ$ ;  $20,8^\circ$ ;  $25,6^\circ$ ;  $29,7^\circ$  dan  $35,6^\circ$ . Tampak bahwa penggilingan dengan variasi waktu hingga 15 jam tidak menunjukkan adanya perubahan fasa, seperti yang ditunjukkan Gambar 4.1. Secara kualitatif, pola-pola XRD tersebut memiliki posisi puncak yang secara umum sama, namun terjadi pelebaran puncak seiring dengan lamanya waktu penggilingan. Hal ini mengindikasikan perubahan mikrostruktur kristal, yaitu semakin lama waktu penggilingan, semakin lebar puncak difraksi. Pelebaran puncak difraksi pada sampel yang digiling dapat disebabkan oleh penurunan ukuran kristal dan atau bertambahnya regangan fasa (Pratapa, 2003). Temuan seperti ini pada material keramik telah dilaporkan oleh Musyarofah dkk. (2019). Mereka melaporkan kesesuaian ukuran kristal antara pengamatan dengan mikroskop elektron transmisi (TEM) dan hasil analisis data difraksi menggunakan *software* MAUD pada serbuk-serbuk zirkon yang digiling (Musyarofah dkk., 2019). Oleh sebab itu, dalam penelitian ini ukuran kristal diestimasi menggunakan data difraksi.

Pengaruh ukuran kristal dengan lebar puncak difraksi dapat dijelaskan menggunakan Formula Scherrer pada persamaan 4.1 (Cullity 1978),

$$t = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta_B} \quad (4.1)$$

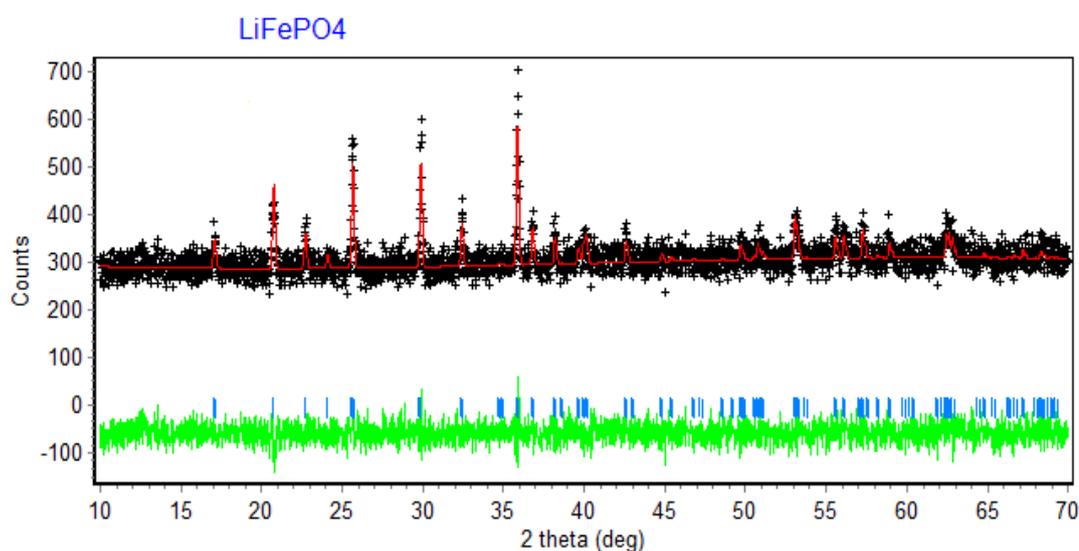
dengan  $t$  adalah ukuran kristal,  $B$  adalah lebar puncak difraksi, dan  $\theta_B$  merupakan sudut pada titik puncak tertinggi difraksi (sudut Bragg). Persamaan 4.1 menginformasikan bahwa semakin kecil ukuran kristal berefek pada semakin lebarnya puncak difraksi. Persamaan ini diadopsi di dalam perangkat lunak *MAUD* dengan  $B$  yang dikoreksi dengan pelebaran puncak difraksi oleh instrumen.



**Gambar 4.1** Pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-K $\alpha$ ) sampel-sampel LFP variasi waktu penggilingan (0, 5, dan 15 jam).

Sebelum melaporkan mikrostruktur, analisis data XRD dilakukan menggunakan *software Rietica* untuk mengekstrak informasi struktur kristal LFP pada berbagai perlakuan yang diberikan. Gambar 4.2 merupakan contoh pola penghalusan dengan *Rietica* untuk sampel LFP 0. Garis merah menunjukkan pola difraksi terhitung yang dibangun berdasarkan data kristalografi. Simbol hitam adalah pola difraksi terukur yang berasal dari data XRD eksperimen, dan garis warna hijau adalah plot selisih antara data terhitung dan data terukur. Hasil analisis menggunakan *software Rietica* secara umum dapat diterima jika nilai *GoF* (*Goodness-of-fit*) kurang dari 4%, sedangkan parameter kecocokan yang lain

seperti  $R$ -profile ( $R_p$ ),  $R$ -weighted profile ( $R_{wp}$ ),  $R$ -expected ( $R_{exp}$ ) kurang dari 20% dan nilai  $R$ -Bragg kurang dari atau sama dengan 5. Tabel 4.1 menunjukkan parameter kecocokan dari hasil analisis metode *Rietveld* dan nilai yang diperoleh telah sesuai dengan syarat umum keberhasilan *Rietica*. Dalam penelitian ini, hasil analisis seluruh sampel telah memenuhi syarat umum keberhasilan *Rietica* dan diperoleh nilai-nilai parameter kisi, volume sel dan densitas seperti ditunjukkan Tabel 4.2.



**Gambar 4.2** Contoh plot penghalusan dengan perangkat lunak *Rietica* sampel LFP 0 untuk waktu penggilingan 0 jam .

Tabel 4.2 menginformasikan terjadinya sedikit kenaikan densitas teoretik dengan semakin lamanya waktu penggilingan serta menunjukkan densitas untuk sampel LFP variasi penggilingan sesuai dengan densitas teoretiknya, yaitu sekitar  $3,6 \text{ g/cm}^3$  (Borong, Yonghuan, dan Li, 2011). Kenaikan densitas ini dikarenakan volume sel yang menurun. Volume sel terkecil terdapat pada sampel LFP M 15 jam sebesar  $277,70 \text{ \AA}^3$  dengan penurunan  $1,35 \text{ \AA}^3$  dibanding LFP tanpa giling. Penurunan volume sel dikarenakan nilai-nilai parameter kisi  $a$ ,  $b$ , dan  $c$  semakin mengecil. Volume sel memiliki pengaruh terhadap banyaknya atom yang menempati permukaan kristal. Semakin kecil volume sel, maka semakin banyak atom yang menempati permukaan kristal atau bisa dikatakan luas permukaannya (*surface area*) besar. Luas permukaan yang semakin besar mengindikasikan adanya

penurunan ukuran kristal. Penurunan ukuran kristal tersebut perlu dibuktikan melalui *software MAUD*.

**Tabel 4.1** Parameter kecocokan menggunakan *software Rietica* sampel variasi waktu penggilingan 0, 5 dan 15 jam.

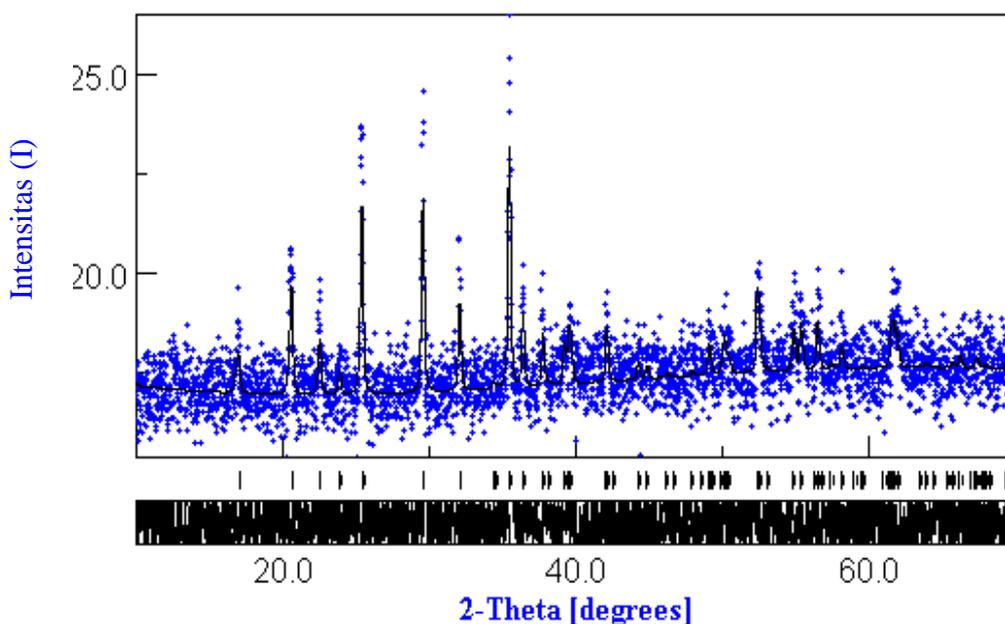
Sampel	R <sub>p</sub>	R <sub>wp</sub>	R <sub>exp</sub>	R-Bragg	GoF
LFP 0	4,98	6,24	5,71	2,44	1,19
LFP M 5 jam	4,44	5,57	5,11	1,46	1,18
LFP M 15 jam	4,67	5,88	5,21	1,44	1,27

**Tabel 4.2** Luaran analisis Rietveld menggunakan *software Rietica* sampel variasi waktu penggilingan 0, 5 dan 15 jam.

Sampel	Parameter kisi (Å)			Densitas (g/cm <sup>3</sup> )	Volum sel (Å <sup>3</sup> )
	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>		
LFP 0	10,181(2)	5,922(1)	4,629(0)	3,752	279,14(9)
LFP M 5 jam	10,174(4)	5,916(2)	4,622(1)	3,764	278,23(9)
LFP M 15 jam	10,168(5)	5,915(2)	4,619(2)	3,769	277,89(6)

Selanjutnya dilakukan analisis menggunakan *software MAUD* untuk mengestimasi ukuran kristal (Pratapa dkk., 2010). Gambar 4.3 menunjukkan contoh pola penghalusan dengan *software MAUD*. Pola berwarna hitam menunjukkan data terhitung (model), sedangkan pola berwarna biru merupakan data terukur (sampel). Hasil pengolahan menggunakan *software MAUD* secara umum dapat diterima jika nilai *GoF* (*Goodness-of-fit*) atau *sign* kurang dari 2, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.3. Tabel tersebut menunjukkan penurunan ukuran kristal seiring dengan bertambahnya waktu penggilingan. Ukuran kristal terkecil dimiliki sampel LFP M 15 jam, yaitu 59 nm dengan penurunan sebesar 41 % dari sampel tanpa perlakuan penggilingan. Hasil ini sesuai dengan penelitian sebelumnya oleh Musyarofah dkk. (2019) yang menyebutkan bahwa salah satu pengaruh dari penggilingan adalah mereduksi ukuran kristal. Reduksi ukuran kristal ini disebabkan adanya interaksi mekanik antara serbuk sampel, *ball-milling* dan dinding *jar* (Suryanarayana 2001). Serbuk mendapatkan tumbukan intensif yang dapat meningkatkan dislokasi kristal

dan berujung pada munculnya retakan-mikro (*microcracks*) (Musyarofah dkk., 2019). Retakan-mikro terjadi akibat *strain* pada mikrostruktur tidak sama (Roy Rice, 2000). Retakan tersebut merambat (*propagating*) dan kemudian dapat memecah material dengan mudah (R. Rice 1998). Serbuk mengalami disintegrasi. Akan tetapi begitu mencapai ukuran tertentu, material memperlihatkan peningkatan sifat plastisin sehingga semakin sulit dipecah lebih lanjut (Abdullah, 2009).



**Gambar 4.3** Contoh Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *MAUD* Sampel LFP 0.

**Tabel 4.3** Hasil analisis menggunakan *software MAUD* sampel variasi waktu penggilingan 0, 5 dan 15 jam.

No	Nama Sampel	<i>Sign.</i>	Ukuran Kristal (nm)	Regangan ( $10^{-4}$ )
1	LFP 0	1,22	100(1)	2,7(5)
2	LFPM 5 jam	1,24	89(2)	8,3(1)
3	LFPM 15 jam	1,17	59(1)	22,0(1)

Selain berdampak pada ukuran, penggilingan juga berpengaruh pada regangan (*strain*). Nilai regangan sisa dari material  $\text{LiFePO}_4$  setelah diberi perlakuan giling ditunjukkan pada Tabel 4.3. Serbuk yang digiling memiliki

regangan lebih tinggi dibandingkan tanpa penggilingan. Tabel 4.3 menunjukkan bahwa nilai regangan meningkat seiring dengan lamanya waktu penggilingan. Peningkatan nilai regangan terjadi akibat tumbukan dan gesekan antara bola *milling* dengan partikel LiFePO<sub>4</sub>. Tumbukan dan gesekan ini menyebabkan banyaknya *stress* (tekanan), sesuai Hukum Hooke:

$$\sigma = Y\epsilon \quad (4.2)$$

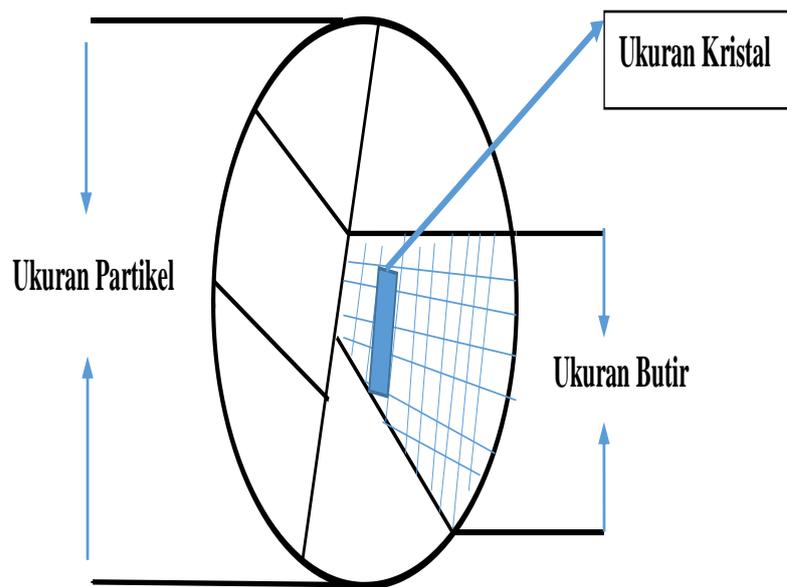
dengan  $\sigma$  adalah stress,  $Y$  adalah Modulus Young, serta  $\epsilon$  merupakan regangan atau *strain* (regangan). Hukum Hooke menunjukkan bahwa semakin besar *stress* (tekanan) maka semakin besar pula nilai regangannya (Barsoum, 1997). Regangan (*strain*) berkaitan dengan *stress* lokal yang terjadi akibat penggilingan dengan cara peningkatan densitas dislokasi (*dislocation density*). Ketika penggilingan dihentikan, serbuk LiFePO<sub>4</sub> masih menyisakan regangan sehingga disebut sebagai regangan sisa. Regangan ini merupakan regangan netto dari proses penggilingan, yaitu serbuk yang mengalami tumbukan antarbola zirkon bercampur dengan serbuk yang tidak mengalaminya (Lizer, 2010). Regangan sisa pada kristal dan ukuran kristal dapat memiliki interaksi. Regangan akibat *stress* (tekanan) menimbulkan deformasi yang kemudian memengaruhi diameter ukuran kristal. Jika selisih dari diameter akhir dan diameter awal penggilingan besar, maka regangan atau *strain* semakin besar pula. Kondisi inilah yang menyebabkan nilai regangan semakin tinggi dengan semakin lamanya waktu penggilingan. Nilai regangan juga memiliki hubungan dengan lebar puncak difraksi, seperti yang ditunjukkan pada Persamaan 4.3,

$$B \cos \theta_B = \frac{0,9\lambda}{t} + \sigma \tan \theta_B \quad (4.3)$$

dengan  $t$  adalah ukuran kristal,  $B$  adalah lebar puncak difraksi, dan  $\theta_B$  merupakan sudut pada titik puncak tertinggi difraksi (sudut Bragg), serta  $\sigma$  merupakan strain (regangan)(Suryanarayana, 2001).

