

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL Li_5FeO_4 DENGAN POLYVINYDENE FLUORIDE DAN KARBON BATERAI AA SEBAGAI KATODA BATERAI LI-ION

Muhammad Fatih

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Surabaya
Email : fat_muhammad@ymail.com

Dr. Z.A. Imam Spardi, M.Si.

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Surabaya
Email : zsupardi@gmail.com

Abstrak

Besi oksida lithium dianggap memiliki biaya rendah dan non-toksitas, bahan ini lebih diperhatikan sebagai katoda baterai lithium sekunder. Salah satu besi oksida lithium seperti LiFeO_2 telah membuat kemajuan besar pada preparasi struktur dan modifikasi karena menggunakan metode preparasi baru seperti metode solid state suhu tinggi. Besi oksida lithium yang lain seperti Li_5FeO_4 merupakan penelitian yang masih terbatas hanya ada beberapa makalah yang melaporkannya Li_5FeO_4 akhir-akhir ini dapat diterapkan pada baterai lithium karena biayanya rendah dan ramah lingkungan. Untuk membuat sampel Li_5FeO_4 , Langkah pertama yang dilakukan adalah memperhitungkan mol pencampuran menggunakan stoikiometri dengan tujuan mendapatkan sampel Li_5FeO_4 dengan komposisi pencampuran yang tepat. Pembuatan katoda melibatkan 80 wt% Li_5FeO_4 , 10 wt% karbon, dan 10 wt% PVDF. Li_5FeO_4 dan katoda dikarakterisasi menggunakan XRD dan siklik voltametri. Pada proses sintering selama 15 jam, 20 jam (15 jam + 5 jam), dan 25 jam (15 jam + 5 jam + 5 jam) hasil uji XRD sudah terbentuk Li_5FeO_4 . Hasil uji siklik voltametri tersebut juga dapat dilihat pengaruh dilakukannya sweep sebanyak 1 kali, 3 kali, dan 5 kali. Banyak sweep itu berpengaruh pada luasan yang berada di dalam grafik, semakin banyak sweep semakin kecil pula luasan di dalam grafik.

Kata kunci : Li_5FeO_4 , XRD, siklik voltametri

Abstract

Iron of lithium oxide considered low cost and non-toxicity, they often use as cathode of secondary lithium battery. One of iron of lithium oxide is LiFeO_2 has been made big progress on structure preparation and modification because use new preparation method like solid state high temperature method. Research about the other iron of lithium oxide like Li_5FeO_4 still limited. There are some papers reports that Li_5FeO_4 can apply in lithium battery because the cost is low and friendly for environment. For making Li_5FeO_4 sample, first we have to calculate mole of mixture using stoichiometry to get the right composition of Li_5FeO_4 sample. Production of cathode involves 80 wt% Li_5FeO_4 , 10 wt% carbon, and 10 wt% PVDF. Li_5FeO_4 and cathode are characterized using XRD and voltammetry cyclic. In 15 hours sintering process, 20 hours (15 hours + 5 hours), and 25 hours (15 hours + 5 hours + 5 hours) result of XRD test has formed Li_5FeO_4 . The result of voltammetry cyclic test can be observed the influence of sweep in one time, three times, and five times. The number of sweep influences to the area of graphic, the greater number of sweeps the smaller area of graphic.

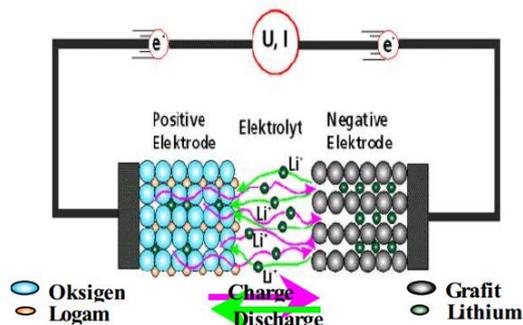
Keywords : Li_5FeO_4 , XRD, voltammetry cyclic

