

**PEMANFAATAN SODA LIME SILICA
DALAM PEMBUATAN KOMPOSIT ELEKTROLIT
BATERAI LITHIUM**

DISERTASI

oleh
BAMBANG PRIHANDOKO
84 05 00 00 1Y



**DISERTASI INI DIAJUKAN UNTUK MELENGKAPI
PERSYARATAN PROGRAM DOKTOR BIDANG ILMU TEKNIK**

**PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL
PROGRAM PASCA SARJANA BIDANG ILMU TEKNIK
UNIVERSITAS INDONESIA
GENAP 2007/2008**

ii

PERNYATAAN KEASLIAN DISERTASI

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa disertasi dengan judul :

“PEMANFAATAN SODA LIME SILICA DALAM PEMBUATAN KOMPOSIT ELEKTROLIT BATERAI LITHIUM”

yang dibuat untuk melengkapi sebagian persyaratan program Doktor Bidang Ilmu Teknik Pascasarjana Universitas Indonesia guna memperoleh gelar Doktor, sejauh yang saya ketahui bukan merupakan tiruan atau duplikasi dari disertasi yang sudah dipublikasikan dan atau pernah dipakai untuk mendapatkan gelar kesarjanaan di lingkungan Universitas Indonesia maupun di Perguruan Tinggi atau Instansi manapun, kecuali bagian yang sumber informasinya dicantumkan sebagaimana mestinya.

Depok, Agustus 2008

Bambang Prihandoko

84 05 00 00 1Y

PENGESAHAN

Disertasi dengan judul :

“PEMANFAATAN SODA LIME SILICA DALAM PEMBUATAN KOMPOSIT ELEKTROLIT BATERAI LITHIUM”

disusun untuk melengkapi sebagian persyaratan program Doktor Bidang Ilmu Teknik
Pascasarjana Universitas Indonesia guna memperoleh gelar **Doktor**.

Disertasi ini telah disetujui dan telah diajukan dalam Sidang Promosi

Depok, 28 Agustus 2008

Menyetujui,
Promotor



(Prof. Dr. Ir. Eddy S. Siradj, MEng)

NIP. 131 286 214

Kopromotor



(Prof. Dr. Ir. Anne Zulfia, M.Sc.)

NIP. 131 644 678

Kopromotor



(Dr. Ing. Priyo Sardjono)

NIP. 320 002 584

UCAPAN TERIMA KASIH

Alhamdulillah, Puji syukur dipanjatkan oleh penulis kepada Allah SWT atas Rahmat-Nya dan Kemudahan yang telah diterima penulis dalam menyelesaikan penelitian dan seluruh aktivitas di Program Pasca Sarjana Bidang Ilmu Teknik Program Studi Teknik Metalurgi dan Material guna memperoleh gelar Doktor di Bidang Ilmu Teknik. Serta salam dan Shalawat dihaturkan kepada Junjungan Nabi Muhammad SAW atas segala tauladan dalam mendapatkan rahmat dan kemudahan dari Allah SWT.

Penulis ingin menyampaikan pada kesempatan ini terima kasih yang sebesar – besarnya kepada semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan seluruh penyelesaian penelitian dan aktivitas perkuliahan ini, yaitu :

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Eddy S Siradj, M.Eng. sebagai promotor dalam membimbing penelitian doktor,
2. Ibu Dr. Ir. Anne Zulfia, M.Sc. sebagai co promotor yang telah membimbing dalam penelitian dan penulisan disertasi,
3. Bapak Dr. Ing. Priyo Sardjono sebagai co promotor dan sekaligus sebagai Kepala Pusat Penelitian Fisika – LIPI yang telah membimbing dalam penelitian dan memberikan kesempatan mendapatkan dana penelitian dari program DIP,
4. Bapak Dr. Ir. Dedi Priadi, DEA selaku Ketua Departemen Teknik Metalurgi dan Material,
5. Bapak Prof. Lilik Hendrajaya, mantan Deputy I Meneg Ristek RI, yang telah memberikan kesempatan,
6. Bapak – bapak dan ibu – ibu di Program Pascasarjana, Meneg Ristek RI atas usahanya dalam memberikan kesempatan mendapatkan beasiswa ini,
7. Seluruh Staf Pengajar Departemen Teknik Metalurgi dan Material FT UI yang telah ikut serta memberikan masukan dan dukungan,
8. Seluruh Karyawan Departemen Teknik Metalurgi dan Material FT UI yang telah membantu,

9. Bapak Dr. Surani Buniran dan Dr. Muhammad Ali beserta teman – teman di grup fuel cell dan baterai lithium, AMREC SIRIM Malaysia atas bantuannya,
10. Seluruh TIM Baterai Lithium di Pusat Penelitian Fisika – LIPI, terutama pak Udin Haerudin, yang telah membantu,
11. Seluruh Staf Peneliti dan Karyawan Pusat Penelitian Fisika – LIPI atas dukungannya,
12. Ibunda Fatimah dan Istriku tercinta Wiwik Prisetiatina dan anak – anakku, Farisah, Dzulqornain, Rijal, Faris, Fatimah, Fitri dan Faaza yang telah memberi dukungan dan mendoakan demi kemudahan,
13. Rekan – rekan seangkatan tahun 2005 atas kerjasamanya.

Besar harapan penulis agar karya dan hasil penelitian ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu material, terutama komposit, dan penguasaan proses produksi baterai lithium di Indonesia.

Depok, Agustus 2008

Pemlis

Bambang Prihandoko
NPM 840500001Y
Program Studi Bidang Ilmu Teknik

Promotor
Prof. Dr. Ir. Eddy S. Siradj, M.Eng.
Kopromotor
Prof. Dr. Ir. Anne Zulfia, M.Sc.
Dr. Ing. Priyo Sardjono

**PEMANFAATAN SODA LIME SILICA
DALAM PEMBUATAN KOMPOSIT ELEKTROLIT
BATERAI LITHIUM**

ABSTRAK

Komposit elektrolit dibuat dalam bentuk plat sebagai komponen sel baterai lithium. Komposit elektrolit ini bermatrik *soda lime silica* atau *windows glasses* dan menggunakan *filler* LTAP (Lithium Titanium Aluminum Phosphate). Tetapi tahap pertama dilakukan pembuatan gelas konduktif dengan mencampurkan *soda lime silica* dan Li_2O dalam variasi penambahan. Kemudian komposit dibuat dengan bervariasi *filler* LTAP dari 0%wt sampai 80%wt.

Pembuatan plat komposit dilakukan dengan metoda sheet cating atau press yang menggunakan hydraulic press. Sampel dibuat pada ukuran 2cmx2cm dengan tebal hamper 1 mm. Sampel selanjutnya dipanaskan pada suhu di atas T_g *soda lime silica*, yaitu 600°C selama 1 jam, sehingga matrik melembek dan berfungsi sebagai perekat. Plat komposit kemudian didinginkan cepat (*quenching*) dengan nitrogen cair pada suhu -100°C . Sampel dikarakterisasi dengan XRD, SEM-EDX, konduktivitas, mikro hardness, porositas dan densitas.

Komposisi matrik terbaik adalah 92,5%wt *soda lime silica* dan 7,5%wt Li_2O . Dan komposisi komposit terbaik adalah 75%wt LTAP dan 25%wt *soda lime silica*. Porositasnya mencapai 40%. Analisa SEM menunjukkan bahwa *soda lime silica* dapat berfungsi sebagai lem. Analisa XRD menyatakan bahwa LTAP tidak bereaksi dan *soda lime silica* tidak berubah dan tetap berstruktur amorf. Konduktivitas ioniknya berada di sekitar 10^{-7} S/cm akibat banyaknya pori. Pada pengujian performance, komposit memberikan respon yang baik dengan bahan elektroda grafit dan LiMn_2O_4 dalam pengujian impedansi EIS. Komposit LTAP dan *soda lime silica* dapat digunakan sebagai lembaran elektrolit.