Ukuran kristal yang diinformasikan pada analisis berbeda dengan ukuran partikel. Gambar 4.4 mengilustrasikan perbedaan antara ukuran kristal dan ukuran partikel (Kim dkk., 2017). Ukuran kristal dapat memiliki pengaruh pada ukuran partikel. Secara umum, semakin kecil ukuran kristal maka semakin kecil pula ukuran partikelnya (Callister, 2007). Ukuran partikel serbuk LiFePO<sub>4</sub> yang semakin

kecil pada material katoda diharapkan dapat meningkatkan konduktivitas material. Peningkatan konduktivitas material ini disebabkan ukuran partikel yang kecil dapat memperpendek jarak difusi (*diffusion length*) sehingga mempengaruhi pergerakan ion Li saat transfer muatan pada proses *charging-discharging* serta meningkatkan *surface contact area* sehingga dapat mempercepat reaksi interkalasi ion Li (Zhu, 2013).



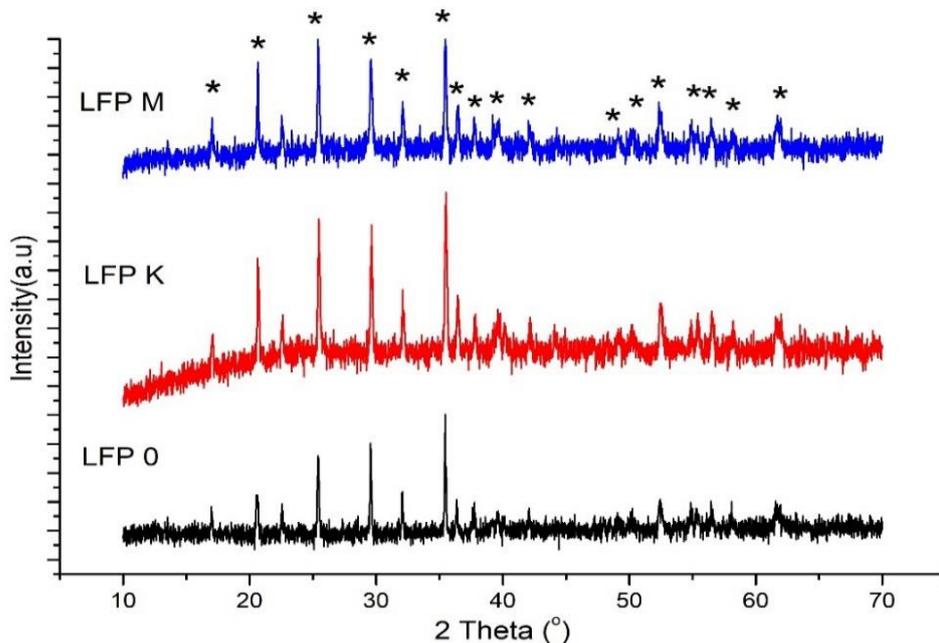
**Gambar 4.4** Ilustrasi ukuran kristal pada material

Dalam penelitian ini, kesulitan dialami ketika serbuk LFP hasil penggilingan akan dibentuk menjadi sel katoda. Mikrostruktur diduga menjadi penyebab utama kesulitan tersebut, terutama tinggi regangan sisa. Penelitian lebih lanjut diperlukan untuk membuktikan hipotesis ini.

Sementara itu, pengujian material LFP sebagai katoda baterai memerlukan pelapisan dengan karbon. Karena dijumpai kesulitan dalam sintesis katoda untuk sampel LFP giling, maka sintesis LFP dengan pelapisan karbon dilakukan pada 3 sampel, yaitu LFP tanpa giling dan tanpa penambahan karbon sebagai material kontrol, LFP tanpa giling dengan penambahan 10 wt% karbon dengan pelarut akuades, dan LFP tanpa giling dengan penambahan 10 wt% karbon dengan pelarut etanol.

#### 4.1.2 Sintesis Serbuk dengan karbon (XRD)

Gambar 4.5 menunjukkan pola-pola hasil XRD dari sampel LFP 0 (tanpa penambahan karbon), LFP K (dengan karbon dan pelarut akuades), dan LFP M (dengan karbon dan pelarut etanol). Analisis kualitatif menunjukkan bahwa sampel-sampel LFP 0, LFP K dan LFP M memiliki fasa olivine  $\text{LiFePO}_4$  dengan struktur kristal ortorombik dengan *space grup*  $Pnma$  sesuai dengan CIF No. 96110-1112. Hal ini menunjukkan bahwa metode penambahan karbon tidak mengubah fasa utama yang diinginkan, yaitu  $\text{LiFePO}_4$ . Pola hasil XRD dari seluruh sampel memiliki posisi puncak yang secara umum sama, namun intensitasnya cenderung menurun akibat penambahan karbon. Tabel 4.4 menunjukkan luas intensitas dari puncak tertinggi pada seluruh sampel. Tabel tersebut menunjukkan penurunan luas intensitas sebesar 663 cps pada LFP K dan 689 cps pada LFP M. Sementara itu, pola-pola XRD LFP K dan LFP M tidak menunjukkan adanya karbon dan impuritas lain yang mengindikasikan bahwa karbon bersifat amorf (J. Wang dkk., 2018). Karbon amorf inilah yang menyebabkan penurunan kristalinitas pada LFP K dan LFP M.



**Gambar 4.5** Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi  $\text{Cu-K}\alpha$ ) sampel variasi metode penambahan karbon (LFP 0, K dan M).

**Tabel 4.4** Luas intensitas dari puncak tertinggi pada material  $\text{LiFePO}_4$  variasi metode penambahan karbon.

Sampel	Sudut ( $2\theta^\circ$ )	Luas Puncak (cps)
LFP 0	35,50	820
LFP K	35,48	157
LFP M	35,45	131

Analisis lebih lanjut dilakukan menggunakan *software Rietica*. Hasil analisis telah memenuhi syarat umum keberhasilan *Rietica* seperti yang disebutkan pada subbab 4.1.1 dan ditampilkan pada Tabel 4.5. Selanjutnya, Tabel 4.6 menunjukkan hasil analisis Rietveld data XRD sampel-sampel LFP 0, LFP K dan LFP M berupa nilai parameter kisi, volume sel dan densitas. Tabel 4.6 menginformasikan densitas terhitung sampel-sampel LFP dengan penambahan karbon telah sesuai dengan densitas teoritiknya, yaitu  $3,6 \text{ g/cm}^3$  (Borong, Yonghuan, dan Li, 2011). Densitas pada sampel LFP K dan LFP M hanya naik sebesar  $0,001 \text{ g/cm}^3$  dan  $0,002 \text{ g/cm}^3$  dibandingkan LFP 0 (tanpa penambahan karbon). Kenaikan nilai densitas disebabkan terjadinya penurunan nilai volume sel. Nilai volume sel pada sampel LFP K dan LFP M mengalami penurunan sebesar  $0,09 \text{ \AA}^3$  dan  $0,12 \text{ \AA}^3$  dari volume sel LFP 0. Meski demikian, nilai volume sel tersebut relatif tetap dalam kisaran  $279 \text{ \AA}^3$ . Hasil ini akan dihubungkan dengan ukuran kristal dari material.

**Tabel 4.5** Parameter kecocokan menggunakan *software Rietica* sampel variasi waktu penggilingan 0, 5 dan 15 jam.

Sampel	$R_p$	$R_{wp}$	$R_{exp}$	$R_{Bragg}$	GoF
LFP 0	4,98	6,24	5,71	2,44	1,19
LFP K	3,95	4,95	4,38	1,05	1,27
LFP M	4,11	5,19	4,84	1,50	1,15

**Tabel 4.6** Luaran analisis Rietveld menggunakan *software Rietica* sampel  $\text{LiFePO}_4$  variasi metode penambahan karbon dengan pelarut akuades (LFP M) dan ethanol (LFP K).

Sampel	Parameter kisi ( $\text{\AA}$ )			Densitas ( $\text{g/cm}^3$ )	Volum sel ( $\text{\AA}^3$ )
	<i>A</i>	<i>b</i>	<i>c</i>		
LFP 0	10,181(2)	5,922(1)	4,629(0)	3,752	279,14(9)
LFP K	10,182(2)	5,922(1)	4,627(0)	3,753	279,05(9)
LFP M	10,180(2)	5,921(1)	4,629(1)	3,754	279,02(9)

Selanjutnya dilakukan analisis menggunakan *software MAUD* untuk memperoleh ukuran kristal. Pola penghalusan pada ketiga sampel dengan *software MAUD* telah memiliki nilai *GoF* (*Goodness-of-fit*) atau *sign.* kurang dari 2 seperti yang ditunjukkan Tabel 4.7. Ukuran kristal dari LFP 0, LFP M dan LFP K adalah sekitar 100 nm. Hasil ukuran ini mengindikasikan bahwa, praktis, penambahan karbon dengan pelarut akuades maupun ethanol tidak menunjukkan perubahan ukuran kristal. Efek karbon pada ukuran kristal dikonfirmasi melalui uji SEM seperti diuraikan pada subbab berikut ini.

**Tabel 4.7** Luaran analisis data XRD variasi penambahan karbon menggunakan *Software MAUD*.

No	Nama Sampel	Ukuran Kristal (nm)	Regangan ( $10^{-4}$ )	<i>Sign.</i>
1	LFP 0	100(1)	2,7(5)	1,14
2	LFP K	100(2)	6,9(2)	1,44
3	LFP M	100(2)	8,0(1)	1,32

## 4.2 Analisis Mikrostruktur

Morfologi dari material  $\text{LiFePO}_4$  untuk masing-masing sampel variasi waktu penggilingan dan sampel dengan pelapisan karbon dikarakterisasi menggunakan SEM seperti terlihat pada Gambar 4.6. Sampel LFP dengan waktu penggilingan 0 jam memperlihatkan butir tidak homogen, teraglomerasi, tidak terlihat jelas batas butir satu dengan yang lainnya sedangkan sampel dengan waktu penggilingan 5 jam menunjukkan morfologi berupa serpihan (*flake-like*) dengan butir berukuran seragam. Semakin lama waktu penggilingan (Gambar 4.6 (c)), ukuran partikel

semakin kecil dan serbuk LFP setelah penggilingan berbentuk pipih karena terjadi regangan. Gambar 4.6 (d) dan (e) menunjukkan hasil SEM dengan metode pelapisan karbon. Gambar 4.6 (d) memiliki bentuk butir yang lebih merata dibandingkan Gambar 4.6 (e). Namun, kedua gambar tersebut menunjukkan bahwa LiFePO<sub>4</sub> dengan karbon memiliki morfologi berupa partikel halus dan tidak seragam (*uniform fine particles*) yang ukurannya lebih kecil dibandingkan LiFePO<sub>4</sub> tanpa karbon. Partikel yang lebih kecil dapat memperpendek jalur difusi ion *lithium*. Hal ini diharapkan dapat memberikan kontribusi berupa peningkatan sifat elektrokimia (Shin dkk., 2006). Hasil ini selanjutnya akan dibahas keterkaitannya dengan sifat konduktivitas listik material.

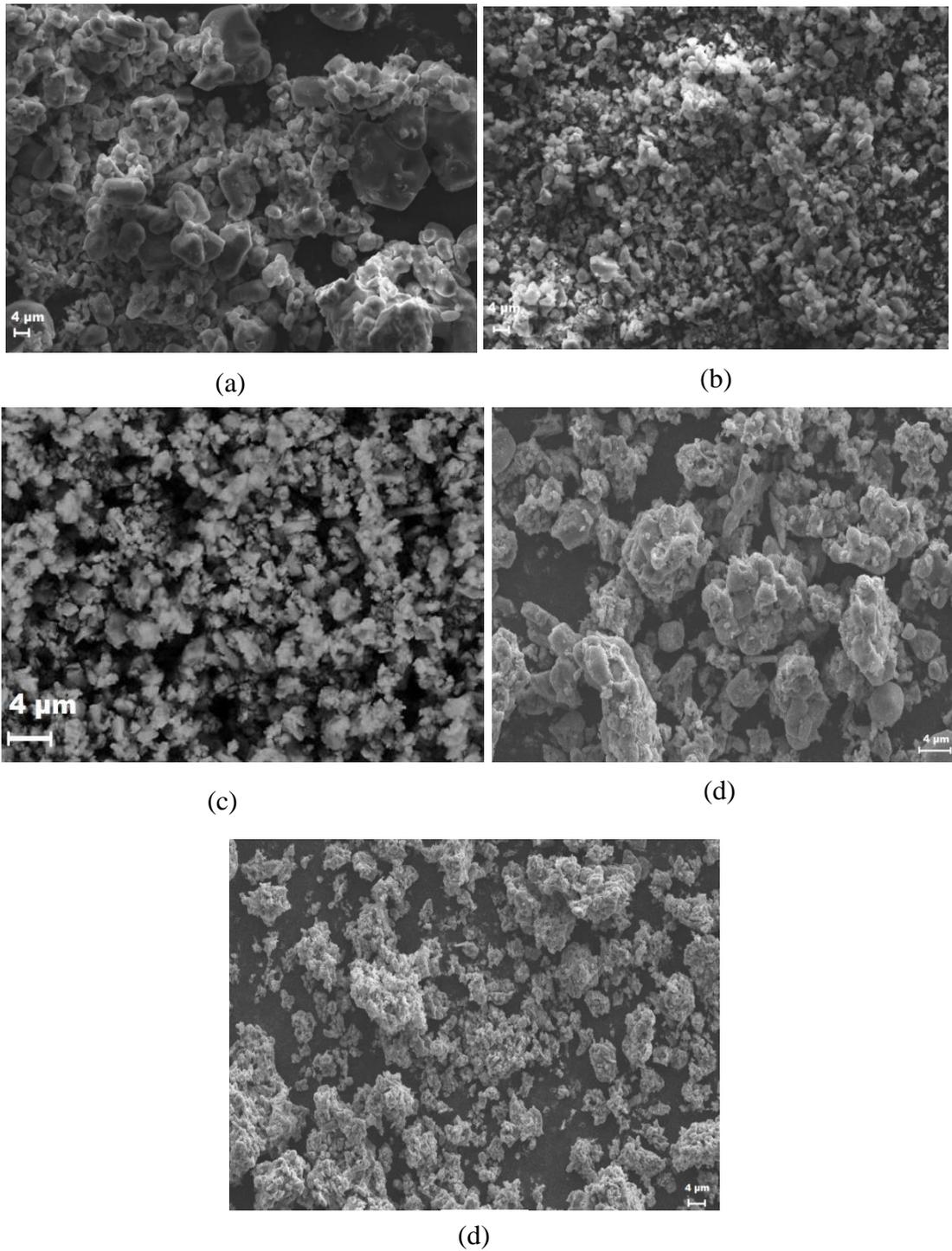
Berikutnya, Tabel 4.8 menunjukkan perbandingan komposisi unsur dari masing-masing sampel yang telah diuji EDX. Berdasarkan data tersebut tidak terdapat unsur Li pada sampel LFP 0, LFPM 5 jam dan LFPM 15 jam, sebab unsur Li di luar jangkauan deteksi EDX. Sampel LFP variasi waktu penggilingan terdapat unsur Cl, namun semakin lama waktu penggilingan unsur Cl semakin berkurang yakni terdapat penurunan 13,86 % unsur Cl. Penurunan ini diakibatkan penggilingan yang mengecilkan ukuran kristal dan memperbesar luas permukaan. Luas permukaan yang semakin besar akan mempercepat reaksi antara ethanol dan sampel (Maryudi dkk., 2020). Ethanol sendiri memiliki fungsi menurunkan impuritas sehingga impuritas Cl berkurang selama penggilingan (Widjanarko dkk., 2011). Tabel 4.8 juga mengkonfirmasi adanya unsur karbon pada LFP K sebesar 19,65% dan LFP M sebesar 22,77% serta tidak terdapat unsur karbon pada sampel LFP 0, LFPM 5 jam dan LFPM 15 jam. Presentase banyaknya unsur karbon pada sampel LFP K dan LFP M ini selaras dengan data XRD pada Tabel 4.4 bahwa semakin banyak presentase karbon amorf yang terdapat pada LFP akan menurunkan luas intensitas.