PENDAHULUAN

Besi oksida lithium dianggap memiliki biaya rendah dan non-toksitas, bahan ini lebih diperhatikan sebagai katoda baterai lithium sekunder. Salah satu besi oksida lithium seperti LiFeO_2 telah membuat kemajuan besar pada preparasi struktur dan modifikasi karena

menggunakan metode preparasi baru seperti metode solid state suhu tinggi. Besi oksida lithium yang lain seperti Li_5FeO_4 merupakan penelitian yang masih terbatas hanya ada beberapa makalah yang melaporkannya Li_5FeO_4 akhir-akhir ini dapat diterapkan pada baterai lithium karena biayanya rendah dan ramah lingkungan (Liang et all, 2013 Baterai adalah salah satu alat untuk

menghasilkan listrik dari reaksi kimia (reaksi redoks). Sebuah baterai terdiri dari sebuah cell atau lebih yang dihubungkan seri atau paralel. Cell terdiri atas anoda, elektrolit, separator berpori, ion konduktor, dan katoda.



Gambar 2.1 Konsep kerja baterai (Prihandok dkk, 2010)

Untuk cara kerja baterai lithium-Ion anoda dan katoda baterai lithium terbuat dari karbon dan oksida lithium. Sedangkan elektrolit terbuat dari garam lithium yang dilarutkan dalam pelarut organik. Bahan pembuat anoda sebagian besar merupakan grafit sedangkan katoda adalah salah satu dari bahan berikut: lithium cobalt oksida (LiCoO_2), lithium besi fosfat (LiFePO_4), lithium mangan oksida (LiMn_2O_4), dan lithium besi oksida (Li_5FeO_4). Ketika sebuah cell dihubungkan untuk menghasilkan listrik, elektroda negatif menyuplai elektron (arus) yang mengalir melalui beban dan diterima oleh katoda (Strak, 2011). Serbuk lithium besi oksida (Li_5FeO_4) ini didapat dari sintesis LiOH , H_2O , dan Fe_2O_3 menggunakan metode solid state suhu tinggi. Bahan-bahan ini mudah didapat, bisa disintesis dari bahan alam, ramah lingkungan, dan lebih ekonomis dan efisien.

PVDF adalah salah satu bahan polimer yang banyak dimanfaatkan sebagai bahan piezoelektrik terutama sebagai transduser akustik, sensor tekanan, peralatan-peralatan telekomunikasi, dan baterai. PVDF juga polimer sangat murni dan bebas dari bahan additives atau ion-ion tak murni yang dapat mempengaruhi reaksi elektrokimia yang tidak dikehendaki. Bahan ini disamping mempunyai sifat piezoelektrisitas yang relatif tinggi juga tahan terhadap shock mekanik serta ketahanannya terhadap bahan kimia pada temperatur tinggi. Pada umumnya karbon baterai dibuat melalui proses aktivasi dengan menambahkan bahan-bahan kimia. Jenis bahan kimia yang dapat digunakan sebagai aktivator adalah hidrosida logam alkali garam-garam karbonat, klorida, sulfat, fosfat dari logam alkali tanah seperti ZnCl_2 , NaOH , H_3PO_4 dan uap air pada suhu tinggi. Unsur-unsur mineral dari persenyawaan kimia yang ditambahkan tersebut akan meresap kedalam arang dan

membuka permukaan yang semula tertutup oleh komponen kimia sehingga volume dan diameter pori bertambah besar. Pemilihan jenis aktivator akan berpengaruh terhadap kualitas karbon aktif. Beberapa jenis senyawa kimia yang sering digunakan dalam industri pembuatan karbon aktif adalah ZnCl_2 , KOH , dan H_2SO_4 . Masing-masing jenis aktivator akan memberikan efek/pengaruh yang berbeda-beda terhadap luas permukaan maupun volume pori-pori karbon aktif yang dihasilkan.