Kata kunci : baterai lithium, elektrolit, Lithium Titanium Aluminium Phosfat, soda lime silica, komposit.

Bambang Prihandoko
NPM 840500001Y
Program Studi Bidang Ilmu Teknik

Promotor
Prof. Dr. Ir. Eddy S. Siradj, M.Eng.
Co-promotor
Prof. Dr. Ir. Anne Zulfia, M.Sc.
Dr. Ing. Priyo Sardjono

**APPLICATION OF SODA LIME SILICA
FOR THE COMPOSITE SYNTHESIS OF LITHIUM BATTERY
ELECTROLYTE**

ABSTRACT

The composite electrolyte materials had make in the plat form as a component of lithium battery. The composite has a matrix of soda lime silica (window glasses) and a filler of (Lithium Titanium Aluminum Phosphate). But the first step is to make conductive glasses with a mixing material of soda lime silica and variation composition Li_2O . Then the composition of composite has a variation of LTAP filler from 0% wt to 80% wt.

Composite plate had form with press method of sheet casting or hydraulic press. Then plate sample has sinter on the temperature above T_g , namely 600°C , so that the matrix can use as glue. After sintering of 1 hour plate quenched with nitrogen liquid on temperature of -100°C . The samples are 2 cm x 2 cm with thickness of 1 mm. The samples have analyzer with XRD, SEM-EDX, EIS, micro hardness, porosity and density.

The best composition of conductive glasses is 92.5%wt of soda lime silica and 7.5% wt of Li_2O . And the best composition of composite is 75%wt LTAP and 25%wt soda lime silica. The porosity of plat composite is ca. 40%. SEM analysis has that soda lime silica can to function as glue on the composite. XRD analysis has that LTAP don't react with soda lime silica and soda lime silica don't change and has the same structure as amorphous. The ionic conductivity of plat composite is ca. 10^{-7} S/cm.

In the test of electrolyte performance, the composite give a good respond with the electrode materials of graphite and LiMn_2O_4 in the EIS test. The composite can a good function as electrolyte.

Keyword : Lithium Batteries, electrolyte, LTAP, soda lime silica, composite.

DAFTAR ISI

	halaman
JUDUL PENELITIAN	i
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	ix
I. PENDAHULUAN	1
1.1. LATAR BELAKANG MASALAH	1
1.2. TUJUAN PENELITIAN	8
1.3. PERUMUSAN MASALAH	8
1.4. BATASAN MASALAH	10
1.5. METODOLOGI PENELITIAN	11
1.6. SISTEMATIKA PENELITIAN	12
II. LANDASAN TEORI	
2.1. BATERAI LITHIUM	13
2.2. BAHAN ELEKTRODA	15
2.2.1. Lithium Mangan Oksida	15
2.2.2. Grafit	16
2.3. BAHAN ELEKTROLIT	17
2.3.1. Bahan Elektrolit Cair dan Padat	17
2.3.2. Lithium Titanium Aluminium Phospat ($\text{Li}_{1,3} \text{Ti}_{1,7} \text{Al}_{0,3} (\text{PO}_4)_3$)	19
2.3.3. Lithium Perklorat	22
2.3.4. Lithium Bromida	24
2.3.5. Transport Massa dan Muatan pada Elektrolit	25
2.3.6. Separator Berpori	28

2.3.7. Impedansi Elektrokemi	30
2.4. SODA LIME SILICA	33
2.4.1. Bahan Komposit	33
2.4.2. Gelas	34
2.4.3. Diagram Fase Soda Lime Silika	37
2.4.4. Transisi Gelas	41
2.4.5. Lithium Oksida (Li_2O)	46
III. METODOLOGI	
3.1. ALAT DAN BAHAN	48
3.2. DIAGRAM ALIR PENELITIAN	48
3.2.1. Alir Persiapan Bahan Serbuk	50
3.2.2. Interaksi Antara Li_2O Dan Soda Lime Silica	51
3.2.3. Alir Pembuatan Komposit Elektrolit	52
3.2.4. Peningkatan Sifat Mekanik	53
3.2.5. Penambahan Li Salt ($LiClO_4$) Dalam Lembaran Komposit LTAP	55
3.2.6. Pengujian Performance Komposit LTAP	56
3.4. METODOLOGI PEMBUATAN	57
3.4.1. Metoda Ball Mill	57
3.4.2. Metoda Pencetakan	58
3.4.3. Metoda Metalurgi Serbuk	59
3.4.4. Metoda Quenching	60
3.5. METODOLOGI KARAKTERISASI	61
3.5.1. Analisa Struktur Kristal	61
3.5.2. Analisa Morfologi SEM	63
3.5.3. Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX)	63
3.5.4. Pengujian Densitas dan Porositas	64
3.5.5. Pengukuran Konduktifitas Bahan	65
3.5.6. Pengujian Mikrohardness dan Kekuatan Bahan	68
3.5.7. Uji Charging dan Discharging	70

IV. HASIL PEMBUATAN GELAS KONDUKTIF

4.1. PENAMBAHAN Li_2O PADA SODA LIME SILICA	72
4.2. HASIL DAN ANALISA XRD	72
4.3. HASIL DAN ANALISA SEM	76
4.4. HASIL DAN ANALISA KONDUKTIVITAS IONIK	79
4.5. HASIL DAN ANALISA PENGUKURAN POROSITAS DAN DENSITAS	84
4.6. PEMBAHASAN HASIL	86

V. HASIL PEMBUATAN KOMPOSIT

5.1. PEMBUATAN KOMPOSIT DENGAN FILLER LTAP	88
5.2. PEMBUATAN SERBUK LTAP	88
5.3. KOMPOSISI LTAP DI BAWAH 50%wt	91
5.3.1. Hasil dan Analisa XRD	91
5.3.2. Hasil dan Analisa SEM	95
5.3.3. Hasil dan Analisa Porositas dan Densitas	96
5.3.4. Hasil dan Analisa Pengukuran Konduktifitas Ionik	98
5.4. KOMPOSISI LTAP DI ATAS 50%WT	103
5.4.1. Analisa XRD	103
5.4.2. Analisa SEM	106
5.4.3. Analisa Densitas dan Porositas	108
5.4.4. Pengukuran Konduktifitas	110
5.5. PEMBAHASAN	114

VI. HASIL PENINGKATAN SIFAT KOMPOSIT

6.1. PENINGKATAN SIFAT KOMPOSIT	115
6.2. VARIASI WAKTU PENGHALUSAN	115
6.2.1. Hasil dan Analisa XRD	115
6.2.2. Hasil dan Analisa SEM dan EDX	120
6.2.3. Hasil dan Analisa Pengukuran Porositas dan Densitas	125
6.2.4. Hasil dan Analisa Pengujian Mikro Hardness	127
6.2.5. Hasil dan Analisa Pengukuran Konduktifitas Ionik	129

6.2.5. PENAMBAHAN Li_2O ...

6.3. PENAMBAHAN LiBr	132
6.3.1. Hasil dan Analisa XRD	133
6.3.2. Hasil dan Analisa Pengukuran Porositas dan Densitas	137
6.3.3. Hasil dan Analisa SEM dan EDX	139
6.3.4. Hasil dan Analisa Pengujian Mikro Hardness	142
6.3.5. Hasil dan Analisa Pengukuran Konduktifas Ionik	144
6.4. PEMBAHASAN HASIL	147
VII. HASIL UJI KARAKTER BATERAI	
7.1. SEPARATOR ELEKTROLIT	150
7.2. HASIL INFILTRASI LiClO ₄	151
7.3. UJI INTERAKSI DENGAN ELEKTRODA	151
7.4. UJI SEL BATERAI	153
7.5. MODEL BATERAI LITHIUM	155
VIII KESIMPULAN	
8.1. KESIMPULAN	158
8.2. REKOMENDASI	159
DAFTAR ACUAN	160
LAMPIRAN - LAMPIRAN	170