Presentase unsur karbon yang berbeda antara LFP K dan LFP M terjadi akibat perbedaan pelarut ketika sintesis. Proses kalsinasi sampel LFP K dan LFP M menghasilkan residu karbon. Residu karbon ini dapat terbentuk akibat pemberian panas pada suatu material yang mengandung karbon. Karbon dapat berinteraksi dengan unsur lain sehingga membentuk gas seperti CO dan CO<sub>2</sub> (Doeff dkk., 2006)

(Kadoma dkk. 2010). Dalam penelitian ini, sampel LFP K (penambahan karbon dengan pelarut akuades) memiliki presentase unsur karbon lebih kecil dari LFP M (penambahan karbon dengan pelarut ethanol), sebab ethanol memiliki unsur karbon di dalamnya, yakni  $C_2H_5OH$ . *Rx* asam sitrat dengan ethanol membuat  $R(C_2H_5)$  pada ethanol menggantikan posisi H di karboksilat. Akibatnya, presentase karbon (C) sedikit meningkat ketika menggunakan pelarut ethanol (Kolah dkk., 2007).

**Tabel 4.8** Hasil uji EDX sampel  $LiFePO_4$  variasi penggilingan dan metode penambahan karbon.

No	Sampel	Komposisi Unsur (%)				
		C	Fe	P	O	Cl
1	LFP 0	0	40,08	13,54	30,24	15,86
2	LFPM 5 jam	0	45,03	16,50	35,90	3,37
3	LFPM 15 jam	0	43,90	15,20	43,90	2,00
4	LFP K	19,65	16,28	14,49	49,58	0
5	LFP M	22,77	18,22	13,98	45,08	0



**Gambar 4.6** Citra-citra SEM sampel (a)  $\text{LiFePO}_4$  sebelum penggilingan, (b) waktu penggilingan 5 jam (c) waktu penggilingan 15 jam (d) penambahan karbon dengan pelarut akuades (LFP K) dan (e) pelarut alkohol (LFP M)

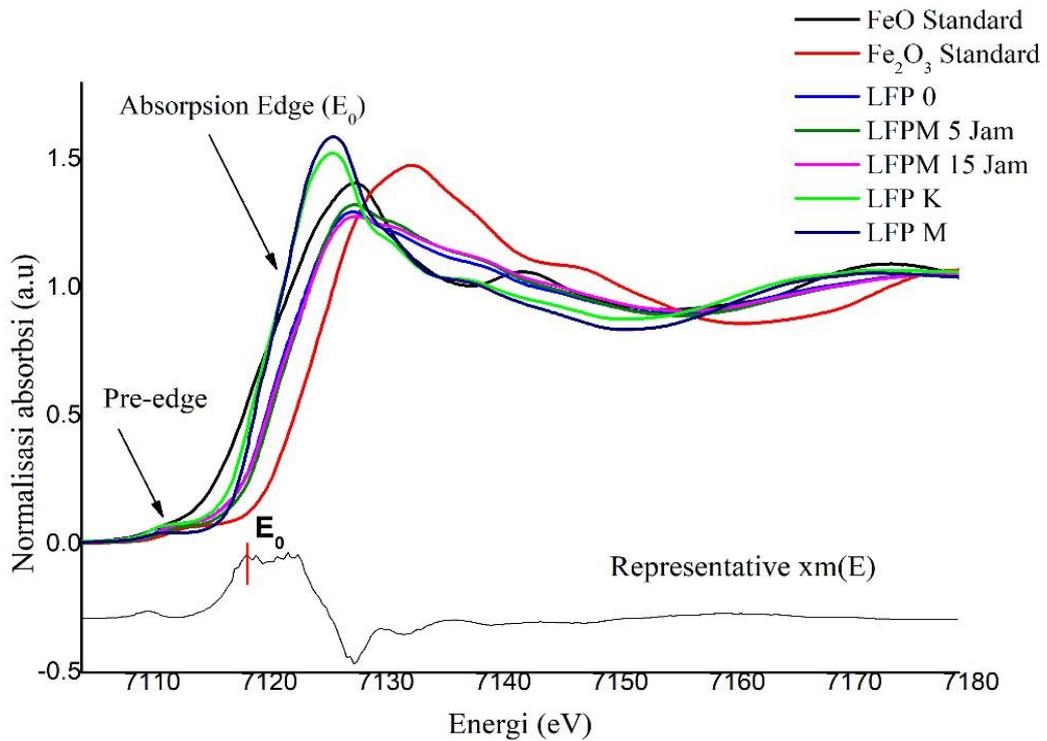
## 4.3 Analisis Struktur Lokal

### 4.3.1 Analisis XANES

Analisis XANES dilakukan untuk mengetahui keadaan oksidasi, struktur elektron dan kimia lokal, struktur atom serta sifat getaran. Selain itu, XANES juga sensitif terhadap simetri lokal di sekitar absorber (atom penyerap) (Farges, Brown, dan Rehr, 1996). Hingga saat ini belum ada persamaan untuk memodelkan spektrum XANES secara akurat, sehingga pada umumnya analisis hanya dilakukan melalui pencocokan pola terukur komponen-komponen terhadap pola gabungannya (Rehr dkk., 2017).

Analisis XANES melibatkan dua daerah, yaitu daerah *pre-edge* dan daerah *edge*. Daerah *pre-edge* terbentuk karena adanya transisi elektron dari inti ke kulit luar tergantung pada absorber yang digunakan. Sedangkan daerah *edge* adalah daerah yang ditandai adanya kenaikan absorpsi yang tajam disertai diskontinuitas. Pada penelitian ini absorber yang digunakan adalah Fe.

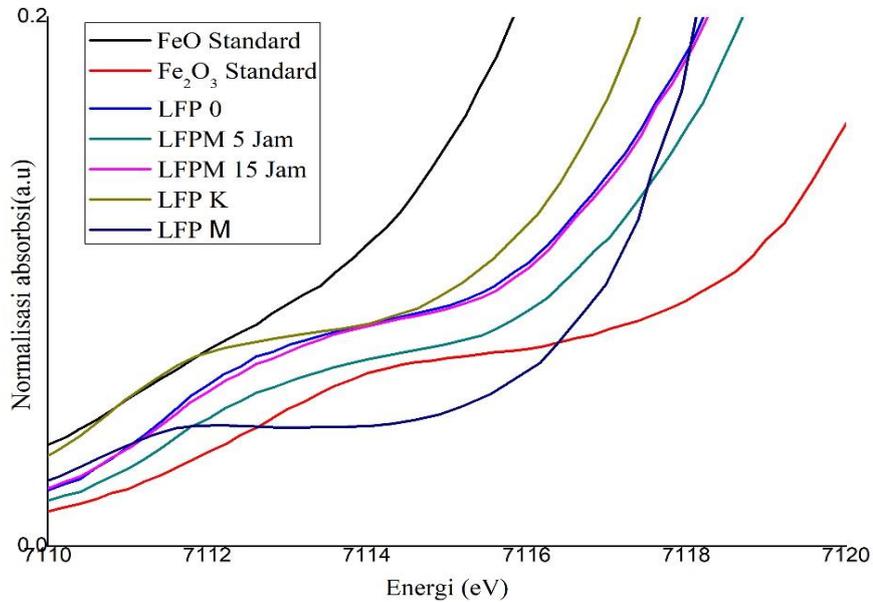
Gambar 4.7 menunjukkan spektrum XANES untuk sampel standar, variasi waktu penggilingan dan penambahan karbon yang telah dinormalisasi, serta representatif dari data derivatif untuk mengetahui posisi dan nilai  $E_0$ . Selain nilai  $E_0$ , dalam analisis XANES didapatkan nilai  $E_0$  *pre-edge* pada masing-masing sampel yang ditunjukkan pada Gambar 4.8. Tabel 4.9 menunjukkan nilai  $E_0$  *pre-edge* dan  $E_0$  dari material besi oksida standar (FeO dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), material LiFePO<sub>4</sub> variasi waktu penggilingan dan penambahan karbon. Berdasarkan Tabel 4.9, daerah *pre-edge* dari FeO yang memiliki bilangan oksidasi 2+ adalah ~7112 eV. Sedangkan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki bilangan oksidasi 3+ pada daerah ~7114 eV. Daerah *pre-edge* berhubungan dengan transisi elektron dari orbital inti  $1s \rightarrow 3d$  dan atau  $1s \rightarrow 4p$  (Waychunas, Apte, dan Brown, 1983). Puncak *pre-edge* pada sampel variasi waktu penggilingan dan penambahan karbon setara atau ekuivalen dengan Fe<sup>2+</sup> (FeO). Puncak *pre-edge* ini menandakan bahwa terbentuknya fasa olivine LiFePO<sub>4</sub> sesuai dengan hasil XRD yang mengandung ion Fe<sup>2+</sup>.



**Gambar 4.7** Spektrum XANES pada LiFePO<sub>4</sub> dan Sampel Standar

Nilai  $E_0$  pada daerah *edge* merupakan puncak derivatif pertama yang ditandai dengan kenaikan tajam koefisien absorpsi  $\mu(E)$ . Kenaikan ini terjadi akibat penyerapan sinar-x oleh elektron-elektron atom Fe pada kulit K karena energi foton sesuai dengan energi ikat elektron pada kulit tersebut ( $E = E_0$ ). Setelah itu terjadi eksitasi elektron dari 1s (kulit K) ke keadaan kosong (*unoccupied states*). Istilah lain yang sering digunakan untuk sembarang *edge* adalah transisi dipol dari tingkat inti (*core levels*) ke pita valensi yang kosong (Mastelaro dan Zanotto, 2018). Pada penelitian ini material yang diamati adalah LiFePO<sub>4</sub> pada K-*edge* dari <sup>26</sup>Fe. Dalam hal ini terjadi eksitasi elektron-elektron dari kulit 1s yang untuk membebaskannya dari ikatan atom diperlukan energi sekitar  $E_0 = 7119$  eV (untuk sampel FeO standard). Nilai  $E_0$  merupakan energi yang dibutuhkan untuk elektron melakukan transisi dari 1s ke daerah kontinum. Berdasarkan Tabel 4.9 nilai  $E_0$  untuk sampel LFP variasi milling berada di sekitar 7120 eV, sedangkan sampel LFP variasi penambahan karbon sekitar 7119 eV. Rentang daerah *edge* tersebut mendukung bahwa sampel LFP variasi milling sampel LFP dan variasi penambahan karbon memiliki daerah puncak yang setara dengan puncak FeO. Dengan demikian daerah

edge maupun pre-edge dalam analisis XANES mengkonfirmasi dari semua sampel adalah  $\text{Fe}^{2+}$ .