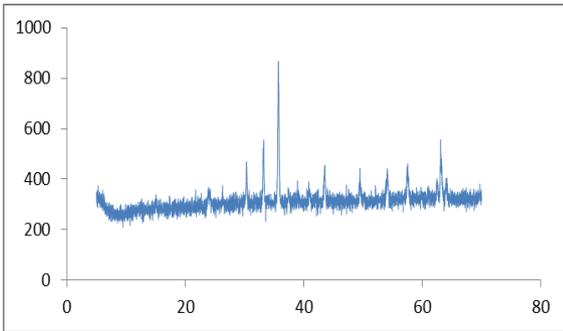
METODE PENELITIAN

Untuk membuat sampel Li_5FeO_4 , Langkah pertama yang dilakukan adalah memperhitungkan mol pencampuran menggunakan stoikiometri dengan tujuan mendapatkan sampel Li_5FeO_4 dengan komposisi pencampuran yang tepat. Setelah ditemukan perhitungan yang tepat kemudian melarutkan LiOH serbuk ke dalam H_2O (aquades). Setelah proses pelarutan menjadi $10\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$, kemudian mencampurkan Fe_2O_3 ke dalam larutan $10\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ lalu distirer selama 5 menit sampai homogen. Sesuai dengan perhitungan yang telah dilakukan sebelumnya diperoleh komposisi Li/Fe yaitu 5/1, 6/1 dan 7/1. Material Li_5FeO_4 yang terbentuk disintesis menggunakan metode solid state suhu tinggi. Sampel disintering dalam wadah tertutup pada 850°C selama 15 jam, ditambah 5 jam (20jam), dan ditambah 5 jam (20jam). Pembuatan katoda diawali dengan perhitungan persen berat (wt%) pada setiap bahan yang dibutuhkan seperti Li_5FeO_4 , karbon baterai AA dan Poly(vinylidene fluoride) PVDF. Li_5FeO_4 diperoleh dari sintesis $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ dengan Fe_2O_3 , karbon diperoleh dari karbon baterai AA, dan PVDF diperoleh dari SIGMA ALDRICH. Pembuatan katoda melibatkan 80 wt% Li_5FeO_4 , 10 wt% karbon, dan 10 wt% PVDF. Ketiga bahan tersebut dicampur dan digerus lalu disintering dengan suhu 170°C . Setelah itu di masukkan kedalam sedotan dihubungkan kabel kemudian dilakukan uji siklik voltametri.

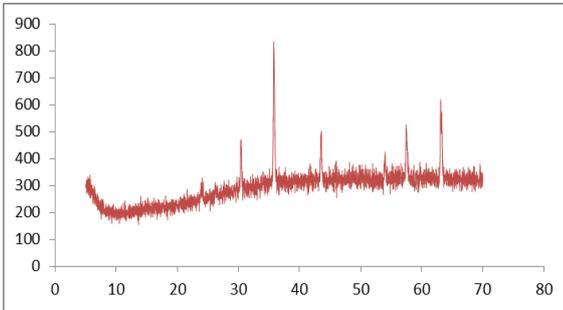
HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Analisis Karakterisasi XRD

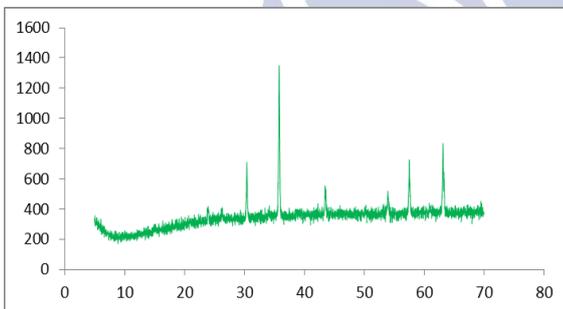
Sampel yang setelah mengalami proses sintering dalam waktu 15 jam, 20 jam (15 jam + 5 jam), dan 25 jam (15 jam + 5 jam + 5 jam) akan diuji karakterisasi XRD untuk mengetahui bahan yang terbentuk selama proses tersebut. Grafik hasil uji karakterisasi XRD dapat dilihat pada Gambar 4.7; Gambar 4.8; Gambar 4.9; dan Gambar 4.10.