DAFTAR GAMBAR

	halaman
Gambar 1.1. Market Profile dari baterai di dunia	1
Gambar 1.2. Model Kristal NASICON dari rhombohedral $\text{NaZr}_2(\text{PO}_4)_3$	4
Gambar 2.1. Perpindahan ion lithium dari katoda ke anoda	13
Gambar 2.2. Proses interkalasi dalam beberapa fase	14
Gambar 2.3 Tiga model host dari bahan katoda dan anoda	14
Gambar 2.4. Struktur spinel $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$	15
Gambar 2.5. Skematis host interkalasi dari grafit	16
Gambar 2.6. Interaksi bahan elektroda dengan bahan elektrolit	18
Gambar 2.7. Struktur Kristal Al_2O_3	20
Gambar 2.8. Struktur kristal TiO_2	21
Gambar 2.9. Struktur kristal NASICON tipe konduktor ionik	22
Gambar 2.10. Ikatan kimia lithium perklorat	22
Gambar 2.11. Kristal kubik dari lithium bromida	24
Gambar 2.12. Arus massa listrik melalui medium berpori sepanjang L	26
Gambar 2.13. Konstruksi baterai telepon selular dengan elektrolit cair	28
Gambar 2.14. Separator berpori dalam sel baterai lithium dengan elektrolit cair	29
Gambar 2.15. Separator berpori berbasis polimer dari Exxon Mobil	29
Gambar 2.16. Bentuk grafik impedansi saat frekuensi tinggi dan rendah	30
Gambar 2.17. Rangkaian sel elektrokimia sederhana	31
Gambar 2.18. Arus massa pada sebuah sel	31
Gambar 2.19. Grafik Nyquist dengan menunjukkan adanya impedansi warburg	32

Gambar 2.20. Model bahan berpori dengan arah arus massa listrik	33
Gambar 2.21. Konsep perekatan yang diinginkan dari soda lime silica	34
Gambar 2.22. Perbedaan silikat dalam bentuk gelas dan kristal	36
Gambar 2.23. Jaringan silikat yang terbuka	37
Gambar 2.24. Diagram fase ternair dari soda lime silica	39
Gambar 2.25. Diagram fase binair dari soda dan lime silica	40
Gambar 2.26. Grafik perubahan volume pada cairan pendinginan cepat	32
Gambar 2.27. Sampel hasil perlakuan panas pada beberapa temperatur	42
Gambar 2.28. Hasil foto SEM dari komposit LTAP bermatrik gelas dengan variasi suhu sintering dan pembesaran 740x	43
Gambar 2.29. Grafik impedansi kompleks produk suhu pembakaran 600°C	44
Gambar 2.30. XRD patron dari gelas matrik komposit elektrolit LTAP dengan suhu sintering 650°C	45
Gambar 2.31. Struktur kristal Li ₂ O	47
Gambar 3.1. Diagram alir penelitian	49
Gambar 3.2. Alur pembuatan serbuk lithium oksida (Li ₂ O) dan serbuk kaca jendela	50
Gambar 3.3. Alur pembuatan serbuk LTAP dan LiMn ₂ O ₄	42
Gambar 3.4. Diagram alir pembuatan bahan gelas soda lime silica dengan variasi lithium oksida	51
Gambar 3.5. Diagram alir pembuatan bahan gelas soda lime silica dengan variasi lithium oksida	53
Gambar 3.6. Diagram alir pembuatan komposit elektrolit dengan variasi waktu Ball Mill	54
Gambar 3.7. Diagram alir pembuatan komposit elektrolit dengan variasi penambahan LiBr	55
Gambar 3.8. Diagram alir penambahan Li salt pada komposit LTAP	55
Gambar 3.9. Diagram alir pembuatan sel baterai lithium	56
Gambar 3.10. Konsep dan alat Ball Mill rangka berukuran 60cmx200cm	57
Gambar 3.11. Alat hydraulic press 50cmx60cmx200cm dengan cetakannya	58
Gambar 3.12. Tahapan proses sintering	59

Gambar 3.13. Furnace dalam metalurgi serbuk	60
Gambar 3.14. Peralatan quenching dengan tabung nitrogen cair	60
Gambar 3.15. Skema alat difraktometer sinar-X	62
Gambar 3.16. Skematis perjalanan sinar x pada kisi benda	63
Gambar 3.17. Konsep EDX pada setiap atom	64
Gambar 3.18. Skematis dan peralatan Solartron 1260	66
Gambar 3.19. Kurva hasil pengukuran impedansi komponen sel	67
Gambar 3.20. Penekanan secara skematis dan model jejak yang ditinggalkan	68
Gambar 3.21. Alat pengujian kekerasan Vicker	70
Gambar 3.22. Pengujian charging dari sel baterai	71
Gambar 3.23. Pengujian discharging dari sel baterai	71
Gambar 4.1. Hasil analisa XRD sampel Gelas Konduktif tanpa doping Li_2O	73
Gambar 4.2. Hasil analisa XRD untuk sampel gelas konduktif dengan penambahan 5%wt Li_2O	73
Gambar 4.3. Hasil analisa XRD untuk sampel Gelas Konduktif dengan penambahan 7,5%wt Li_2O	73
Gambar 4.4. Hasil analisa XRD untuk sampel Gelas Konduktif dengan penambahan 10%wt Li_2O	74
Gambar 4.5. Hasil analisa data XRD untuk sampel Gelas Konduktif dengan penambahan 12,5%wt Li_2O	74
Gambar 4.6. Hasil analisa XRD untuk sampel Gelas Konduktif dengan penambahan 15%wt Li_2O	74
Gambar 4.7. Analisa XRD untuk sampel gelas konduktif dengan variasi penambahan Li_2O	76
Gambar 4.8. Hasil foto SEM 50 μm dari produk gelas konduktif	77
Gambar 4.9. Hasil foto SEM 500 μm dari produk gelas konduktif	78
Gambar 4.10. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 0%wt Li_2O	79
Gambar 4.11. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 5%wt Li_2O	80
Gambar 4.12. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 7,5%wt Li_2O	80

Gambar 4.13. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 10%wt Li_2O	81
Gambar 4.14. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 12,5%wt Li_2O	81
Gambar 4.15. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 15%wt Li_2O	82
Gambar 4.16. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan variasi penambahan Li_2O	82
Gambar 4.17. Konduktivitas sampel dengan variasi penambahan Li_2O	83
Gambar 4.18. Porositas sampel untuk variasi penambahan Li_2O	85
Gambar 4.19. Densitas Sampel dengan variasi penambahan Li_2O	85
Gambar 4.20. Proses infiltrasi serbuk Li_2O dalam soda lime silica yang melunak	86
Gambar 5.1. XRD patron dari komposit LTAP	89
Gambar 5.2. XRD patron serbuk LTAP (A) dibandingkan dengan referensi (B) dari LTAP dari proses heat treatment fase gelas dan hasil pengujian konduktivitasnya (C)	90
Gambar 5.3. XRD patron dari komposit LTAP A (0%wt penambahan LTAP)	91
Gambar 5.4. XRD patron dari komposit LTAP B (25%wt penambahan LTAP)	92
Gambar 5.5. XRD patron dari komposit LTAP C (30%wt penambahan LTAP)	92
Gambar 5.6. XRD patron dari komposit LTAP D (35%wt penambahan LTAP)	93
Gambar 5.7. XRD patron dari komposit LTAP E (40%wt penambahan LTAP)	93
Gambar 5.8. Gabungan patron XRD dari komposit LTAP	94
Gambar 5.9. Hasil foto SEM dengan pembesaran 500x	95
Gambar 5.10. Grafik densitas sampel dengan penambahan LTAP	97
Gambar 5.11. Grafik porositas sampel dengan penambahan LTAP	98
Gambar 5.12. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 0%wt LTAP	99
Gambar 5.13. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 25%wt LTAP	99
Gambar 5.14. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 30%wt LTAP	99
Gambar 5.15. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 35%wt LTAP	100