**Gambar 4.8** Daerah *Pre-Edge* pada  $\text{LiFePO}_4$  dan Sampel Standar

**Tabel 4.9** Nilai  $E_{0 \text{ pre-edge}}$  dan  $E_0$  dari material  $\text{LiFePO}_4$  dan sumber Fe

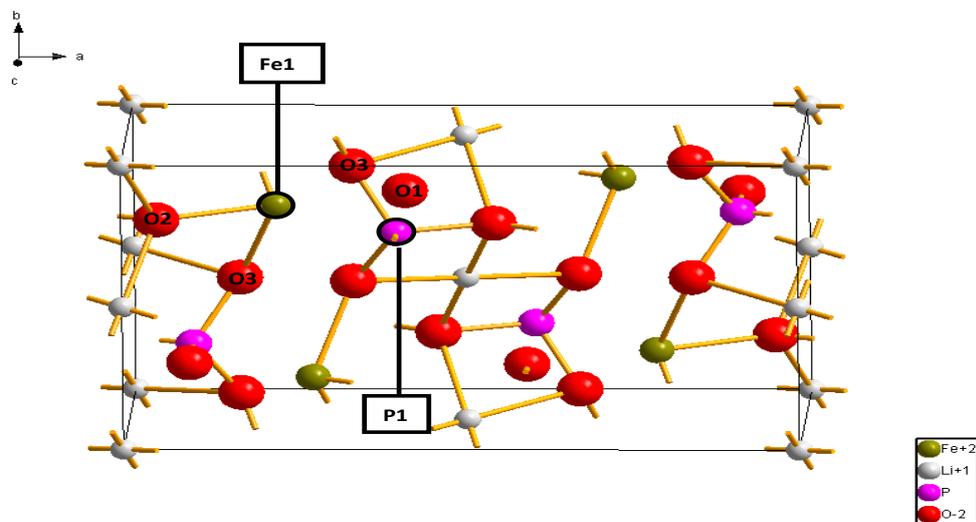
Sampel	$E_{0 \text{ Pre-edge}}$ (eV)	$E_0$ (eV)
LFP 0	7111,56	7120,27
LFPM 5 jam	7111,55	7120,11
LFPM 15 jam	7111,42	7120,43
LFP K	7112	7119,4
LFP M	7112	7119,4
FeO (Standar)	7112	7119,0
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Standar)	7114,57	7125,2

### 4.3.2 Analisis EXAFS

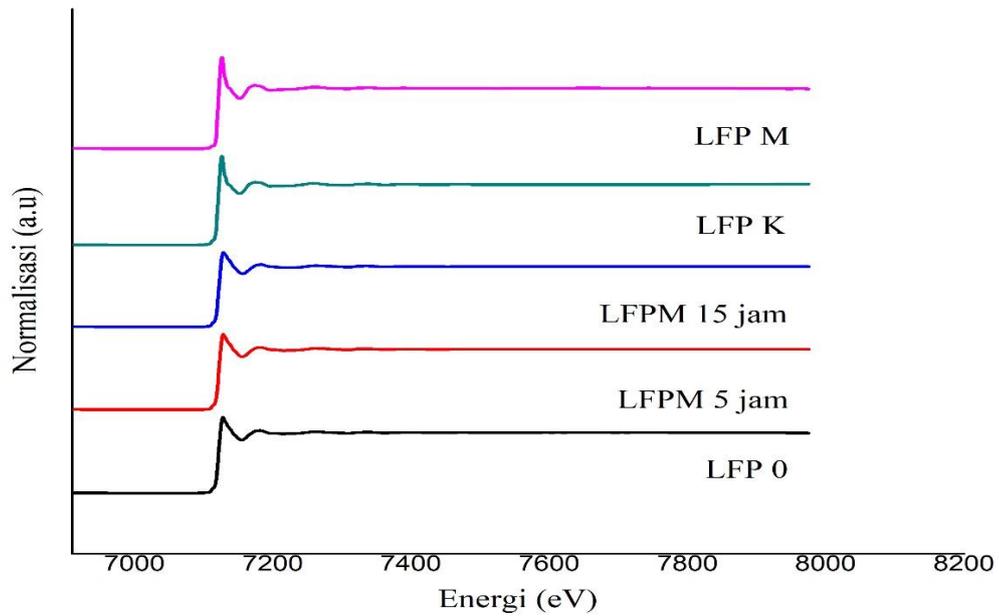
Sebelum analisis EXAFS lebih jauh, diperlukan untuk mengamati struktur kristal referensi  $\text{LiFePO}_4$ . Gambar 4.9 merupakan simulasi struktur kristal dari  $\text{LiFePO}_4$  berdasarkan referensi CIF No. 96110-1112 menggunakan perangkat lunak Diamond. Gambar tersebut menunjukkan tetangga atom terdekat dari atom Fe adalah atom O dengan atom Fe dikelilingi oleh atom O sebanyak 6 atom (oktahedral) (Minicucci dkk., 2017). Berdasarkan data COD tersebut, jarak atom tetangga Fe-O3.1, Fe-O2.1, Fe-P1.1, Fe.P1.2 sebesar 2,08572 Å, 3,13026 Å,

2,85565 Å, 3,2363 Å secara berturut-turut dengan bilangan koordinasi numbertnya (CN dan *coordination number*) yaitu 2, 1, 1 dan 1. Untuk menganalisis data EXAFS, data CIF diubah ke bentuk “*ffeff.np*” menggunakan *Software Artemis* (Ravel dan Newville, 2005).

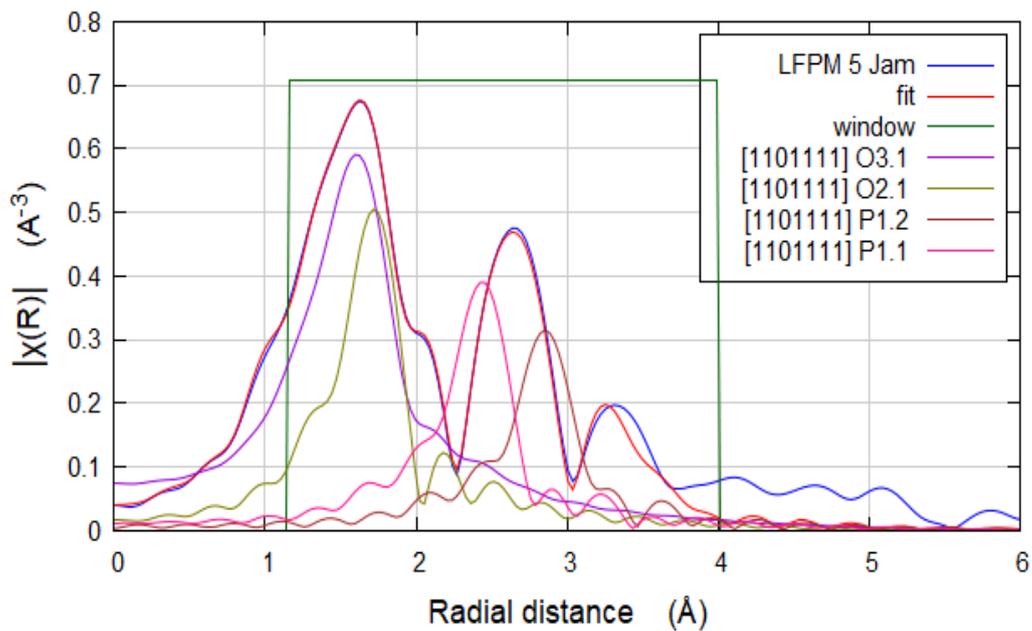
Analisis spektrum data EXAFS dilakukan dengan perangkat lunak *Athena* yang berfungsi untuk normalisasi spektrum data osilasi EXAFS. Gambar 4.10 menunjukkan hasil normalisasi data osilasi sampel  $\text{LiFePO}_4$  variasi waktu penggilingan dan  $\text{LiFePO}_4$  dengan penambahan karbon. Selanjutnya dilakukan *fitting* (pencocokan) menggunakan perangkat lunak *Athermis* yang berbasis program FEFF. Analisis tersebut dilakukan dengan transformasi Fourier untuk permodelan struktur. Kemudian keberadaan posisi atom tetangga terdekat dapat dikonfirmasi berdasarkan spektrum *R-space*, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.11. Berdasarkan Gambar 4.11, atom O merupakan tetangga pertama dari atom penyerap (Fe), dengan puncak Fe-O3.1 dan Fe-O2.1 berada pada posisi berhimpit. Hal ini menunjukkan bahwa atom tersebut memiliki jarak yang hampir sama. Atom tetangga kedua adalah atom P, dengan Fe-P1.1 dan Fe-P1.2 berada pada puncak yang sama, namun posisi puncak Fe-P1.1 berada pada tepi kiri sedangkan Fe-P1.2 berada pada tepi kanannya. Keadaan ini menunjukkan bahwa keduanya memiliki nilai R (jarak) yang sedikit berbeda.



**Gambar 4.9** Simulasi struktur Kristal  $\text{LiFePO}_4$  menggunakan perangkat lunak Diamond



**Gambar 4.10** Data EXAFS ternormalisasi sampel-sampel LFP variasi waktu penggilingan dan penambahan karbon.

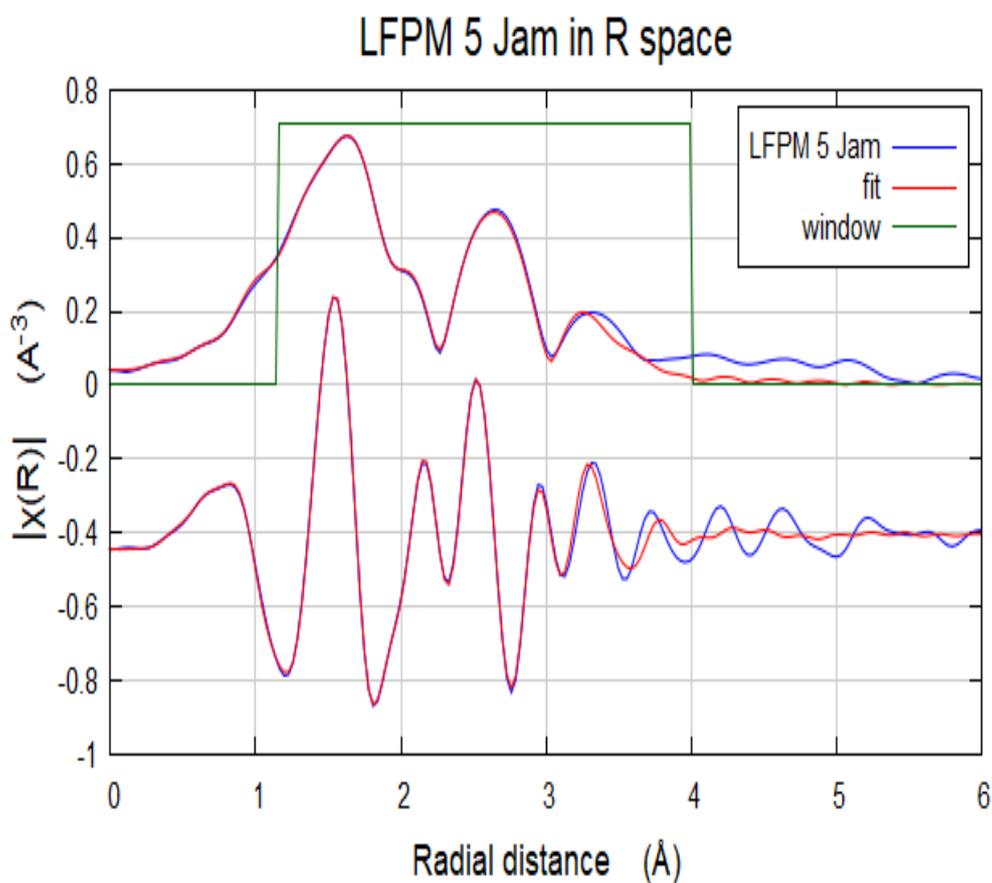


**Gambar 4.11** Contoh penetapan posisi atom Fe-O dan Fe-P berdasarkan database EXAFS pada ruang R (*R-space*) menggunakan perangkat lunak Artemis pada sampel  $\text{LiFePO}_4$  giling 5 jam.

Gambar 4.12 menunjukkan contoh hasil *fitting* data EXAFS untuk LFPM 5 jam. Garis berwarna merah menunjukkan *fitting* antara model (terhitung) dan data terukur, dengan garis warna biru merupakan data terukur (eksperimen). Hasil analisis EXAFS dapat diterima jika *R-factor* kurang dari 0,02 (2%),  $\Delta R$  (Å) kurang dari 0,5,  $\sigma^2$  kurang dari 0,02,  $E_0$  kurang dari 10 eV dan  $SO^2$  memiliki rentang 0,7 hingga 1,1. Informasi yang didapatkan berupa *Za-Zb*, CN, *R* dan  $\sigma^2$ . *Za-Zb* merupakan korelasi absorber dan hamburan atom, CN adalah bilangan koordinasi, *R* adalah jarak antar atom, serta  $\sigma^2$  adalah parameter *disorder Debye-Waller* (Debye, 2005). Hasil *fitting* material LFP variasi waktu penggilingan dan variasi metode pelapisan menghasilkan informasi yang ditunjukkan Tabel 4.10. Analisis EXAFS menunjukkan adanya pengaruh penggilingan yaitu pada jarak Fe-O3.1 dan Fe-O2.1. Semakin lama waktu penggilingan, jarak antar atomik Fe-O3.1 semakin mengecil, yaitu menyusut sebesar 0,12834 Å dan 0,55751 Å untuk masing-masing sampel LFPM 5 dan 15 jam dibandingkan LFP 0 (tanpa penggilingan). Sedangkan jarak antar atomik Fe-O2.1 menyusut sebesar 0,20470 Å dan 0,25366 Å untuk masing-masing sampel LFP M 5 dan 15 jam dibandingkan LFP 0. Penyusutan jarak antar-atomik pada Fe-O3.1 dan Fe-O2.1 dari penggilingan ini mengkonfirmasi terjadinya penurunan parameter kisi berdasarkan hasil *Rietica* di Tabel 4.2.

Hasil EXAFS pada Tabel 4.10 juga menunjukkan semakin lama waktu penggilingan semakin besar nilai parameter *disorder Debye-Waller* ( $\sigma^2$ ). Nilai parameter *disorder Debye-Waller* ( $\sigma^2$ ) menginformasikan besarnya gangguan atom (Newville, 2001). Semakin lama waktu penggilingan maka semakin besar stress akibat tumbukan antar material LFP, bola milling dan dinding jar sehingga regangan meningkat sesuai hukum hooke (Callister, 2007). Regangan terdiri dari dua jenis yaitu regangan geser (*shear strain*) dan regangan normal (*normal strain*). Regangan geser meningkatkan densitas dislokasi sehingga ketidakteraturan atom yang semakin besar dikarenakan arahnya paralel terhadap bidangnya (Dieter, 1961). Ketidakteraturan atom yang besar diartikan gangguan atom yang besar sehingga nilai parameter *disorder Debye-Waller* ( $\sigma^2$ ) meningkat seiring lamanya waktu penggilingan.

Tabel 4.10 juga memberikan informasi hasil analisis EXAFS pada sampel  $\text{LiFePO}_4$  dengan variasi penambahan karbon. Untuk sampel LFP K (penambahan karbon dengan pelarut akuades), terjadi penurunan jarak antar atomik Fe-O3.1 dan Fe-O2.1 dibandingkan sampel LFP 0 (tanpa karbon). Jarak antar atomik Fe-O3.1 menyusut sebesar  $0,0804 \text{ \AA}$ , sedangkan pada Fe-O2.1 sebesar  $0,65308 \text{ \AA}$ . Sedangkan pada sampel LFP M (penambahan karbon dengan pelarut ethanol) terjadi penurunan jarak antar atomik hanya pada Fe-O2.1, yaitu dari  $2,30883 \text{ \AA}$  menjadi  $2,19125 \text{ \AA}$ . Ini menunjukkan metode penambahan karbon dengan pelarut akuades pada sampel LFP K lebih banyak terjadi penurunan jarak antar atomiknya dibandingkan LFP M.



**Gambar 4.12** Contoh hasil *fitting* EXAFS Fe-K *edge* dari sampel LFP M 5 jam

**Tabel 4.10** Parameter struktur untuk sampel LiFePO<sub>4</sub> variasi waktu penggilingan dan pelapisan karbon melalui pencocokan pola EXAFS Fe K-edge berdasarkan jarak terdekat.

