

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL Li_5FeO_4 , PVDF (POLYVINYLIDENE FLUORIDE) DAN KARBON AKTIF DENGAN AKTIVASI HCl SEBAGAI KATODA BATERAI Li-ION

Rr. Riesty Anindita Rachmadani Rahardjo

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Surabaya

Email : raniendietha@gmail.com

Z.A.Imam Supardi

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Surabaya

Email : zsupardi@gmail.com

Abstrak

Penelitian ini mensintesis dan mengkarakterisasi Li_5FeO_4 sebagai material penyusun katoda baterai Li-ion. Bahan yang digunakan adalah LiOH (*Lithium Hydroxide*), aquades, Fe_2O_3 , PVDF (*Polyvinylidene Fluoride*) dan karbon aktif dengan aktivasi HCl. Variasi lamanya waktu sintering sebagai variabel manipulasi dalam sintesis material Li_5FeO_4 . Studi mempelajari pengembangan material Li_5FeO_4 sebagai katoda baterai yang dianggap memiliki biaya rendah dan non toksisitas. Metode yang dilibatkan dalam penelitian ini adalah solid state pada suhu tinggi. Instrumen penelitian melibatkan alat uji *Xray Diffraction* (XRD) dan siklik voltametri. Hasil penelitian yang melibatkan metode solid state pada suhu tinggi, pada suhu 850°C selama 20 jam adalah sampel yang murni sesuai dengan grafik XRD. Hasil uji siklik voltametri material ini memiliki siklus *reversible* dengan sweep pertama sampel mengalami Epa pada $-0,55\text{V}$, Epc pada $-0,2\text{V}$ dan Ipa $1,25 \times 10^{-4} \text{ A}$, Ipc $0,3 \times 10^{-4} \text{ A}$. Sweep kelima sampel mengalami Epa pada $-0,55\text{V}$, Epc pada $-0,35\text{V}$ dan Ipa $1,25 \times 10^{-4} \text{ A}$, Ipc $0,2 \times 10^{-4} \text{ A}$. Sweep kesepuluh sampel mengalami Epa pada $-0,55\text{V}$, Epc pada $-0,4\text{V}$ dan Ipa $1,25 \times 10^{-4} \text{ A}$, Ipc $0,1 \times 10^{-4} \text{ A}$. Pada wilayah inilah letak elektroda kerjanya dan dimulai pada tegangan 1V elektroda dapat diisi kemudian akan maksimum pada 1,5V. Nilai kapasitansi pada sweep pertama sebesar 200 F/g, sweep kelima 80 F/g dan sweep kesepuluh 40 F/g. Potensi terbaik bila dilihat dari nilai kapasitansinya adalah siklus pertama. Setelah dilakukan 10 kali sweep sampel sudah tidak memiliki siklus *reversible* dan tidak memiliki kemampuan untuk proses oksidasi reduksi.

Kata kunci : katoda baterai, material Li_5FeO_4 dan metode solid state suhu tinggi.

Abstract

Study synthesis and characterization of cathode material Li_5FeO_4 for Li-ion batteries. Materials used are LiOH (Lithium Hydroxide), distilled water, Fe_2O_3 , PVDF (Polyvinylidene Fluoride) and activated carbon with HCl activation. In this research the variation of sintering as a variable length of time manipulation. The study is studying the development of cathode material Li_5FeO_4 as battery that are considered to have a low cost and non-toxicity. It was prepared by high-temperature solid state method. The obtained samples were featured by using Xray Diffraction (XRD) and cyclic voltammetry. The results showed that materials obtained by high-temperature solid state method, that temperature were 850°C for 20 hour is the pure sample of the XRD graphic. The results of the cyclic voltammetry test material has reversible cycle with the first sweep in the sample experienced Epa $-0,55\text{V}$, Epc on $-0,2\text{V}$ and Ipa $1,25 \times 10^{-4} \text{ A}$, Ipc $0,3 \times 10^{-4} \text{ A}$. Sweep fifth sample experienced Epa on $-0,55\text{V}$, Epc on $-0,35\text{V}$ and Ipa $1,25 \times 10^{-4} \text{ A}$, Ipc $0,2 \times 10^{-4} \text{ A}$. Sweep tenth sample experienced Epa on $-0,55\text{V}$, Epc on $-0,4\text{V}$ and Ipa $1,25 \times 10^{-4} \text{ A}$, Ipc $0,1 \times 10^{-4} \text{ A}$. in this region lies the working electrode and starts at 1V voltage electrodes can be filled later be maximum at 1,5V. Capacitance value in the first sweep of 200 F / g, the fifth sweep of 80 F / g and the sweep tenth of 40 F / g. The best potential when viewed from the value of capacitance is the first cycle. Having done 10 times sweep the sample had not had a reversible cycle and does not have the ability to oxidation-reduction process.