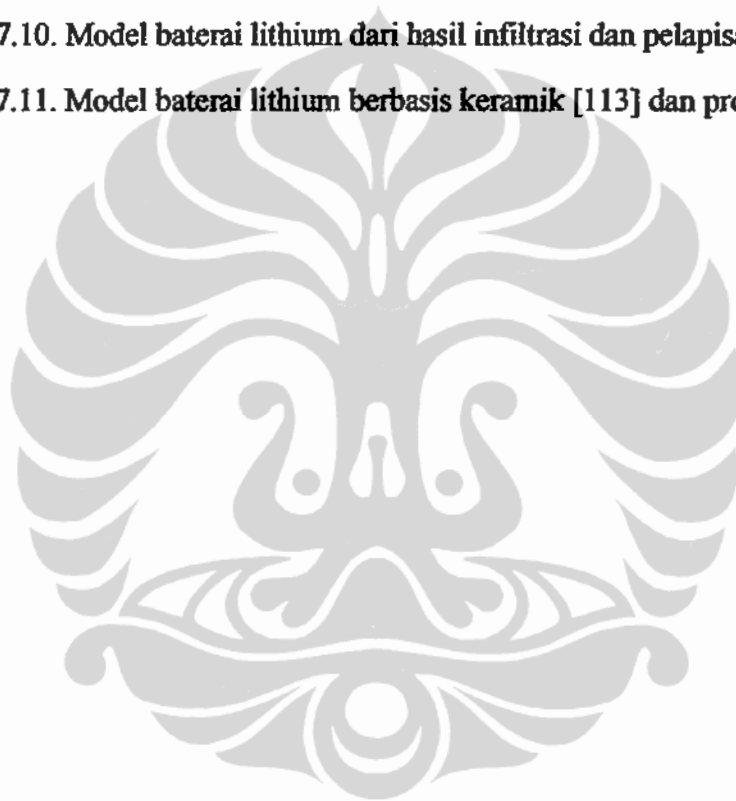
Gambar 5.16. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 40%wt LTAP	100
Gambar 5.17. Kurva impedansi kompleks untuk semua sampel	101
Gambar 5.18. Grafik hubungan konduktifitas ionik dan konsentrasi LTAP	102
Gambar 5.19. XRD patron dari komposit elektrolit dengan 50%wt LTAP	103
Gambar 5.20. XRD patron dari komposit elektrolit dengan 60%wt LTAP	103
Gambar 5.21. XRD patron dari komposit elektrolit dengan 70%wt LTAP	104
Gambar 5.22. XRD patron dari komposit elektrolit dengan 75%wt LTAP.	104
Gambar 5.23. XRD patron dari komposit elektrolit dengan 80%wt LTAP	105
Gambar 5.24. XRD patron dari penambahan LTAP	106
Gambar 5.25. Foto SEM dari sampel dengan variasi komposisi LTAP	107
Gambar 5.26. Grafik porositas sampel dengan penambahan LTAP	109
Gambar 5.27. Grafik densitas sampel dengan penambahan LTAP	109
Gambar 5.28. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi 50%wt LTAP	110
Gambar 5.29. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi 60%wt LTAP	111
Gambar 5.30. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi 70%wt LTAP	111
Gambar 5.31. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi 75%wt LTAP	112
Gambar 5.32. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi 80%wt LTAP	112
Gambar 5.33. Konduktifitas ionik terhadap penambahan LTAP	113
Gambar 6.1. XRD patron dari sampel dengan tanpa penghalusan	116
Gambar 6.2. XRD patron dari sampel dengan penghalusan 12 jam	116
Gambar 6.3. XRD patron dari sampel dengan penghalusan 24 jam	117
Gambar 6.4. XRD patron dari sampel dengan penghalusan 36 jam	117
Gambar 6.5. XRD patron dari sampel dengan penghalusan 48 jam	118
Gambar 6.6. Perbandingan XRD patron	118

Gambar 6.7. XRD patron dari sampel dengan tanpa penghalusan	119
Gambar 6.8. SEM dan EDX sampel tanpa penghalusan	120
Gambar 6.9. SEM dan EDX sampel dengan penghalusan selama 12 jam	121
Gambar 6.10. SEM sampel dengan penghalusan 24 jam	121
Gambar 6.11. SEM sampel dengan penghalusan 36 jam	122
Gambar 6.12. SEM sampel dengan penghalusan 48 jam	122
Gambar 6.13. Hasil foto SEM yang diperbesar secara sama	123
Gambar 6.14. Besar serbuk menurut variasi lama penghalusan	124
Gambar 6.15. Porositas terhadap pengaruh lama penghalusan	126
Gambar 6.16. Densitas terhadap pengaruh lama penghalusan	126
Gambar 6.17. Kekerasan fungsi dari lama penghalusan	128
Gambar 6.18. Kekuatan tarik terhadap lama penghalusan	128
Gambar 6.19. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan tanpa penghalusan	129
Gambar 6.20. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan lama penghalusan 12 jam	129
Gambar 6.21. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan lama penghalusan 24 jam	130
Gambar 6.22. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan lama penghalusan 36 jam	130
Gambar 6.23. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan lama penghalusan 48 jam	131
Gambar 6.24. Konduktifitas sampel dengan variasi lama milling	132
Gambar 6.25. XRD patron dari sampel dengan tanpa penambahan LiBr	133
Gambar 6.26. XRD patron dari sampel dengan penambahan 2,5%wt LiBr	134
Gambar 6.27. XRD patron dari sampel dengan penambahan 5%wt LiBr	134
Gambar 6.28. XRD patron dari sampel dengan penambahan 7,5%wt LiBr	135
Gambar 6.29. XRD patron dari sampel dengan tanpa penambahan 10%wt LiBr	135
Gambar 6.30. Gabungan XRD patron dari sampel dengan variasi penambahan LiBr	136

Gambar 6.31. Densitas terhadap pengaruh variasi penambahan LiBr	138
Gambar 6.32. Porositas terhadap pengaruh variasi penambahan LiBr	138
Gambar 6.33. SEM dan EDX sampel dengan tanpa penambahan LiBr	139
Gambar 6.34. SEM dan EDX sampel dengan penambahan 2,5%wt LiBr	140
Gambar 6.35. SEM dan EDX sampel dengan penambahan 5%wt LiBr	140
Gambar 6.36. SEM dan EDX sampel dengan penambahan 7,5%wt LiBr	141
Gambar 6.37. SEM dan EDX sampel dengan penambahan 10%wt LiBr	141
Gambar 6.38. Grafik kekerasan sampel dengan variasi penambahan LiBr	143
Gambar 6.39. Grafik kekuatan sampel dengan variasi penambahan LiBr	143
Gambar 6.40. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan tanpa penambahan LiBr	144
Gambar 6.41. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 2,5%wt LiBr	144
Gambar 6.42. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 5%wt LiBr	145
Gambar 6.43. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan dengan penambahan 7,5%wt LiBr	145
Gambar 6.44. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 10%wt LiBr	145
Gambar 6.45. Konduktifitas ionic sampel dengan variasi penambahan LiBr	146
Gambar 6.46. Model perekatan yang dilakukan oleh soda lime silica, bentuk a. hanya menempel pada sebagian serbuk LTAP b. menyelimuti serbuk LTAP.	147
Gambar 6.47. Perbandingan bentuk kristalin LTAP dari kristalisasi amorf LTAP (A) [103] dengan hasil sampel dari quenching (B dan C).	148
Gambar 7.1. Lembaran prototipe komposit	150
Gambar 7.2. Pelapisan elektroda dengan painting dan penambahan LiClO ₄	151
Gambar 7.3. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi anoda dan elektrolit	152
Gambar 7.4. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi katoda dan elektrolit	152
Gambar 7.5. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel	152