Sampel	Za-Zb	CN	R(Å)	$\sigma^2$ (Å <sup>2</sup> )	R-factor
LFP 0					
	Fe-O3.1	2	2,15600	0,00355	0,018
	Fe-O2.1	1	2,30883	0,00117	
	Fe-P1.1	1	2,84824	0,00382	
	Fe-P1.2	1	3,25673	0,00186	
LFPM 5 jam					
	Fe-O3.1	2	2,02166	0,00765	0,010
	Fe-O2.1	1	2,10413	0,00066	
	Fe-P1.1	1	2,84687	0,00187	
	Fe-P1.2	1	3,26976	0,00059	
LFPM 15 jam					
	Fe-O3.1	2	1,59849	0,04546	0,015
	Fe-O2.1	1	2,05517	0,00427	
	Fe-P1.1	1	2,85300	0,00212	
	Fe-P1.2	1	3,28633	0,00357	
LFP K					
	Fe-O3.1	2	2,07560	0,00548	0,020
	Fe-O2.1	1	1,65575	0,03662	
	Fe-P1.1	1	2,85010	0,00151	
	Fe-P1.2	1	3,28859	0,00062	
LFP M					
	Fe-O3.1	2	2,18472	0,01085	0,021
	Fe-O2.1	1	2,19125	0,00124	
	Fe-P1.1	1	2,91267	0,00082	
	Fe-P1.2	1	3,34522	0,00291	

#### 4.4 Analisis Sifat Listrik

Gambar 4.13 menunjukkan grafik hasil pengukuran nilai impedansi menggunakan EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*) untuk sampel variasi penambahan karbon. Grafik ini memiliki karakteristik baik jika membentuk pola busur setengah lingkaran (*semicircle*) dan garis lurus (Ji dkk., 2014). Pada penelitian ini, sampel dengan penambahan karbon telah terbentuk grafik dengan pola busur setengah lingkaran (*semicircle*) dengan diameter yang berbeda-beda.

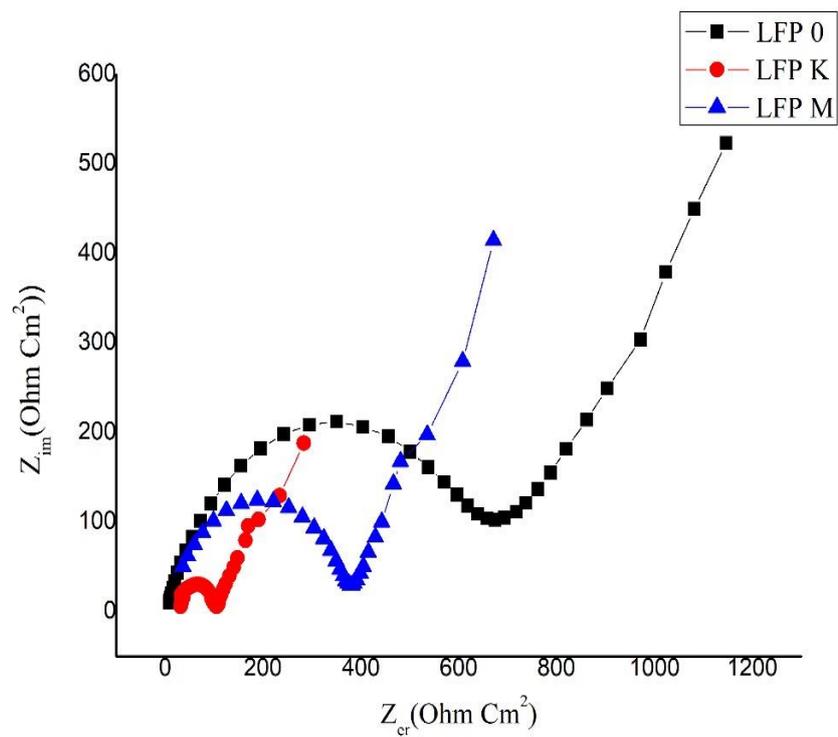
Grafik dengan pola busur setengah lingkaran (*semicircle*) merepresentasikan besarnya nilai hambatan elektron ( $R_e$ ) dan hambatan *charge transfer* ( $R_{ct}$ ).

Gambar 4.13 menunjukkan bahwa sampel K (penambahan karbon 10 wt% dengan pelarut akuades) memiliki diameter yang paling kecil dibandingkan sampel yang lain. Kecilnya diameter menandakan bahwa kemampuan ion lithium berdifusi paling baik. Jika dibandingkan dengan  $\text{LiFePO}_4$  sebelum diberi karbon (LFP 0), LFP K memiliki puncak pada kurva *semicircle* kurang dari  $50 \text{ ohm cm}^2$  dan LFP 0 memiliki puncak sekitar  $200 \text{ ohm cm}^2$ . Hal ini menggambarkan bahwa puncak LFP K lebih kecil dari puncak LFP 0. Puncak pada kurva *semicircle* berhubungan dengan sifat kapasitifnya, yaitu kemampuan material untuk menyimpan ion Li dalam strukturnya. Semakin tinggi puncak, maka sifat kapasitifnya semakin rendah. Sehingga berdasarkan Gambar 4.15, grafik LFP K (penambahan karbon dengan pelarut akuades) memiliki sifat kapasitif yang lebih baik dibandingkan tanpa penambahan karbon. Begitupun, LFP M dengan metode penambahan karbon memiliki puncak *semicircle* sekitar  $100 \text{ ohm cm}^2$ . Sehingga dapat dikatakan bahwa penambahan karbon dengan pelarut akuades (LFP K) lebih optimal dibandingkan dengan pelarut ethanol (LFP M) karena memiliki sifat kapasitif yang paling baik.

Tabel 4.11 menunjukkan  $R_{ct}$  (Hambatan *charge-transfer*) dan nilai konduktivitas listrik dari material penambahan karbon. Nilai konduktivitas listrik pada Tabel 4.11 menggunakan perhitungan dengan persamaan 3.5 dan persamaan 3.6 dengan  $R = R_{ct}$ . Jarak dari titik  $R_e$  ke titik akhir pola *semicircle* disebut dengan  $R_{ct}$  atau hambatan *charge-transfer*. Tabel 4.11 juga menunjukkan peningkatan nilai konduktivitas listrik dari orde  $10^{-6} \text{ S/cm}$  menjadi  $10^{-5} \text{ S/cm}$  dengan penambahan karbon menggunakan pelarut akuades maupun ethanol. Konduktivitas listrik meningkat sebesar  $10^{-4} \text{ S/cm}$  dengan pelarut akuades dan sebesar  $2,12 \times 10^{-5} \text{ S/cm}$  dengan pelarut ethanol. Peningkatan nilai konduktivitas listrik tersebut disebabkan dari material karbon bersifat konduktif sehingga bisa mempercepat laju difusi ion lithium (Wang dan Sun 2012). Hal ini menunjukkan bahwa penambahan karbon cukup efektif dalam meningkatkan konduktivitas listrik material  $\text{LiFePO}_4$ . Peningkatan konduktivitas listrik diyakini bermanfaat untuk peningkatan kinerja elektrokimianya (L. Wang dkk., 2009).

**Tabel 4.11** Nilai konduktivitas listrik sampel LiFePO<sub>4</sub> variasi metode penambahan karbon.

No.	Sampel	R <sub>ct</sub> (Ω)	Konduktivitas listrik (S/cm) ×10 <sup>-6</sup>
1	LFP 0	650	8,7
2	LFP K	104	109,7
3	LFP M	378	29,9



**Gambar 4.13** Plot-plot Cole-cole dari uji EIS sampel-sampel LFP 0, K, M.

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut.

1. Memanfaatkan batu besi dari Pelaihari, Kalimantan Selatan sebagai sumber Fe, material LFP variasi giling dan LFP/C variasi metode penambahan karbon telah berhasil disintesis menggunakan metode pelarutan kimia dan menghasilkan fasa  $\text{LiFePO}_4$  olivine.
2. Variasi waktu penggilingan tidak berpengaruh pada struktur kristal LFP tetapi volume sel dan ukuran kristal yang semakin mengecil serta nilai regangan (*strain*) yang semakin besar. Ukuran kristal LFP sesudah giling 15 jam adalah 59 nm. Sementara itu, penambahan karbon menyebabkan nilai volume sel menurun sebanyak 0,04 %, tetapi tidak mengubah ukuran kristalnya sama.
3. Analisis data XANES menunjukkan bahwa material LFP variasi giling dan LFP/C variasi metode penambahan karbon memiliki bilangan oksidasi  $\text{Fe}^{2+}$  sesuai dengan data XRD. Sementara itu, analisis EXAFS menunjukkan bahwa penggilingan dan penambahan karbon menurunkan jarak antara atom Fe dan O. Jarak antar atomik Fe-O3.1 dan Fe-O2.1 sesudah giling 15 jam menyusut sebesar 0,55751 Å dan 0,25366 Å. Penambahan karbon dengan pelarut akuades pada sampel LFP K menghasilkan penurunan jarak antar atomik Fe-O3.1 dan Fe-O2.1 sebesar 0,0804 Å sebesar 0,65308 Å. Sedangkan pada LFP M (penambahan karbon dengan pelarut ethanol) terjadi penurunan jarak antar atomik hanya pada Fe-O2.1 sebesar 0,11758 Å.
4. Konduktivitas listrik LFP/C penambahan karbon menggunakan pelarut akuades mencapai  $109,7 \times 10^{-6}$  S/cm.

#### 5.2 Saran

Berdasarkan penelitian ini, disarankan beberapa hal untuk penelitian selanjutnya, yaitu perlunya perlakuan anil pada LFP ukuran nanometrik untuk menurunkan nilai regangannya

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikrajuddin. 2009. "Pengantar Nanosains." *Bandung, ITB*, 250.
- Angela, Riyan, Humaatul Islam, Vamellia Sari, Chaironi Latif, Mochamad Zainuri, dan Suminar Pratapa. 2017. "Synthesis of LiFePO<sub>4</sub>/C Composites Based on Natural Iron Stone Using a Sol Gel Method." Dalam , 030102. Solo, Indonesia. <https://doi.org/10.1063/1.4968355>.
- Barsoum, M.W. 1997. *Fundamentals of Ceramics*. Materials Science and Engineering. McGraw Hill.
- Batdemberel, G., T. Battunur, S. Chadaraabal, G. Tsermaa, B. Munkhbaatar, dan Sangaa, D. 2013. "Nanocrystalline ZnO powder prepared by high energy ball mill." *Strategic Technology (IFOST), 2013 8th International Forum on. IEEE*, pp.2-5.
- Biyik, S., dan M. Aydin. 2015. "The Effect of Milling Speed on Particle Size and Morphology of Cu<sub>25</sub>W Composite Powder." *Acta Physica Polonica A* 127 (4): 1255–60. <https://doi.org/10.12693/APhysPolA.127.1255>.
- Bolloju, Satish, Rupesh Rohan, Shao-Tzu Wu, Ho-Xin Yen, Gopeshwar D. Dwivedi, Yuya A. Lin, dan Jyh-Tsung Lee. 2016. "A Green and Facile Approach for Hydrothermal Synthesis of LiFePO<sub>4</sub> Using Iron Metal Directly." *Electrochimica Acta* 220 (Desember): 164–68. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2016.10.066>.
- Borong, wu, Ren Yonghuan, dan Ning Li. 2011. "LiFePO<sub>4</sub> Cathode Material." Dalam "*LiFePO<sub>4</sub> Cathode Material, Electric Vehicles*". *The Benefit and Barriers*, Dr. Seref Soylu (Ed.). China: Intech.
- Brodd, R.J. 2013. "Batteries for Sustainability" VI (513): 83.
- Callister, William D. 2007. *Materials Science and Engineering*. 7th ed. Department of metallurgi Engineering, The university of Utah.
- Chen, W., M. Schoenitz, T. Ward, R.N. Dave, dan E.L Dreizin. 2005. "Numerical simulation of mechanical alloying in a shaker mill by discrete element method." *KONA Powder Part. J.* 23, 152–162.
- Chew, S.Y., T.J. Patey, O. Waser, S.H. Ng, R. Büchel, A. Tricoli, F. Krumeich, dkk. 2009. "Thin Nanostructured LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Films by Flame Spray

- Deposition and in Situ Annealing Method.” *Journal of Power Sources* 189 (1): 449–53. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2008.12.085>.
- Chung, Sung-Yoon, Jason T. Bloking, dan Yet-Ming Chiang. 2002. “Electronically Conductive Phospho-Olivines as Lithium Storage Electrodes.” *Nature Materials* 1 (2): 123–28. <https://doi.org/10.1038/nmat732>.
- Coleman, J.N., U. Khan, W.J. Blau, dan Y.K. Gun’ko. 2006. “mall but strong: A review of the mechanical properties of carbon nanotube–polymer composites.” *Carbon* 44, 1624–1652. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2006.02.038>.
- Cullity, B.D. 1978. *Elements of X-RAY DIFFRACTION*. Second. Vol. 547. Metallurgy and materials. Canada: ADDISON.WESLEY.
- Deb, Aniruddha, Uwe Bergmann, S. P. Cramer, dan Elton J. Cairns. 2005. “Structural Investigations of LiFePO<sub>4</sub> Electrodes and in Situ Studies by Fe X-Ray Absorption Spectroscopy.” *Electrochimica Acta*, Electrochemistry: from Nanostructures to Power Plants, 50 (25): 5200–5207. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2005.02.086>.
- Dieter, George Ellwood. 1961. “Mechanical metallurgy,” 646.
- Doeff, Marca M., James D. Wilcox, Robert Kosteki, dan Grace Lau. 2006. “Optimization of Carbon Coatings on LiFePO<sub>4</sub>.” *Journal of Power Sources* 163 (1): 180–84. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2005.11.075>.
- Farges, Francois, Gordon E Brown, dan John J Rehr. 1996. “Coordination chemistry of Ti(IV) in silicate glasses and melts: I. XAFS study of titanium coordination in oxide model compounds.” *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60 (16): 3023–38.
- Gao, Fei, Zhiyuan Tang, dan Jianjun Xue. 2007. “Preparation and Characterization of Nano-Particle LiFePO<sub>4</sub> and LiFePO<sub>4</sub>/C by Spray-Drying and Post-Annealing Method.” *Electrochimica Acta* 53 (4): 1939–44. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2007.08.048>.
- Hamid, .A., S. Wenning, A. Hardt, C. Schulz Heinzl, dan H. Wigger. 2012. ““High-capacity cathodes for lithium-ion batteries from nanostructured LiFePO<sub>4</sub> synthesized by highly-flexible and scalable flame spray

- pyrolysis.” *Journal of Power Sources* 216 (Oktober): 76–83.  
<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2012.05.047>.
- Huang, Yanghui, Haibo Ren, Zhenghe Peng, dan Yunhong Zhou. 2009. “Synthesis of LiFePO<sub>4</sub>/Carbon Composite from Nano-FePO<sub>4</sub> by a Novel Stearic Acid Assisted Rheological Phase Method.” *Electrochimica Acta* 55 (1): 311–15.  
<https://doi.org/10.1016/j.electacta.2009.08.057>.
- Iwasawa, Y, K Asakura, dan M Tada. 2016. *XAFS Techniques for Catalysts, Nanomaterials and Surfaces*. 1 st. New York.
- Ji, Mandi, Yunlong Xu, Zhen Zhao, Huang Zhang, Dong Liu, Chongjun Zhao, Xiuzhen Qian, dan Chunhua Zhao. 2014. “Preparation and Electrochemical Performance of La<sup>3+</sup> and F<sup>-</sup> Co-Doped Li<sub>4</sub>Ti<sub>5</sub>O<sub>12</sub> Anode Material for Lithium-Ion Batteries.” *Journal of Power Sources* 263 (Oktober): 296–303.  
<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2014.04.051>.
- Jugović, Dragana, Miodrag Mitrić, Miloš Milović, Bojan Jokić, Marija Vukomanović, Danilo Suvorov, dan Dragan Uskoković. 2013. “Properties of Quenched LiFePO<sub>4</sub>/C Powder Obtained via Cellulose Matrix-Assisted Method.” *Powder Technology* 246 (September): 539–44.  
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2013.06.021>.
- Kadoma, Yoshihiro, Jung-Min Kim, Katsutoshi Abiko, Keitaro Ohtsuki, Koichi Ui, dan Naoaki Kumagai. 2010. “Optimization of Electrochemical Properties of LiFePO<sub>4</sub>/C Prepared by an Aqueous Solution Method Using Sucrose.” *Electrochimica Acta* 55 (3): 1034–41.  
<https://doi.org/10.1016/j.electacta.2009.09.029>.
- kim, Hyungsub, Caroline Sunyong Lee, Dahyun Choi, Kwangmin Kim, Wonshik Chu, dan Doman Chun. 2017. “Effect of particle size and amorphous phase on electrochromic properties of kinetically deposited WO<sub>3</sub> films,” *Solar Energy Materials and Solar Cell*, 177: 44–50.  
<https://doi.org?10.1016/j.solmat.2017.06.010>.
- Kolah, Aspi K., Navinchandra S. Asthana, Dung T. Vu, Carl T. Lira, dan Dennis J. Miller. 2007. “Reaction Kinetics of the Catalytic Esterification of Citric Acid with Ethanol.” *Industrial & Engineering Chemistry Research* 46 (10): 3180–87. <https://doi.org/10.1021/ie060828f>.