Key word : cathode batteries, material Li_5FeO_4 and high temperature solid state method.

PENDAHULUAN

Krisis energi merupakan salah satu isu permasalahan global yang terjadi dewasa ini. Keadaan tersebut mendorong munculnya pengembangan energi alternatif dan perangkat penyimpan energi yang terbarukan. Salah satu perangkat penyimpan energi yang menjadi fokus pengembangan adalah baterai. Baterai menjadi barang yang tidak bisa dilepaskan dalam kehidupan kita sehari-hari. *Handphone* (hp), kamera digital, laptop, bahkan robot dan belakangan ini mobil *hybrid*, kesemuanya memerlukan baterai sebagai sumber penggerak. Harapan baterai untuk menjadi salah satu sumber energi masa depan, sangat tinggi. Pengembangan baterai dan perhatian utama dari banyak jenisnya masih terfokus pada material berbasis anorganik seperti baterai lithium-ion (Li-ion).

Baterai Li-ion dapat dikembangkan dari besi oksida lithium yang dianggap memiliki biaya rendah dan non toksisitas, bahan seperti besi oksida lithium lebih diperhatikan sebagai katoda baterai lithium sekunder. Besi oksida lithium pada katoda baterai Li-ion telah membuat kemajuan besar pada preparasi karena menggunakan metode preparasi baru seperti reaksi solid state suhu tinggi.

Pada penelitian ini selain menggunakan besi oksida lithium sebagai bahan utama penyusun katoda baterai Li-ion, juga melibatkan dua bahan lain seperti PVDF (*Polyvinylidene Fluoride*) dan karbon aktif. Penelitian ini mereplikasi dari penelitian yang telah ada dengan beberapa perbandingan komposisi Li/Fe yaitu 5/1, 6/1 dan 7/1 (Liang *et al.*, 2013). Sesuai dengan jurnal yang direplikasi komposisi Li/Fe terbaik yaitu 6/1 kemudian sampel dicampur dan disintesis dengan metode solid state suhu tinggi. Sampel yang diperoleh adalah Li_5FeO_4 kemudian divariasikan terhadap lamanya proses sintering setelah itu diuji menggunakan *Xray Diffraction* (XRD). Li_5FeO_4 dengan hasil uji XRD terbaik sesuai dengan hasil yang didapatkan dibandingkan dengan jurnal yang direplikasi lalu disintesis dengan PVDF dan karbon aktif kemudian diuji menggunakan siklik voltametri.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan untuk pembuatan katoda baterai Li-ion ini adalah LiOH, Fe_2O_3 , PVDF (*Polyvinylidene Fluoride*) dan karbon aktif dengan aktivasi HCl. Untuk membuat sampel Li_5FeO_4 yang dilakukan kemudian adalah memperhitungkan berat masing-masing bahan LiOH/ Fe_2O_3 yaitu 6/1, kemudian melarutkan LiOH dalam bentuk serbuk ke dalam H_2O (aquades). Setelah proses pelarutan menjadi LiOH. H_2O , kemudian mencampurkan Fe_2O_3 ke dalam larutan LiOH. H_2O seperti persamaan (1).