dengan komposisi anoda, elektrolit dan katoda

Gambar 7.6. Hasil uji sel baterai lithium bermatrik polimer	153
Gambar 7.7. Grafik pengisian sel baterai lithium berbasis keramik.	154
Gambar 7.8. Uji charging dan self discharging dari sel baterai lithium berbasis keramik.	155
Gambar 7.9. Model baterai lithium berbasis separator berpori dengan LiClO_4 sebagai garam elektrolit	156
Gambar 7.10. Model baterai lithium dari hasil infiltrasi dan pelapisan elektroda	157
Gambar 7.11. Model baterai lithium berbasis keramik [113] dan prototipenya.	157



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel I.1. Perbandingan dari beberapa jenis baterai dengan baterai lithium jenis RCB	2
Tabel I.2. Beberapa kandidat bahan elektrolit keramik untuk pembuatan baterai lithium pada suhu kamar	3
Tabel I.3. Hasil penelitian pembuatan elektrolit LTAP	5
Tabel I.4. Perkembangan teknologi baterai litium	7
Tabel II.1. Perbandingan elektrolit cair dan elektrolit padat	17
Tabel II.2. Data – data lithium perklorat	23
Tabel II.3. Data Lithium Bromida	24
Tabel II.4. Unsur – unsur penting pembentukan bahan gelas	35
Tabel II.5. Jenis gelas komersil	37
Tabel II.6. Kandungan <i>window glasses</i> Indonesia	38
Tabel II.7. Temperatur gelas transisi (T_g) beberapa bahan gelas	42
Tabel IV.1. Pengukuran konduktivitas sampel dengan kandungan Li_2O	83
Tabel IV.2. Hasil Pengukuran porositas dan densitas sampel gelas konduktif dengan variasi penambahan Li_2O	84
Tabel V.1. Hasil Pengukuran porositas dan densitas sampel komposit	96
Tabel V.2. Nilai konduktivitas ionik	101
Tabel V.3. Hasil pengukuran uji densitas dan porositas dengan variasi penambahan LTAP	108
Tabel V.4. Hasil pengukuran impedansi dan perhitungan konduktivitas ionik	113
Tabel VI.1. Besar serbuk menurut lama milling	124
Tabel VI.2. Hasil pengukuran dan perhitungan porositas dan densitas	125
Tabel VI.3. Hasil pengujian kekerasan Hv dengan variasi lama milling	127
Tabel VI.4. Hasil pengujian impedansi kompleks dan perhitungan konduktivitas ionik sampel dengan variasi lama milling	131

Tabel VI.5.	Hasil pengujian porositas dan densitas dari sampel dengan penambahan LiBr	137
Tabel VI.6.	Hasil pengukuran kekerasan sampel dengan variasi penambahan LiBr	142
Tabel VI.7.	Hasil pengukuran impedansi kompleks dan perhitungan konduktifitas ionik sampel dengan variasi penambahan LiBr	146



DAFTAR LAMPIRAN

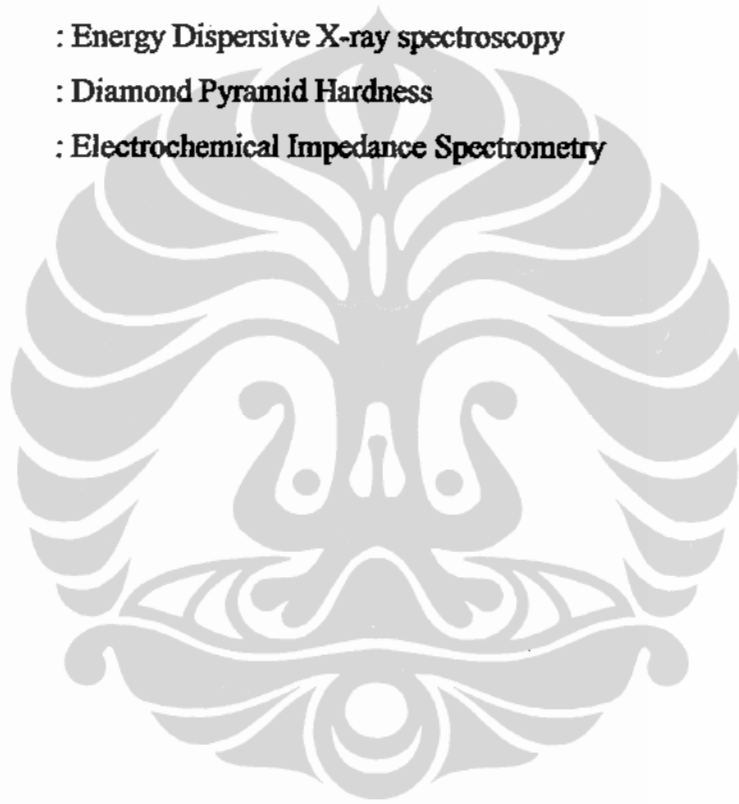
halaman

- Lampiran 1. Persiapan Bahan
- Lampiran 2. Data Referensi XRD Patron
- Lampiran 3. Hasil Analisa XRD
- Lampiran 4. Hasil SEM dan EDX
- Lampiran 5. Pengukuran Densitas dan Porositas
- Lampiran 6. Pengukuran Mikro Hardness
- Lampiran 7. Pengukuran Konduktifitas
- Lampiran 8. Biodata
- Lampiran 9. Data Pendukung

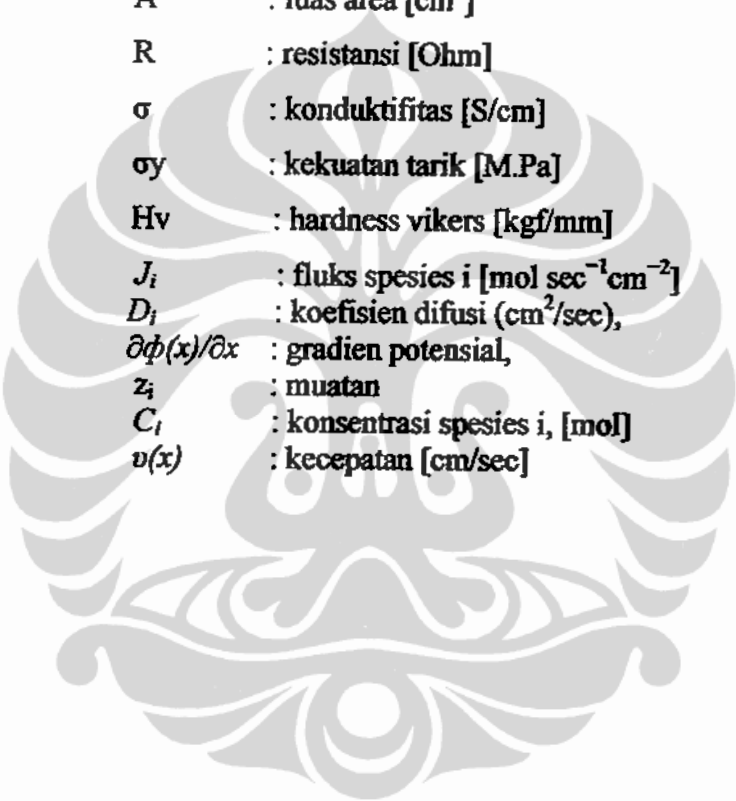


DAFTAR SINGKATAN

LTP	: Lithium Titanium Phosphate
LTAP	: Lithium Titanium Alumunium Phosphate
NTAP	: Natrium Titanium Alumunium Phosphate
SEM	: Scanning Electron Microscope
XRD	: X-Ray Diffractionmeter
EDX	: Energy Dispersive X-ray spectroscopy
DPH	: Diamond Pyramid Hardness
EIS	: Electrochemical Impedance Spectrometry