- Kosasih, A.N, dan M. Zainuri. 2012. "Sintesis dan Karakterisasi sifat magnetik serbuk Barrium M-Heksaterat dengan Doping ion Zn pada variasi temperatur rendah." *J. Sainss dan Seni ITS 1. B.52-B54*.
- Latif, C, V S I Negara, W Wongtepa, P Thamatkeng, M Zainuri, dan S Pratapa. 2018. "Fe K-Edge X-Ray Absorption near-Edge Spectroscopy (XANES) and X-Ray Diffraction (XRD) Analyses of LiFePO<sub>4</sub> and Its Base Materials." *Journal of Physics: Conference Series* 985 (Maret): 012021. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/985/1/012021>.
- Linden, David, dan Thomas B. Reddy. 2001. "Handbook Of Batteries. 3 edition." *New York: McGraw-Hill Professional*.
- Liu, Hui-ping, Zhi-xing Wang, Xin-hai Li, Hua-jun Guo, Wen-jie Peng, Yun-he Zhang, dan Qi-yang Hu. 2008. "Synthesis and Electrochemical Properties of Olivine LiFePO<sub>4</sub> Prepared by a Carbothermal Reduction Method." *Journal of Power Sources* 184 (2): 469–72. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2008.02.084>.
- Liu, Yang, Min Zhang, Ying Li, Yemin Hu, Mingyuan Zhu, Hongming Jin, dan Wenxian Li. 2015. "Nano-Sized LiFePO<sub>4</sub>/C Composite with Core-Shell Structure as Cathode Material for Lithium Ion Battery." *Electrochimica Acta* 176 (September): 689–93. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2015.07.064>.
- Lizer, Margorata Spiza. 2010. "High energy ball milling." *Woodhead Publisihng Limite*.
- Mardiana, Dina. 2018. "Struktur dan Mikrostruktur Material Katoda LiFePO<sub>4</sub> akibat Penggilingan." *Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam ITS: Surabaya*.
- Maryudi, Roby, Amirin Kusmiran, dan Rita Desiasni. 2020. "Analisis Pengaruh Reagen Max Gold Dan Grinding Time Terhadap Recovery Au" 1: 4.
- Mastelaro, Valmor, dan Edgar Zanutto. 2018. "X-Ray Absorption Fine Structure (XAFS) Studies of Oxide Glasses—A 45-Year Overview." *Materials* 11 (2): 204. <https://doi.org/10.3390/ma11020204>.

- Mauliana, Metatia Intan, dan M Zainuri. 2015. "Characterization Of Lithium Ferro Phosphate Carbon Composite By Solid-State Reaction Methods In Various Temperature Calcination," 6.
- Minicucci, Marco, Lubna Tabassam, Riccardo Natali, Giorgio Mancini, S. J. Rezvani, dan Andrea Di Cicco. 2017. "Double-Edge X-Ray Absorption Study of  $\text{LiFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{PO}_4$  Cathode Materials." *Journal of Materials Science* 52 (9): 4886–93. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0723-9>.
- Muchlis, Khairanissa. 2017. "Analisis Struktur Kristal dan Struktur Lokal Menggunakan Data Wide Angle X-ray Scattering (WAXS) dan X-ray Absorption Spectroscopy (XAS) Sinkrotron." Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Musyarofah, Novia Dwi Lestari, Riska Nurlaila, Nibras Fuadi Muwwoqor, Triwikantoro, dan Suminar Pratapa. 2019. "Synthesis of high-purity zircon, zirconia, and silica nanopowders from local zircon sand." *Elsevier Ltd.* <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.12.152>.
- Newville, M. 2001. "EXAFS Analysis Using FEFF and FEFFIT." *Journal of Synchrotron Radiation* 8 (2): 96–100. <https://doi.org/10.1107/S0909049500016290>.
- Oswal, Jason Paul, Mehul, dan Ruhana Zhao. 2010. "A comparative study of Lithium-Ion Batteries." *University of southern California*. [http://www-scf.usc.edu/~rzhao/LFP\\_study.pdf](http://www-scf.usc.edu/~rzhao/LFP_study.pdf).
- Padhi, A.K., K.S. Nanjundaswamy, dan J.B. Goodenough. 1997. "Phospho-olivines as Positive-Electrode Materials for Rechargeable Lithium Batteries." *J. Electrochem. Soc* 144, No. 4 (April).
- Park, Myounggu, Xiangchun Zhang, Myoungdo Chung, Gregory B. Less, dan Ann Marie Sastry. 2010. "A Review of Conduction Phenomena in Li-Ion Batteries." *Journal of Power Sources* 195 (24): 7904–29. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2010.06.060>.
- Penner-Han, J.E. 2003. "n.d. 2.13 X-ray Absorption Spectroscopy 28."
- Pratapa, S., L. Susanti, Y. A. S. Insany, Z. Alfiati, B. Hartono, Mashuri, Ahmad Taufiq, dkk. 2010. "XRD Line-Broadening Characteristics of M-Oxides (M

- = Mg, Mg-Al, Y, Fe) Nanoparticles Produced by Coprecipitation Method.” Dalam , 125–28. Bandung, (Indonesia). <https://doi.org/10.1063/1.3515533>.
- Pratapa, Suminar. 2003. “Diffraction-Based Modelling of microstructural size and strain Effects in sintered ceramics.” *Departement of Aplied Phisics, Faculty of Science, Curtin university of technology*.
- Pratapa, Suminar, Malik A. Baqiya, Istianah, Rina Lestari, dan Riyan Angela. 2014. “A Simple Dissolved Metals Mixing Method to Produce High-Purity MgTiO<sub>3</sub> Nanocrystals.” Dalam , 39–42. Surabaya, Indonesia. <https://doi.org/10.1063/1.4866726>.
- Ravel, B., dan M. Newville. 2005. “ATHENA, ARTEMIS, HEPHAESTUS: Data Analysis for X-Ray Absorption Spectroscopy Using IFEFFIT.” *Journal of Synchrotron Radiation* 12 (4): 537–41. <https://doi.org/10.1107/S0909049505012719>.
- Rehr, John J, Joshua J Kas, Fernando D Vila, dan Matthew Newville. 2017. *XAFS Techniques for Catalysts, Nanomaterials, and Surfaces*. USA: Springer International Publishing Switzerland.
- Rice, R. 1998. “porosity of ceramics.” *Boca Raton: CRC Press*. <https://doi.org/https://doi.org/10.1201/9781315274539>.
- Rice, Roy. 2000. *Mechanical Properties of Ceramics and Composites: Grain And Particle Effects*. CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9780203908471>.
- Ritchie, A G. 2001. “Recent Developments and Future Prospects for Lithium Rechargeable Batteries\$.” *Journal of Power Sources*, 4.
- Rong, BaoHua, YanWen Lu, XueWen Liu, QingLin Chen, Kun Tang, HuaZhen Yang, XingYun Wu, dkk. 2014. “Fabrication and Characteristics of Nano LiFePO<sub>4</sub>/C Composites with High Capacity and High Rate Using Nano Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as Raw Materials.” *Nano Energy* 6 (Mei): 173–79. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2014.03.017>.
- Satyavani, T.V.S.L., A. Srinivas Kumar, dan P.S.V. Subba Rao. 2016. “Methods of Synthesis and Performance Improvement of Lithium Iron Phosphate for High Rate Li-Ion Batteries: A Review.” *Engineering Science and Technology, an International Journal* 19 (1): 178–88. <https://doi.org/10.1016/j.jestch.2015.06.002>.

- Shin, Ho Chul, Won Il Cho, dan Ho Jang. 2006. "Electrochemical Properties of Carbon-Coated LiFePO<sub>4</sub> Cathode Using Graphite, Carbon Black, and Acetylene Black." *Electrochimica Acta* 52 (4): 1472–76. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2006.01.078>.
- Song, Min-Sang, Yong-Mook Kang, Jin-Ho Kim, Hyun-Seok Kim, Dong-Yung Kim, Hyuk-Sang Kwon, dan Jai-Young Lee. 2007. "Simple and Fast Synthesis of LiFePO<sub>4</sub>-C Composite for Lithium Rechargeable Batteries by Ball-Milling and Microwave Heating." *Journal of Power Sources* 166 (1): 260–65. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2006.12.092>.
- Suryanarayana, C. 2001. "Mechanical Alloying and Milling." *Progress in Materials Science*, 184.
- Triwibowo, J. 2011. "Rekayasa Bahan LixTiMnyFez(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> Sebagai Katoda Solid Polymer Battery (SPB) Lithium." *Thesis, Program Studi Magister Ilmu Bahan, Universitas Indonesia, Depok*.
- wang, jiajun, dan Xueliang Sun. 2012. "Understanding and recent development of carbon coating on LiFePO<sub>4</sub> cathode materials for lithium-ion batteries." *Energy and environmental science* 5: 5163–85. <https://doi.org/10.1039/c1ee01263k>.
- Wang, Juan, Yi-Jie Gu, Wen-Li Kong, Hong-Quan Liu, Yun Bo Chen, dan Wen Liu. 2018. "Effect of carbon coating on the crystal orientation and electrochemical performance of nanocrystalline LiFePO<sub>4</sub>." *Elsevier B.V., Solid State Ionics*, 327: 11–17. <https://doi.org/10.1016/j.ssi.2018.10.015>.
- Wang, L., G.C. Liang, X.Q. Ou, X.K. Zhi, J.P. Zhang, dan J.Y. Cui. 2009. "Effect of Synthesis Temperature on the Properties of LiFePO<sub>4</sub>/C Composites Prepared by Carbothermal Reduction." *Journal of Power Sources* 189 (1): 423–28. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2008.07.032>.
- Waychunas, Glenn A., Michael J. Apter, dan Gordon E. Brown. 1983. "X-Ray K-Edge Absorption Spectra of Fe Minerals and Model Compounds: Near-Edge Structure." *Physics and Chemistry of Minerals* 10 (1): 1–9. <https://doi.org/10.1007/BF01204319>.
- Widjanarko, Simon Bambang, Aji Sutrisno, dan Anni Faridah. 2011. "Fek Hidrogen Peroksida Terhadap Sifat Fisiko-Kimia Tepung Porang

(Amorphophallus Oncophyllus) Dengan Metode Maserasi Dan Ultrasonik.”

*Jurnal Teknologi Pertanian* 12 No.3.

Yang, Kerun, Ziji Lin, Xuebu Hu, Zhenghua Deng, dan Jishuan Suo. 2011.

“Preparation and electrochemical Properties of a  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  Composite Cathode Material by a Polymer-Pyrolysis-Reduction Method.”

*Electrochimica Acta* 56 (7): 2941–46.

<https://doi.org/10.1016/j.electacta.2010.12.093>.

Zheng, Fenghua, Chenghao Yang, Xu Ji, Dongli Hu, Yu Chen, dan Meilin Liu.

2015. “Surfactants Assisted Synthesis and Electrochemical Properties of Nano- $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  Cathode Materials for Low Temperature Applications.”

*Journal of Power Sources* 288 (Agustus): 337–44.

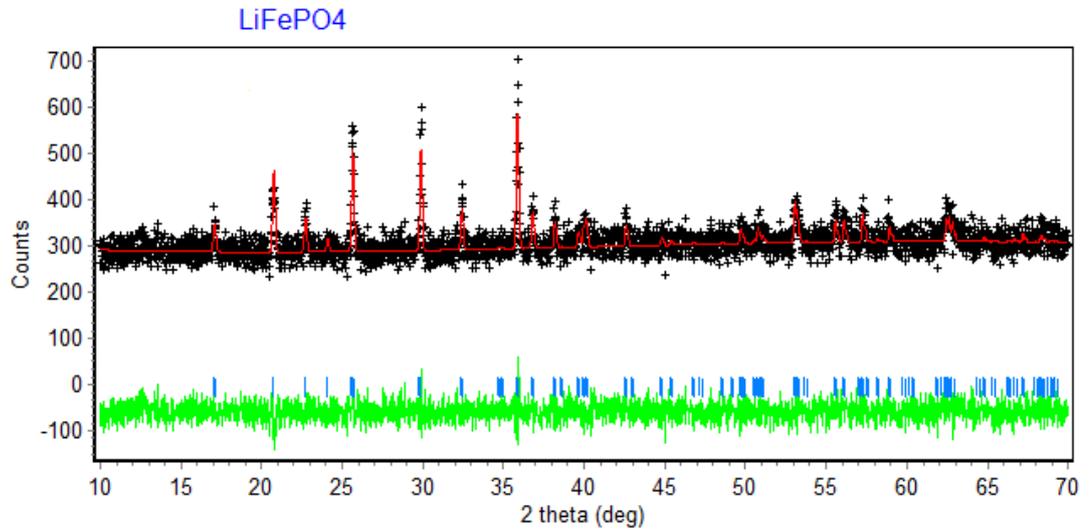
<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2015.04.126>.