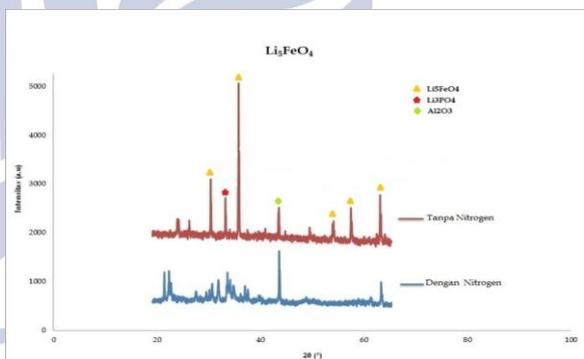


Material Li_5FeO_4 yang terbentuk disintesis menggunakan metode solid state suhu tinggi. Sampel disintering pada temperatur 850°C selama 15, 20 dan 25 jam, dalam proses pemanasan selama 15 jam awalnya melibatkan gas nitrogen kemudian karena sampel yang diinginkan berkarat pada krusibelnya gas nitrogen tidak lagi dilibatkan dalam proses pemanasan kemudian dilakukan uji XRD. Pembuatan katoda diawali dengan perhitungan persen berat (wt%) pada setiap bahan yang dibutuhkan seperti Li_5FeO_4 , *Polyvinylidene Fluoride* (PVDF) dan karbon aktif. Pembuatan katoda melibatkan 80 wt% Li_5FeO_4 , 10 wt% karbon aktif, dan 10 wt% PVDF kemudian ketiga bahan tersebut dicampur. Setelah proses pencampuran sampel yang terbentuk dikompaksi dengan ukuran sampel 30mm x 6 mm x 1 mm. Sampel yang telah dikompaksi kemudian dipanaskan kembali pada 170°C selama 5 jam, kemudian diuji menggunakan siklik voltametri.

HASIL PENELITIAN

A. Pola Difraksi Sinar-X Li_5FeO_4

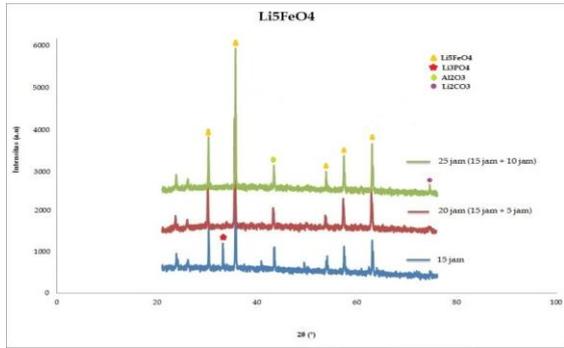
Karakterisasi XRD pada sampel yang disintering dengan dan tanpa nitrogen selama 15 jam. Hasil ini ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1 Grafik hasil uji XRD sampel dengan dan tanpa nitrogen selama 15 jam.

Gambar 1. Menunjukkan bahwa grafik sampel dengan nitrogen mengandung banyak pengotor terlihat dari banyaknya muncul puncak-puncak yang berbeda di sudut-sudut seperti sudut antara $30^\circ - 36^\circ$, pengotor tersebut didominasi oleh alumina (Al_2O_3) dan penyusunnya bahan dari krusibel yang digunakan. Bila dilihat pada grafik diatas, puncak dimana terbentuknya Li_5FeO_4 hanya terdapat di satu sudut saja yaitu 63° dimana prosesnya melibatkan gas nitrogen dalam pembentukannya kurang sempurna bahkan menjadi penghalang terbentuknya reaksi sehingga reaksi yang diinginkan terbentuk lewat proses tersebut belum seperti yang diinginkan. Hasil karakterisasi menggunakan XRD sampel 15 jam, 20 jam (15 jam

+ 5 jam), dan 25 jam (15 jam + 10 jam) ditunjukkan pada Gambar 2.

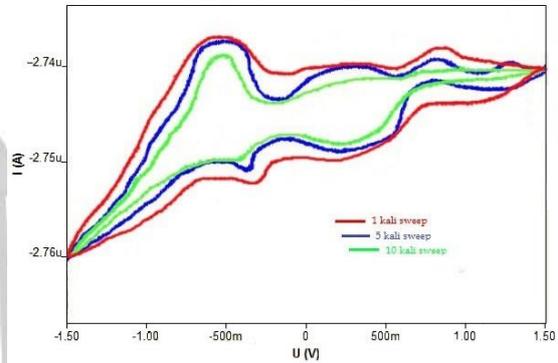


Gambar 2 Grafik hasil uji XRD sampel 15 jam, 20 jam (15 jam + 5 jam), dan 25 jam (15 jam + 10 jam).