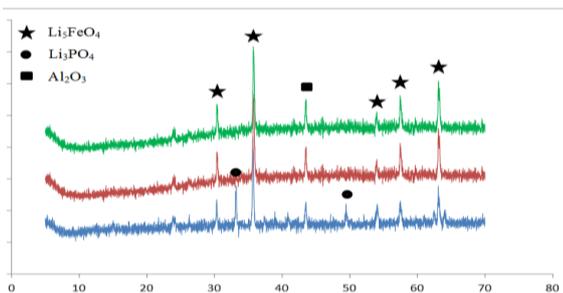
Gambar 4.7. Grafik hasil uji XRD sampel 15 jam.



Gambar 4.8. Grafik hasil uji XRD sampel 20 jam (15 jam + 5 jam)



Gambar 4.9. Grafik hasil uji XRD sampel 25 jam (15 jam + 5 jam + 5 jam)

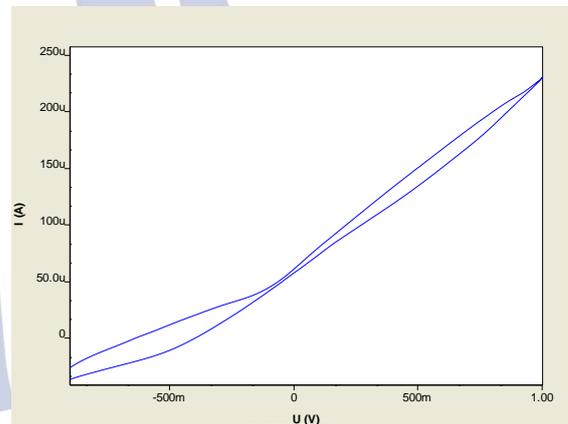


Gambar 4.10. Grafik hasil uji XRD sampel 15 jam, 20 jam (15 jam + 5 jam), dan 25 jam (15 jam + 5 jam + 5 jam)

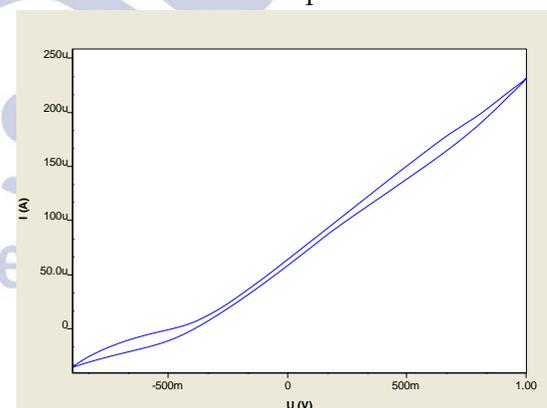
Bisa dilihat pada grafik diatas bahwa pada proses sintering selama 15 jam, 20 jam (15 jam + 5 jam), dan 25 jam (15 jam + 5 jam + 5 jam). Pada grafik diatas sudah terbentuk Li_3FeO_4 pada sudut 30° , 35° , 54° , 57° , dan 63° . Pada grafik hasil uji XRD sampel 15 jam ada bahan pengotoryang dapat dilihat pada sudut 33° dan 49° terdapat Li_3PO_4 . Adanya unsur tersebut terjadi karena

berikatannya lithium dan oksigen dengan fosfor. Dan pada hasil uji XRD sampel 20 jam (15 jam + 5 jam) dan 25 jam (15 jam + 5 jam + 5jam) seiring bertambah lamanya pemanasan sudah tidak terdapat Li_3PO_4 ini kemungkinan terkontaminasi dengan udara bebas pada proses pemanasan selanjutnya. Pada grafik semua sudut 43° terdapat Al_2O_3 (alumina) ini dimungkinkan tergerusnya alu, motar serta krusibel yang digunakan selama proses sintesis bahan. Hasil uji XRD pada sampel 20 jam (15 jam + 5 jam) dan 25 jam (15 jam + 5 jam + 5 jam) identik sama itu dimungkinkan pada sampel tidak ada pengaruh pemanasan selama 5 jam selanjutnya. Berbeda pada penelitian sebelumnya yang ada perbedaan pada hasil sintering pada 20 jam (15 jam+ 5 jam) dan 25 jam (15 jam + 10 jam) yang ada pengaruh pada sampel untuk pemanasan selanjutnya