Zhu, Changbao. 2013. “Size Effects on Lithium Storage and Phase Transition in

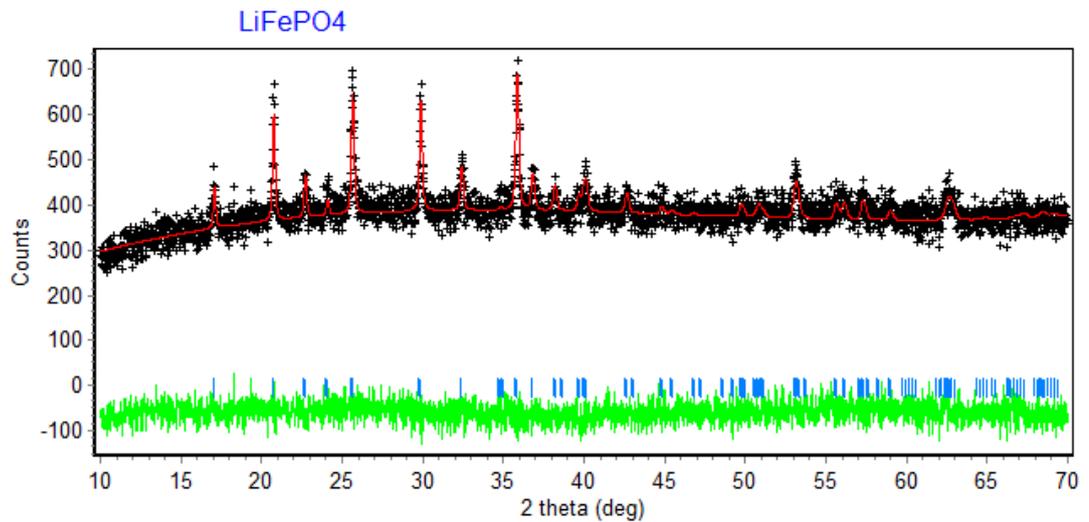
$\text{LiFePO}_4/\text{FePO}_4$  System.”” <http://dx.doi.org/10.18419/opus-6823>.

## LAMPIRAN

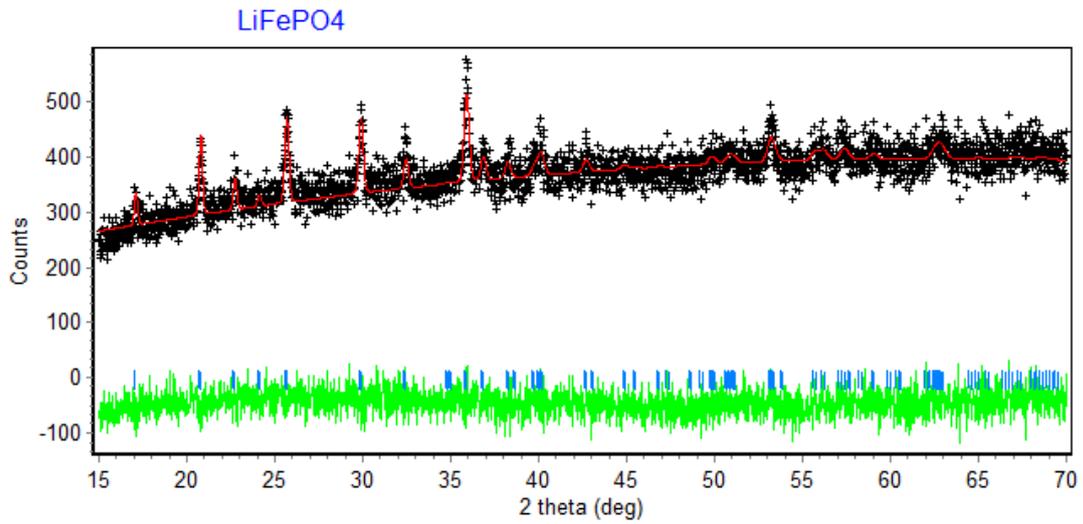
### 1. Hasil Analisis menggunakan Perangkat Lunak *Rietica*



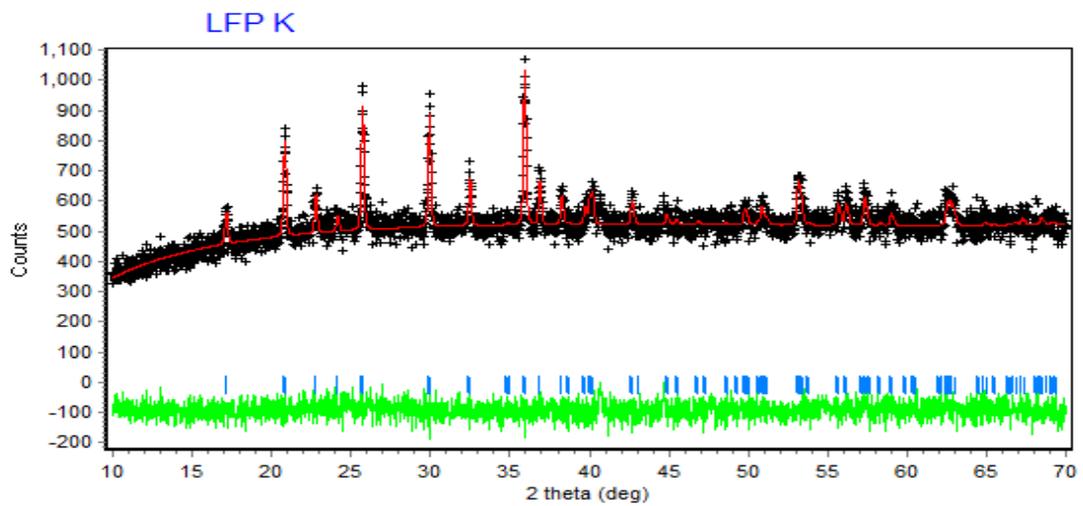
Contoh plot penghalusan dengan perangkat lunak *Rietica* sampel LFP 0 untuk waktu penggilingan 0 jam .



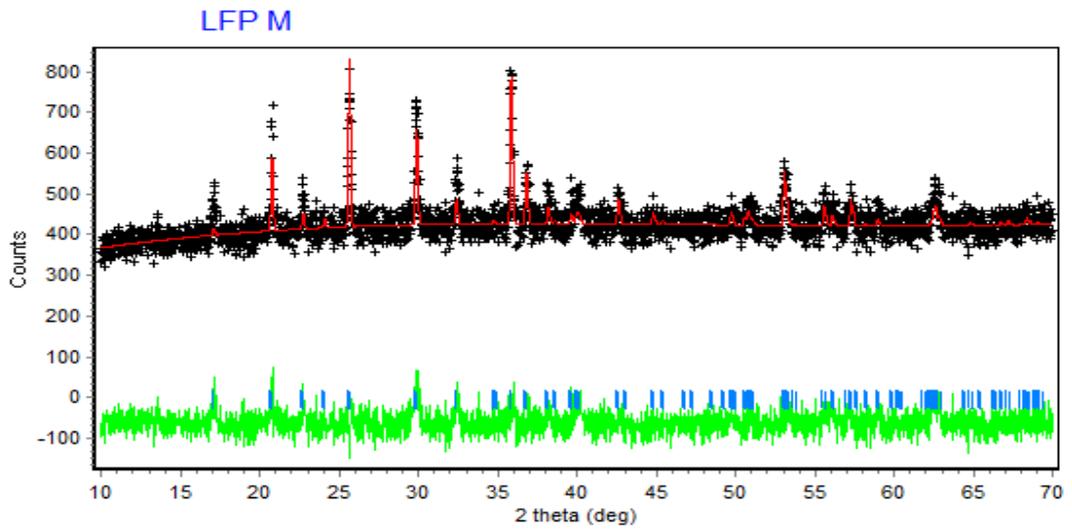
Contoh plot penghalusan dengan perangkat lunak *Rietica* sampel LFPM 15 jam untuk waktu penggilingan 5 jam .



Contoh plot penghalusan dengan perangkat lunak *Rietica* sampel LFPM 15 jam untuk waktu penggilingan 15 jam .

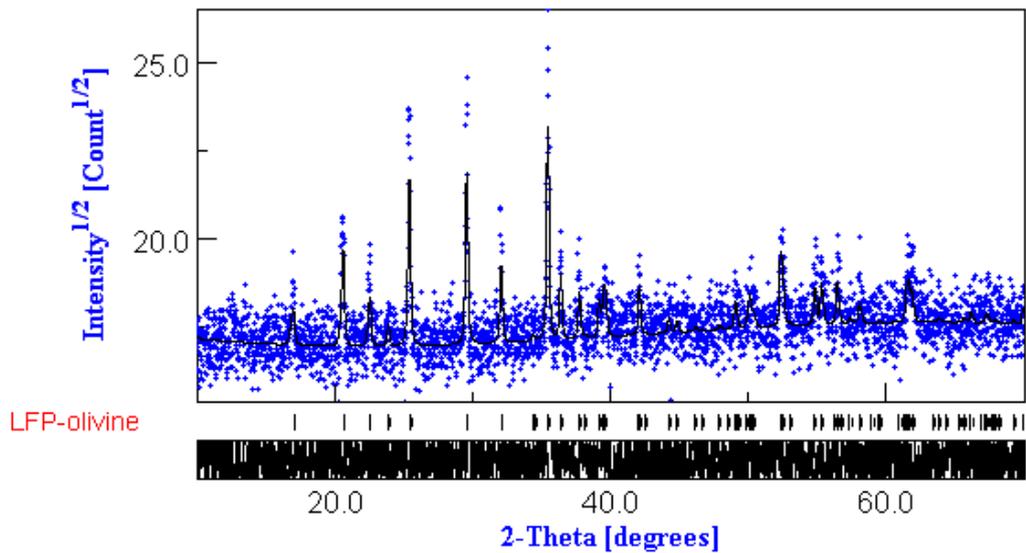


Contoh plot penghalusan dengan perangkat lunak *Rietica* sampel LFP K



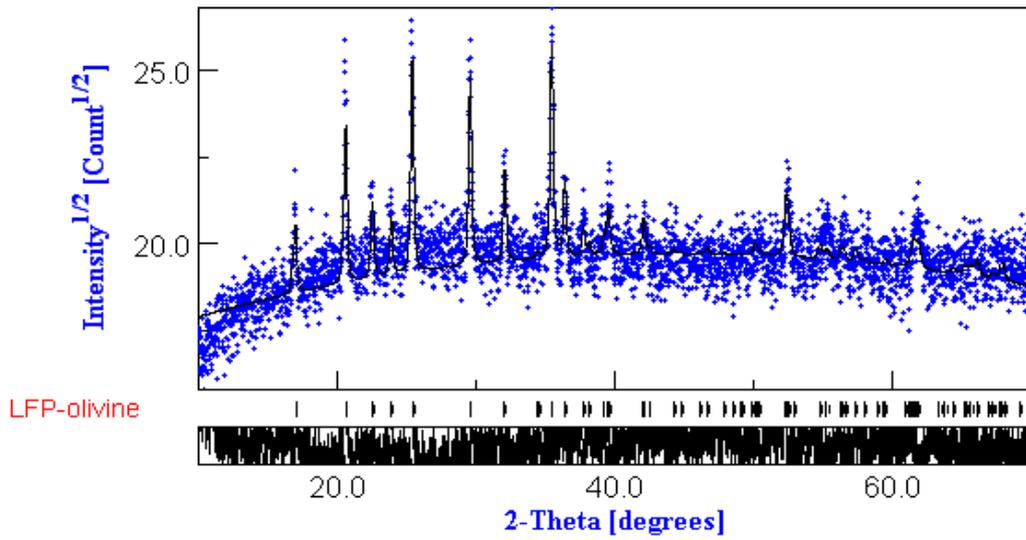
Contoh plot penghalusan dengan perangkat lunak *Rietica* sampel LFP M

2. Hasil Analisis menggunakan Perangkat Lunak *Maud*

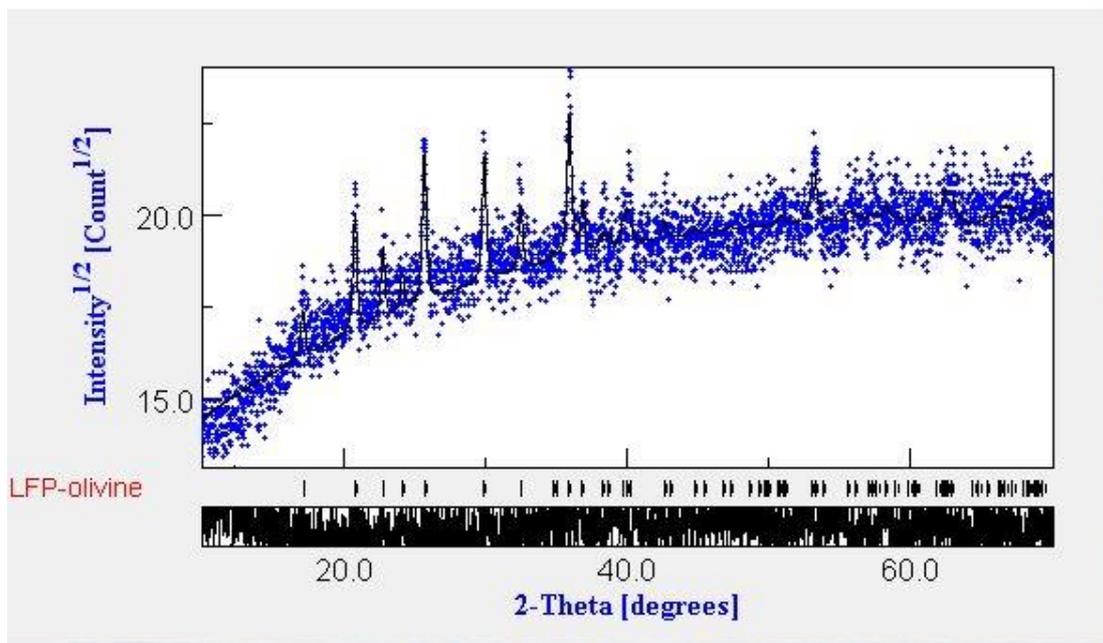


Contoh Hasil Analisis menggunakan Perangkat Lunak MAUD untuk sampel LFP 0

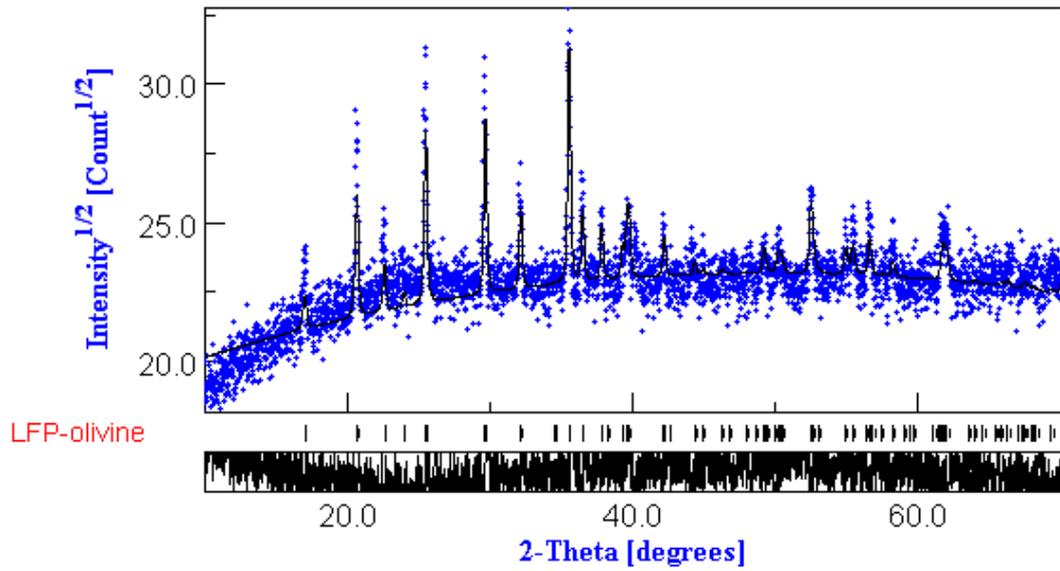
Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *MAUD* Sampel LFP 0.