DAFTAR ISTILAH DAN SIMBOL

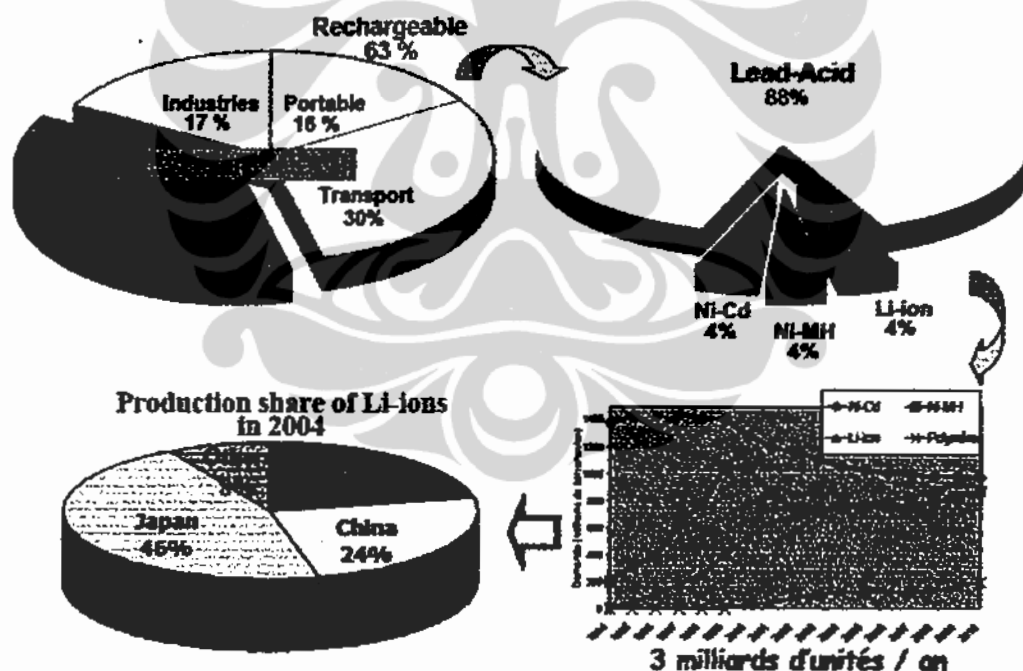


ρ	: densitas [g/cm^3]
w	: berat [g]
t	: tebal [mm]
A	: luas area [cm^2]
R	: resistansi [Ohm]
σ	: konduktifitas [S/cm]
σ_y	: kekuatan tarik [M.Pa]
H_v	: hardness vikers [kgf/mm]
J_i	: fluks spesies i [$\text{mol sec}^{-1}\text{cm}^{-2}$]
D_i	: koefisien difusi (cm^2/sec),
$\partial\phi(x)/\partial x$: gradien potensial,
z_i	: muatan
C_i	: konsentrasi spesies i, [mol]
$v(x)$: kecepatan [cm/sec]

BAB I PENDAHULUAN

1.1. LATAR BELAKANG

Baterai merupakan salah satu kebutuhan bagi manusia dalam memperoleh energi. Pengembangan energi terbarukan baik sebagai pembangkit listrik maupun dalam transportasi memerlukan *energy storage* dalam bentuk baterai. Berbagai macam baterai telah beredar di dunia ini. Sedangkan perkembangan pasar baterai setiap tahunnya makin bertambah. Sebagai gambaran pasar baterai dunia terlihat di Gambar 1.1.



Gambar 1.1. Market Profile dari baterai di dunia[1].

Baterai lithium sudah beredar di pasar untuk memenuhi kebutuhan baterai di industri komputer, alat komunikasi militer, telepon genggam, camera handycam dan mobil. Perkembangan mobil yang terjadi sampai sekarang

membuat mobil dapat dibedakan menjadi tiga, yaitu mobil konvensional (biasa), mobil *hybride* (*Hybride Electric Vehicle*) dan mobil listrik. Mobil konvensional menggunakan baterai *Lead Acid* atau accu. Accu dapat digunakan secara optimal hanya 40% dari keseluruhan daya yang dimiliki agar tidak cepat rusak dan cairan baterai dan bahan lead sangat merusak lingkungan. Mobil *hybride* biasanya menggunakan baterai *metal hydride*. Baterai ini mempunyai "memory effect", sehingga baterai ini cenderung mudah rusak. Mobil listrik yang sudah diproduksi oleh NISSAN menggunakan baterai lithium [2]. Baterai lithium mempunyai optimasi pemakaian sampai 80% dari kemampuannya, ringan, tidak ada *memory effect* dan tahan lama. Namun baterai lithium ini terbuat dengan matriks polimer. Sehingga dalam aplikasinya di mobil *cooling system* dibutuhkan agar baterai tidak mudah rusak. Secara keseluruhan perbandingan antara beberapa macam baterai dapat dilihat di Tabel I.1.

Tabel I.1. Perbandingan dari beberapa jenis baterai dengan baterai lithium jenis RCB[3]

Characteristic	Battery system					
	Primary alkaline	Lead/acid	Secondary alkaline	Nickel-cadmium	Nickel-metal hydride	Lithium-manganese
Estimated value						
Performance						
Capacity (Ah/cell)	2.2	0.3	0.75	0.70	1.0	0.6
Working voltage (V)	1.25	2.0	1.25	1.20	1.20	2.5
Wh/cycle	2.75	0.6	0.94	0.84	1.20	1.50
No. of cycles	1	400	30	400	500	200
Wh/all cycles	2.75	240	28	336	600	300
Retail price (\$/cell)*	0.75	1.00 ^b	1.40	2.50	5.00	7.00
Value						
d/Wh	27.27	0.41	5.00	0.74	0.83	2.33
Ratio vs. alkaline	1	0.015	0.183	0.027	0.030	0.085
Consumer/industrial applications						
Photoflash	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
Radio	Yes	No	Yes	Yes	Yes	No ^c
Cassette	Yes	No	Yes	Yes	Yes	No
Toys	Yes	No	Yes	Yes	Yes	No
Tools	No	Yes	No	Yes	No	No
Camcorders	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	No
Meters/instruments	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
SLI, EV, UPS, etc.	No	Yes	No	(Yes)	(Yes)	No
OEM/government applications						
Laptop	No	Yes	No	Yes	Yes	Yes
cordless phones	No	Yes	No	Yes	Yes	No
Medical	No	Yes	No	No	Yes	No
Government	No	Yes	No	No	Yes	Yes

*Based on full scale production. ^bEstimated (cells since not commercially available). ^cSafety problems.

Sumber : S. Megahed et. al., "Lithium-ion rechargeable batteries", *Journal of Power Sources*, 51, 1994 : hal 79-104.

Kondisi yang ada seperti di atas membutuhkan baterai lithium yang tahan panas agar dapat menggantikan accu dan baterai *metal hydride*. Baterai lithium

yang tahan panas dibuat penelitian ini berbasis keramik dan gelas. Oleh karena itu baterai yang dihasilkan dalam penelitian ini akan ikut mengambil pasar baterai otomotif sebesar 30% seperti di Gambar 1.1.