Gambar 2. Menunjukkan bahwa tidak terlihatnya perbedaan yang signifikan, namun di beberapa sudut terlihat puncak-puncak yang berbeda. Ada satu puncak dimana terbacanya alumina (Al_2O_3) yaitu pada sudut 44° berlaku pada semua pemanasan yang terjadi yaitu pada 15 jam, 20 jam (15 jam + 5 jam) dan 25 jam (15 jam + 10 jam). Perbedaan yang lain terlihat pada sudut 33° , 41° dan 50° saat sampel mengalami proses pemanasan selama 15 jam terdapat kandungan unsur fosfor yang berikatan dengan lithium dan oksigen membentuk Li_3PO_4 . Seiring berjalannya waktu pemanasan berlangsung unsur fosfor tersebut hilang karena kemungkinan terikatnya fosfor dan tercampur dalam sampel karena terkontaminasi udara bebas yang pada dasarnya lithium mudah bereaksi dengan ambient udara dan CO_2 , seperti puncak pada sudut 75° terbentuk Li_2CO_3 dan menguat intensitasnya pada saat sampel diberi perlakuan panas lebih lama. Bila melihat puncak pada sudut 36° yaitu puncak dimana terbentuknya Li_5FeO_4 semakin lama sampel mengalami perlakuan panas intensitas pada puncak juga semakin tinggi yang menunjukkan identifikasi komposisi pada puncak semakin baik itu menunjukkan adanya reaksi yang terbentuk saat proses pemanasan terjadi, dengan pertimbangan sampel yang akan digunakan untuk pengujian lebih lanjut adalah sampel yang mengalami perlakuan panas selama 25 jam (15 jam + 10 jam) namun adanya penguatan intensitas Li_2CO_3 pada sudut 75° membuat sampel ini diputuskan tidak diuji untuk lebih lanjut selain itu menganut pada jurnal yang direplikasi sampel yang akan digunakan dan diuji lebih lanjut adalah sampel 20 jam (15 jam + 5 jam) karena selain melihat intensitas kandungan Li_2CO_3 yang masih sedikit dan tidak adanya pengotor pada sudut 33° , 41° , 50° seperti pada sampel yang mengalami pemanasan 15 jam.

B. Analisis Siklik Voltametri

Analisis hasil uji siklik voltametri sampel yang mengalami tersebut ditunjukkan pada Gambar 3.

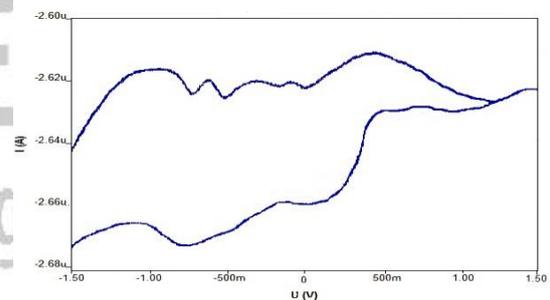


Gambar 3. Grafik hasil uji siklik voltametri. Arus masukan dari $100 \mu\text{A} - 100 \text{nA}$. Arus diukur selama *scanning* (penyapuan) potensial dari potensial awal $-1,5\text{V}$ ke potensial akhir $+1,5\text{V}$ dengan sweep rate 1V/s , dilakukan sweep sebanyak 1 kali, 5 kali, dan 10 kali.

Dari gambar grafik diatas dapat dilihat bahwa siklus yang terjadi pada sampel adalah siklus *reversible* yaitu dapat kembali. Dapat dilihat juga dari grafik bahwa adanya peak atau puncak oksidasi dan reduksi. Untuk reaksi yang berlangsung secara *reversible*, sistem reduksi oksidasi tetap berada dalam kesetimbangan selama sweep potensial terus berlangsung. Posisi potensial tidak dipengaruhi oleh laju pemindaian potensial atau sweep rate sebesar 1V/s .

Berdasarkan gambar voltamogram dapat dilihat nilainya seperti pada Tabel 1.