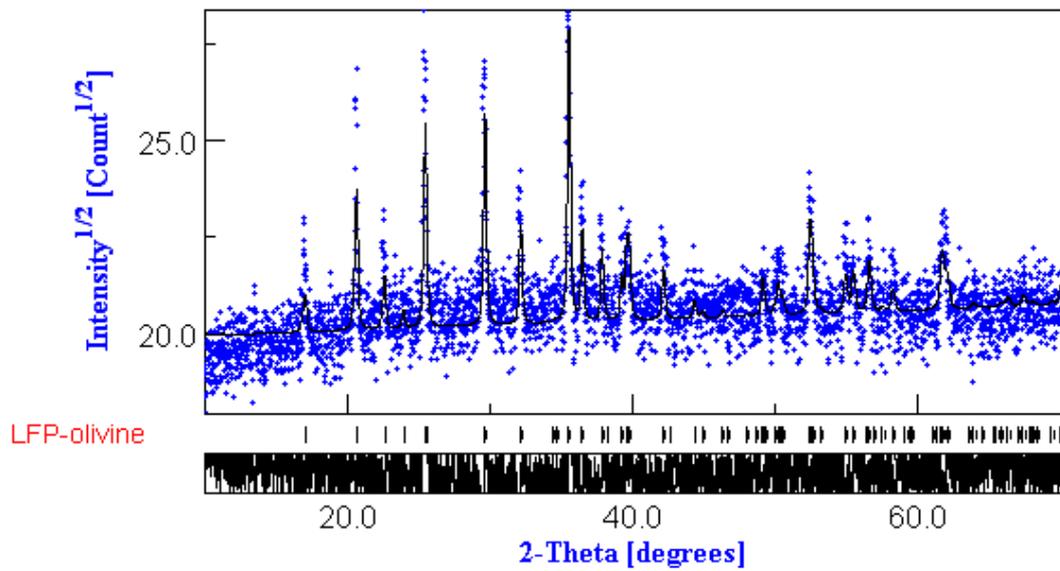
Contoh Hasil Analisis menggunakan Perangkat Lunak MAUD untuk sampel LFPM 5 jam



Contoh Hasil Analisis menggunakan Perangkat Lunak MAUD untuk sampel LFPM 15 jam

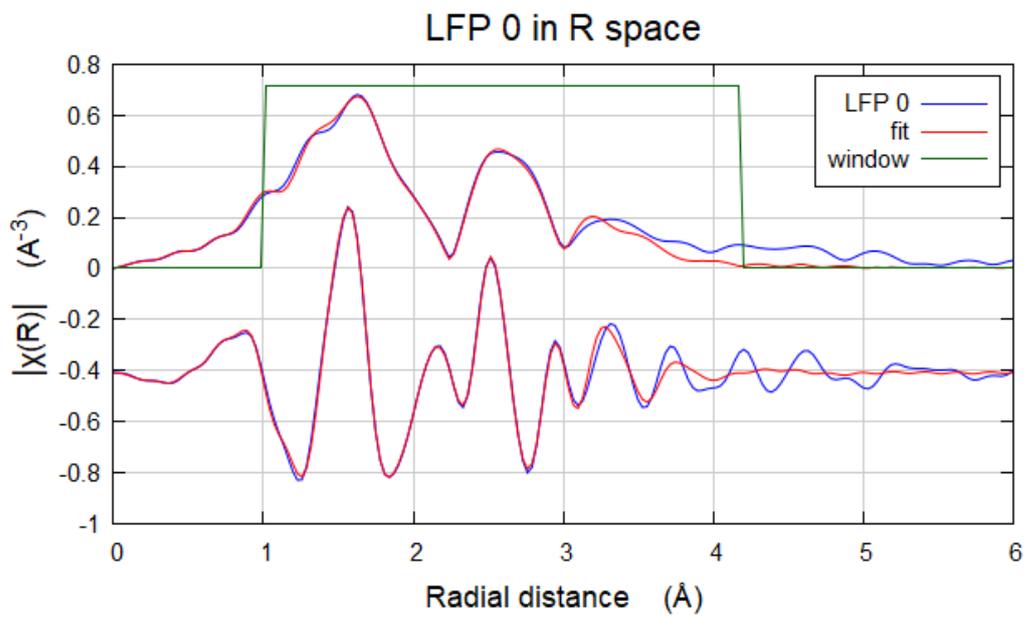


Contoh Hasil Analisis menggunakan Perangkat Lunak MAUD untuk sampel LFP K

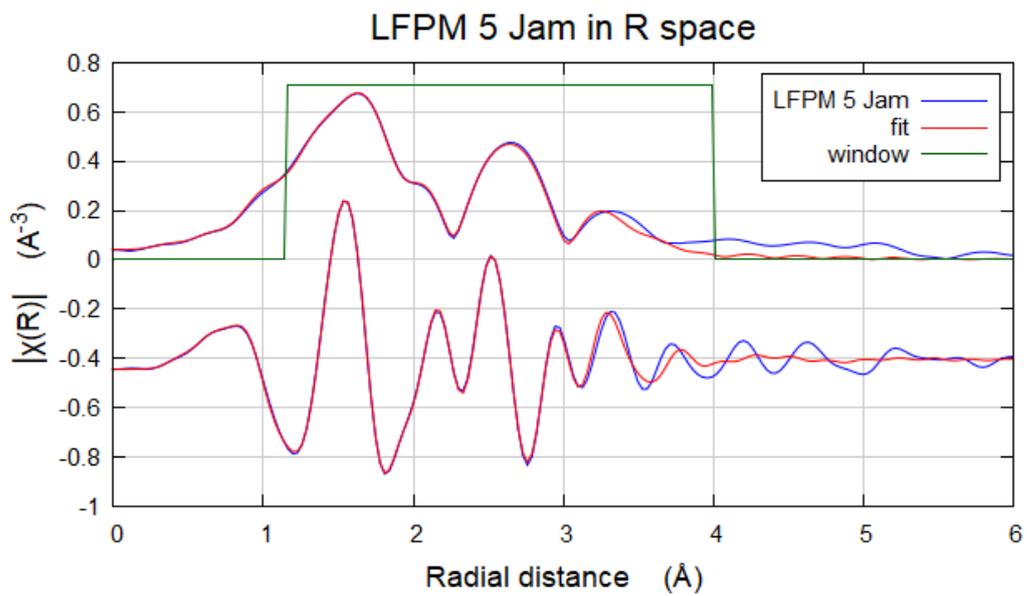


Contoh Hasil Analisis menggunakan Perangkat Lunak MAUD untuk sampel LFP M

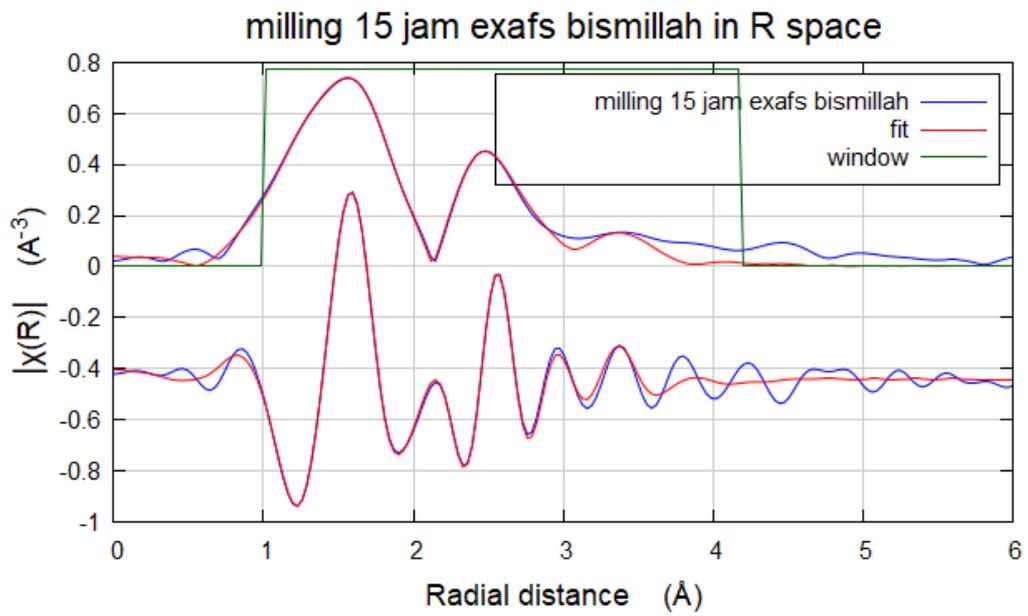
3. Hasil Analisis menggunakan Perangkat Lunak *Arthemis*



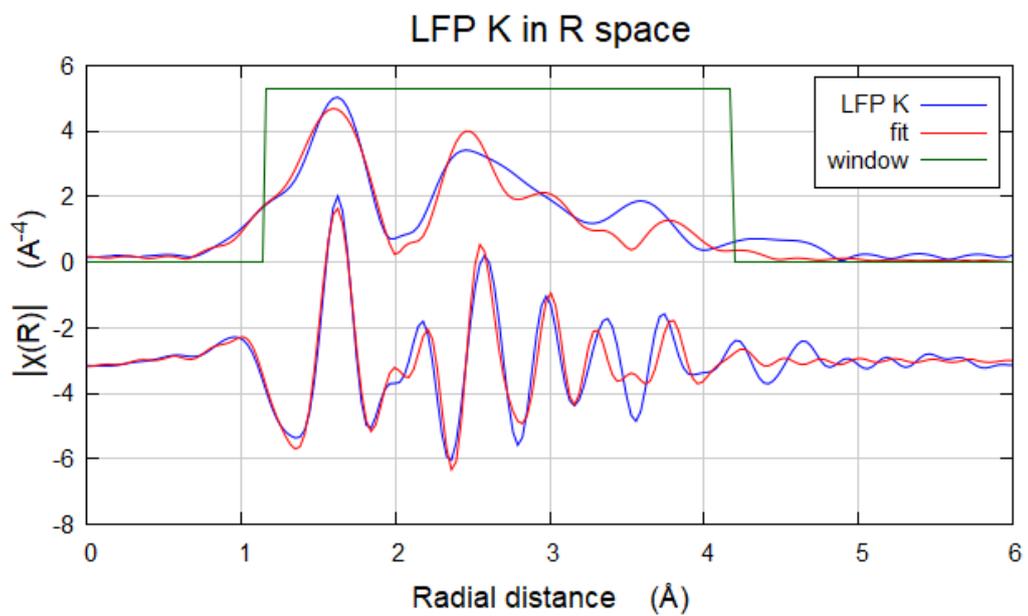
Contoh hasil *fitting* EXAFS Fe-Kedge dari sampel LFP 0



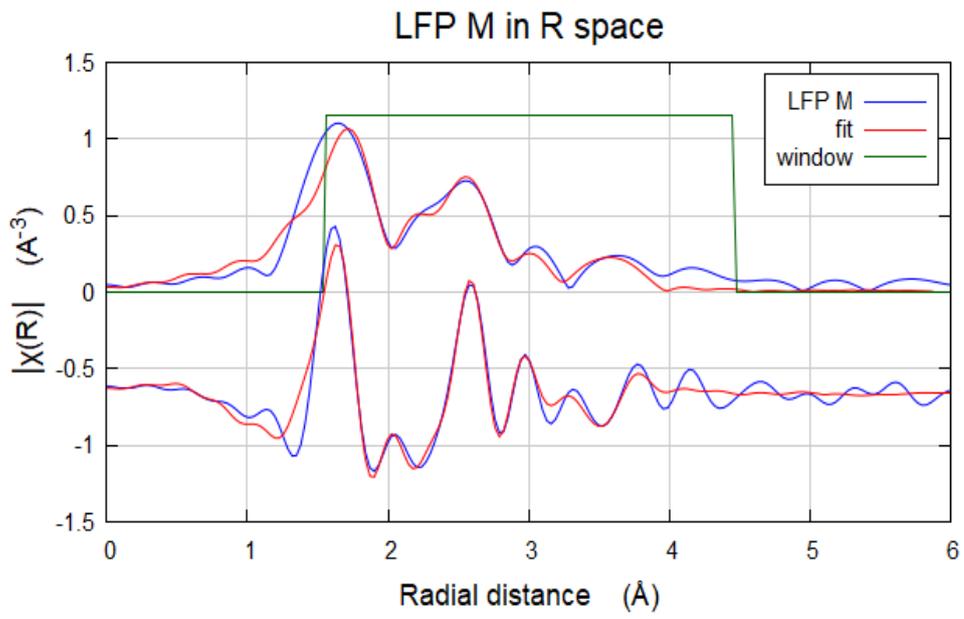
Contoh hasil *fitting* EXAFS Fe-Kedge dari sampel LFPM 5 jam



Contoh hasil *fitting* EXAFS Fe-Kedge dari sampel LFPM 15 jam



Contoh hasil *fitting* EXAFS Fe-Kedge dari sampel LFP K



Contoh hasil *fitting* EXAFS Fe-Kedge dari sampel LFP M

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama “Nihlatunnur” dengan panggilan Nihla. Penulis dilahirkan di Demak, 26 April 1995, merupakan anak terakhir dari empat bersaudara. Ayah penulis bernama Irsadi, Ibu penulis bernama Pujiatun. Suami penulis bernama Septyama Bondan D.S. dan memiliki putri bernama Sarah Ghumaisha. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Kartika Sari, SDN Sumberejo 1 Bonang, SMP Negeri 2 Demak, dan SMA Negeri 1 Demak dan memperoleh gelar sarjana di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Semasa kuliah S1, aktif organisasi dalam LDK JMMI ITS, Forum Perempuan BEM ITS, Himasika dan Fosif. Selain itu, penulis pernah menjadi asisten dosen mata kuliah fisika dasar I dan II.

Pada tahun 2018, penulis melanjutkan studi di program magister Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Selama menjalani perkuliahan S2, Penulis aktif berorganisasi dalam HIMMPAS (Himpunan Mahasiswa Muslim Pascasarjana) ITS, asisten dosen mata kuliah Fisika Dasar I serta sempat bekerja menjadi Pembina Asrama SMA IT Al-Uswah. Selain itu, Penulis juga berkesempatan melakukan penelitian terkait Tesis di LIPI, Serpong. Penulis berharap penelitian ini bermanfaat dan dapat dikembangkan lebih lanjut. Kritik dan saran dapat dikirim melalui email: [nihlanur@gmail.com](mailto:nihlanur@gmail.com)

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**