Baterai padat lithium menjadi baterai yang diunggulkan untuk masa mendatang, karena baterai ini mempunyai kapasitas yang besar, tahan lama, ringan dan tidak merusak lingkungan. Oleh karena itu penelitian dan pengembangan baterai padat lithium menjadi topik yang ramai dibahas di dunia.

Baterai lithium yang sudah banyak diproduksi di pasaran menggunakan elektrolit dari garam lithium. Elektrolit dari bahan keramik telah banyak dicoba oleh banyak peneliti untuk menggantikan garam lithium dengan konduktifitas yang tinggi. Salah satu kandidatnya adalah LTAP (Lithium Titanium Aluminium Phospat : $\text{Li}_{1,3}\text{Ti}_{1,7}\text{Al}_{0,3}(\text{PO}_4)_3$). Bahan elektrolit ini dipilih karena murah dan mudah dibuat. Perbandingan beberapa elektrolit yang sudah pernah dilakukan penelitiannya dapat dilihat di Tabel L2.

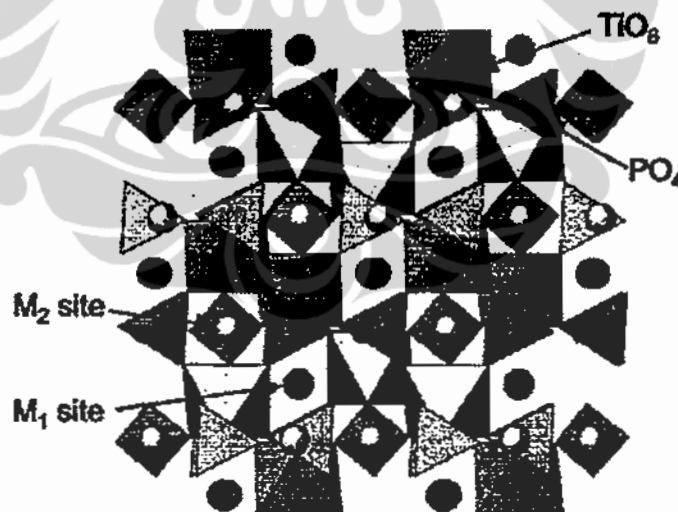
Tabel L2. Beberapa kandidat bahan elektrolit keramik untuk pembuatan baterai lithium pada suhu kamar [4]

No	Nama bahan	Konduktifitas [$\text{S cm}^{-1} = (\Omega \cdot \text{cm})^{-1}$]	Referensi
1	LiI	$2,1 - 4,7 \times 10^{-7}$	[5],[6]
2	LiI - 50 m/o Al_2O_3	$5 \cdot 10^{-6} - 7,5 \times 10^{-5}$	[6],[7]
3	Li_5AlO_4	10^{-9}	[8]
4	$\text{Li}_{1,8}\text{N}_{0,4}\text{Cl}_{0,6}$	10^{-6}	[9]
5	Li-Na beta Alumina	$7,5 \times 10^{-4} - 5 \times 10^{-3}$	[10],[11]
6	Li_3N	$2,5 \times 10^{-3}$	[12]
7	LiAlSiO_4 (T=500 ^o K)	$6,9 \times 10^{-7}$	[13]
8	$\text{Li}_{14}\text{Zn}(\text{GeO}_4)_4$	$<10^{-6}$	[14]
9	$\text{Li}_{3,6}\text{Si}_{0,6}\text{P}_{0,4}\text{O}_4$	$6,2 \times 10^{-7}$	[15]

Li – Na beta alumina dan Li_3N mempunyai nilai konduktivitas yang paling tinggi. Namun keduanya tidak mudah dalam pembuatannya. Li-Na beta alumina adalah fase beta dari lithium dan alumina yang terjadi di suhu sekitar 1800°C . Bahan Li-Na beta alumina dapat dibuat juga dengan cara ion exchange yang mahal dan prosesnya lama [10,11]. Sedangkan Li_3N sangat bergantung pada orientasi kristalnya[12]. Sehingga pembuatan bahan ini harus sangat jeli dan akurat.

State of The Art Research

Elektrolit $\text{Li}_{1,3}\text{Ti}_{1,7}\text{Al}_{0,3}(\text{PO}_4)_3$ mempunyai konduktivitas yang cukup tinggi (sekitar $7 \times 10^{-4}\text{Scm}^{-1}$) dan mudah dalam pembuatannya [16]. LTAP mempunyai struktur kristal NASICON yang membuat kationnya dapat bebas bergerak di antara tempat-tempat *interstisiel* dalam jaringan [17]. Contoh struktur kristal NASICON dapat dilihat di Gambar 1.2.



Gambar 1.2. Model Kristal NASICON dari rhombohedral $\text{NaZr}_2(\text{PO}_4)_3$ [18]

Pembuatan elektrolit LTAP pernah dilakukan oleh beberapa peneliti dengan beberapa cara. Tinjauan penelitian yang sudah pernah dilakukan dapat dilihat di Tabel I.3.

Tabel I.3. Hasil penelitian pembuatan elektrolit LTAP

No	Nama Peneliti	Metoda Pembuatan	Hasil	Keterangan
1	H. Aono dkk [16]	Metalurgi serbuk	Pellet keramik LTAP	1990
2	K.Takada [18]	quenching	Komposit gelas elektrolit LTAP	2001
3	Jie Fu[19]	Quenching dan heat treatment	Keramik LTAP	1997
4	I. Abraham[20]	Quenching dan heat treatment	Komposit gelas LTAP	2000
5	B.Prihandoko dkk[21]	Metalurgi serbuk	Pellet keramik LTAP	2000
6	Ginya Adachi dkk Paten US [22]	Sheet casting doctor blade dengan media toluen	Lembaran keramik LTAP	1989
7	B.Prihandoko Paten Indonesia [23]	Sheet casting doctor blade	Lembaran keramik LTAP	2002
8	B.Prihandoko Paten Indonesia [24]	Sheet casting doctor blade dengan media polimer EVA	Lembaran komposit polimer LTAP	2002
9	J. Santos Pena [25]	Chemical extraction and thermal decomposition	Amorf $(\text{LiNa})\text{Ti}_2(\text{PO}_4)_3$ dalam polimer	2006
10	C.M. Chang [26]	Spark plasma sintering	$\text{Li}_{1+x}\text{Al}_x\text{HF}_{2-x}(\text{PO}_4)_3$	2005
11	K. Takada [27]	Metalurgi serbuk dengan quenching	$(1-x)\text{Li}_3\text{PS}_4-x\text{Li}_3\text{PO}_4$	2005
12	Marek Nocum [28]	Conventional melting dengan quenching	Sistem Li-Si-Ti-Al- PO_4	2004
13	S. Patoux [29]	Metalurgi serbuk	$\text{Li}_2\text{TiM}(\text{PO}_4)_3$ dimana M=Fe dan Cr	2004
14	G. Butt [30]	Metalurgi serbuk dengan quenching	$\text{Li}_3\text{Fe}_{2-x}\text{Ti}_x(\text{PO}_4)_3$ dan $\text{Li}(\text{Ni}_{2-x}\text{Ti}_x)\text{PO}_4$	2004
15	J.E. Garbarczyk [31]	Standard melting quenching technique	$15\text{Li}_2\text{O}-70\text{V}_2\text{O}_5-15\text{P}_2\text{O}_5$	2004
16	X. M. Wu [32]	Solution deposition kemudian di anealing	$\text{Li}_{1,3}\text{Ti}_{1,7}\text{Al}_{0,3}(\text{PO}_4)_3$	2003
17	T. J. Richardson [33]	Ion exchange Na ke Li ion	$\text{Li}_{0,75}\text{Na}_{0,25}\text{MnFe}_2(\text{PO}_4)_3$	2003
18	T. Savitha dkk [34]	Metalurgi serbuk dan sheet casting	$\text{Li}_2\text{AlZr}(\text{PO}_4)_3$	2005
19	X. Xu dkk [35]	Metalurgi serbuk dan milling	LTAP kristalisasi dari fase gelas	2004
20	X. Xu dkk [36]	Metoda <i>sol gel</i> dan heat treatment	LTAP kristalisasi dari fase gelas	2007
21	Kaoru Dokko dkk [37]	Metoda metalurgi serbuk dalam gelas	LTAP composite dalam PMMA	2007
22	Yasushi Inada dkk [38]	Metoda metalurgi serbuk dalam gelas	LTAP plat	2007
23	G.Murali Krishna dkk [39]	Metoda metalurgi serbuk dalam gelas	$\text{Li}_2\text{O}-\text{CaF}_2-\text{P}_2\text{O}_5-$ 0,6mol% TiO_2	2008