Banyaknya sweep	E_{pa} (V)	E_{pc} (V)	I_{pa} (A)	I_{pc} (A)
1	-0,55	-0,2	$1,25 \times 10^{-4}$	$0,3 \times 10^{-4}$
5	-0,55	-0,35	$1,25 \times 10^{-4}$	$0,2 \times 10^{-4}$
10	-0,55	-0,4	$1,25 \times 10^{-4}$	$0,1 \times 10^{-4}$



Gambar 4. Grafik voltamogram setelah 10 kali sweep.

Grafik tersebut menunjukkan bahwa setelah 10 kali sweep sampel tidak lagi mengalami siklus *reversible*. Hal ini berarti sampel tidak lagi memiliki kemampuan untuk proses oksidasi reduksi.

KESIMPULAN

Pada saat diuji menggunakan alat uji XRD didapatkan grafik bahwa sampel yang sebelumnya disintering pada 15 jam, 20 jam (15 jam + 5 jam) dan 25 jam (15 jam + 10 jam) telah terbentuk dengan metode solid state pada suhu tinggi. Ketiga sampel tersebut kemudian diuji menggunakan XRD, dari data tersebut dapat dilihat bahwa sampel yang mengalami pemanasan 15 jam banyak mengandung *impurity* (pengotor) terlihat *peak* pada sudut $33^\circ, 41^\circ$ dan 50° didominasi Li_3PO_4 , pemanasan 25 jam (15 jam + 10 jam) terlihat sedikit pengotor Li_2CO_3 pada *peak* di sudut 75° dan sampel dengan pemanasan 20 jam (15 jam + 5 jam), bila tahap pemanasan ini dilakukan lebih lama kemungkinan timbulnya Li_2CO_3 pada sampel semakin besar.

Dari hasil uji tersebut didapatkan bahwa sampel dengan material ini mempunyai sifat *reversible* dengan hasil uji sweep pertama sampel mengalami Epa pada $-0,55\text{V}$, Epc pada $-0,2\text{V}$ dan Ipa $1,25 \times 10^{-4} \text{ A}$, Ipc $0,3 \times 10^{-4} \text{ A}$. Sweep kelima sampel mengalami Epa pada $-0,55\text{V}$, Epc pada $-0,35\text{V}$ dan Ipa $1,25 \times 10^{-4} \text{ A}$, Ipc $0,2 \times 10^{-4} \text{ A}$. Sweep kesepuluh sampel mengalami Epa pada $-0,55\text{V}$, Epc pada $-0,4\text{V}$ dan Ipa $1,25 \times 10^{-4} \text{ A}$, Ipc $0,1 \times 10^{-4} \text{ A}$. Pada wilayah inilah letak elektroda kerjanya dan dimulai pada tegangan 1V elektroda dapat diisi kemudian akan maksimum pada 1,5V. Sweep yang dilakukan sebanyak 1 kali, 5 kali dan 10 kali dapat disimpulkan bahwa semakin banyak sweep dilakukan kapasitansi yang dimiliki sampel akan semakin kecil. Nilai kapasitansi awal pada sweep 1 kali adalah 200 F/g, 5 kali sweep adalah 80 F/g dan setelah 10 kali sweep 40 F/g. Potensi terbaik bila dilihat dari nilai kapasitansinya adalah siklus pertama. Setelah dilakukan 10 kali sweep sampel sudah tidak memiliki siklus *reversible* dan tidak memiliki kemampuan untuk proses oksidasi reduksi.

DAFTAR PUSTAKA

- Ismunandar, 2006. *Padatan oksida logam : struktur, sintesis, dan sifat-sifatnya*. ITB, Bandung.
- Lei Liang, Jing Luo, Min Chen, Li Wang, Jianjun Li, Xiangming He. 2013. Synthesis and Characterization of Novel Cathode Material Li_5FeO_4 for Li-ion Batteries. *Int. J. Electrochem. Sci.*, 8, 6393 – 6398.
- Mahrunnisa Istiqomah, Haris Budi, Endang Widyatuti. 2008. Metode Voltametri untuk Mengetahui Volume Uranium Terlindih. *Jurnal Batan*.