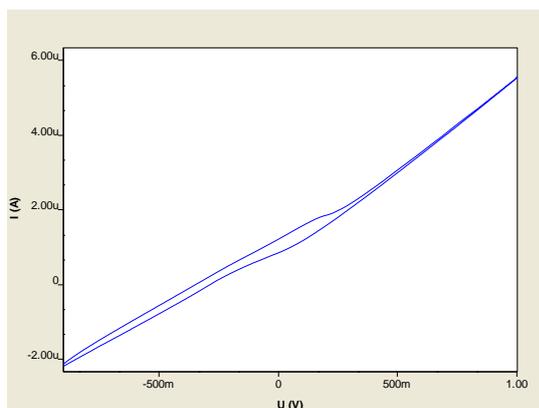
B. Analisis Karakterisasi Voltametrisiklik



Gambar 4.13. Grafik hasil uji siklik voltametri 1 kali sweep



Gambar 4.14. Grafik hasil uji siklik voltametri 3 kali sweep



Gambar 4.15 Grafik hasil uji voltametri 5 kali sweep Untuk mendapatkan arus katodik maka dilakukan sweep sebanyak 1 kali, 3 kali, dan 5 kali untuk pengaruh sweep terhadap sampel.

Berdasarkan voltamogram di atas dapat dilihat nilai E_p adalah potensial saat terbentuknya *peak anodic*, E_{pc} adalah potensial saat terbentuknya *peak cathodic*, I_{pa} adalah arus pada saat terbentuknya *peak anodic*, dan I_{pc} adalah arus pada saat terbentuknya *peak cathodic*.

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Pada hasil dari mensintesis kedua bahan yaitu LiOH dan Fe_2O_3 menjadi Li_5FeO_4 bisa dilihat pada Gambar 4.10 diatas bahwa pada proses sintering selama 15 jam, 20 jam (15 jam + 5 jam), dan 25 jam (15 jam + 5 jam).
2. Pada semua grafik voltamogram pada **Gambar 4.13; Gambar 4.14; dan 4.15** menunjukkan bahwa sampel tersebut *reversible* itu karena kembalinya grafik serta terbentuknya puncak *anodic* dan *cathodic*

Saran

Saran disusun berdasarkan temuan penelitian yang telah dibahas. Saran dapat mengacu pada tindakan praktis, pengembangan teori baru, dan/atau penelitian lanjutan.

DAFTAR PUSTAKA

- Jie Fu. 1997. *Superionic Conductivity of Glass-Ceramic in The System $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{TiO}_2-\text{P}_2\text{O}_5$ Solid State Ionics*, 195-200
- Liang et, Lou jing, Chen min, Wang li, Li jianjun, He xiangming. 2013. *Synthesis and Characterization of Novel Cathode Material Li_5FeO_4 for Li-ion Batteries*. *International Journal of Electromical Science*
- Prihandoko. 2010. Pembuatan Nano Material sebagai Bahan Komponen Baterai Lithium. Pusat Penelitian Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. Tangerang
- Stark, Michaelandreas. 2011. *Synthesis of Nanosides, Electrochemically Active Lithium Transition Metal Phosphates*. Disertasi Doktor. ULM University
- Ismunandar, 2006. Padatan Oksida Logam : Struktur, Sintesis, dan Sifat-sifatnya. ITB. Bandung
- Rohman, Maulidavir. 2012. Studi Karakteristik Kelistrikan Komposit *Carbon Nanotube-Polyvinylidene Fluoride (CNT-PVDF)*. Universitas Diponegoro. Semarang
- K, Jamaluddin. 2010. Makalah Fisika Material X-RD (*X-Ray Diffraction*). Universitas Haluoleo. Kendari
- Riesty, RR. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Material Li_5FeO_4 , Polyvinylidene Fluoride, Karbon Aktif dengan Aktivasi HCl sebagai Katoda Baterai Li-Ion.