Elektrolit LTAP yang mempunyai fase gelas dan keramik dibuat melalui pencairan bahan LTAP kemudian didinginkan dengan cepat dan selanjutnya dipanaskan lagi [19,20]. Suhu quenching masih terlalu tinggi yaitu 1450°C . Elektrolit LTAP dibuat dengan metoda metalurgi serbuk melalui proses sintering sekitar $1000^{\circ}\text{C} - 1200^{\circ}\text{C}$ [16,21]. Hasil dari proses pembuatan ini masih berbentuk pelet.

Pembuatan elektrolit LTAP dengan menggunakan metoda *sheet casting doctor blade* [21,22,23]. Adachi et. al. melakukan sintering pada suhu 1200°C [22], sedang B. Prihandoko pada suhu 1100°C [21,23]. Cara pembuatan ini masih belum dapat dipastikan bahwa hasilnya dapat diperbesar, walaupun hasilnya berbentuk lembaran keramik. B. Prihandoko menggunakan hasil LTAP untuk membuat lembaran komposit elektrolit dengan matrik EVA [24]. Pembuatan komposit gelas LTAP menggunakan matriks gelas elektrolit dengan SiS sebagai unsur gelas yang utama [18]. Hasil pembuatan komposit gelas LTAP ini menunjukkan bahwa konduktivitas bahan tidak berkurang atau tetap.

Pada beberapa tahun terakhir LTAP mulai banyak diminati dalam rangka pembuatan baterai berbasis keramik. Beberapa peneliti membuat dalam bentuk gelas kemudian dilakukan perlakuan panas untuk membuat kristal LTAP. Metoda pembuatan gelas dilakukan metoda metalurgi serbuk atau sol gel sebagaimana diberitahukan di Tabel I.3. Mereka sudah membuktikan bahwa elektrolit LTAP dapat digunakan sebagai elektrolit padat dalam pembuatan baterai lithium.

Pembuatan lembaran LTAP dalam ukuran besar secara langsung dari metoda metalurgi serbuk sangat susah didapatkan. Oleh karena itu pembuatan lembaran elektrolit dalam penelitian ini dibuat dalam komposit elektrolit LTAP yang menggunakan matriks gelas kaca jendela. Bahan gelas digunakan sebagai perekat bagi serbuk LTAP. Bahan gelas dipilih adalah kaca jendela yang bening atau *window glasses* atau *soda lime silica*. Pemanfaatan *soda lime silica* pernah dilakukan oleh penelitian lain dalam melihat kemampuan *ion exchange* pada *soda lime silica* [40]. Kemampuan *soda lime silica* sebagai perekat keramik belum pernah diteliti sebelumnya.

Pembuatan komposit elektrolit LTAP ini akan digunakan dalam pembuatan baterai lithium berbasis keramik. Perkembangan teknologi baterai lithium yang sudah dilakukan di dunia dapat dilihat di Tabel I.4.

Tabel I.4. Perkembangan teknologi baterai lithium

No	Penulis	Jenis Baterai	Komponen sel baterai	Peformance
1.	Andrew Ritchie [41]	Lithium	Anoda: Li, Grafit ke nano $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ Katoda: LiCoO_2 , LiMn_2O_4 , ke nano LiMPO_4 Elektrolit: -Salt : $\text{LiBOB}(\text{LiB}(\text{C}_2\text{O}_4)_2)$ ke LiPF_6 -Polimer: kombinasi polimer dengan li-salt -solid: LIPON -liquid: tetra alkyl amino	Energi Density: a. Polimer baterai : 200-230 Wh/kg b. Solid state : 300 Wh/kg
2.	Catia Arbizzani [42]	Lithium	Anoda: Grafit dengan doping nano metals ($\text{Li}_{22}\text{Sn}_3$ atau Li_xMg) Katoda : LiFePO_4 Elektrolit: Li-salt dalam polimer PEO.	
3.	Stefania Panero [43]	Lithium	Anoda: Grafit, Al, Si, Sn, Sb Katoda: LiFePO_4 Elektrolit: PEO-LiX (salt)	
4.	A.G. Ritchie [44]	Lithium	Anoda: Grafit , $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ Katoda: LiCoNiO_2 , LiMn_2O_4 , LiMPO_4 (M=Fe,Co,V, VF), Li_2FeS_2 Elektrolit : polimer elektrolit dengan LiPF_6 microbaterai (LiCoO , lithium phosphorus oxynitride (LIPON), Li)	
5.	R.M. Dell [45]	Baterai Umum	1. Zinc/manganese dioxide 2. Rechargeable alkaline Manganese (RAM) 3. Lead acid 4. Alkaline electrolyte secondary battery (Ni/Fe, Ni/Cd, NiMH) 5. Primary lithium batteries 6. Secondary lithium batteries	

Baterai lithium pernah dikembangkan dalam bentuk komposit polimer yang sebelumnya menggunakan elektrolit cair dan kemudian menjadi elektrolit padat. Perkembangan baterai lithium berbasis keramik masih belum dihasilkan di

dunia. Penelitian baterai berbasis keramik sangat bergantung pada perkembangan penelitian lembaran elektrolit padat, sebagaimana ramainya penelitian di tabel sebelumnya.

Penelitian ini akan membuat baterai lithium berbasis keramik untuk melihat kinerja komposit elektrolit yang sedang dibuat dan diteliti. Katoda yang dipakai adalah LiMn_2O_4 dan anodanya grafit.

1.2. TUJUAN PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dengan bertujuan :

1. Memanfaatkan kaca jendela (*soda lime silica*) sebagai perekat dalam pembuatan plat elektrolit,
2. Mendapatkan parameter proses pembuatan secara *sintering* dan *quenching* pada temperatur transisi gelas,
3. Mengetahui interaksi dan komposisi antara filler LTAP dan matrik *soda lime silica*,
4. Mengetahui kemampuan plat elektrolit dalam berinteraksi dengan elektroda,

1.3. PERUMUSAN MASALAH

Beberapa permasalahan yang akan diteliti adalah:

1. Baterai lithium yang berkapasitas besar dan berukuran besar sangat dibutuhkan sebagai pendukung dalam pembangkit listrik dan transportasi. Baterai lithium ini harus tahan terhadap kenaikan suhu akibat proses charging dan discharging. Baterai lithium berbasis keramik ini dari setiap komponennya perlu diciptakan dalam ukuran besar, dimana baterai lithium berbasis keramik sekarang masih dalam ukuran kecil yang dibuat melalui pelapisan seperti CVD.
2. Lembaran elektrolit akan dijadikan sebagai substrat dimana elektroda dilapiskan di atas permukaannya dalam pembuatan baterai. Bahan elektroda yang digunakan tidak dapat dibuat dalam lembaran plat.

Lithium Titanium Alumunium Phosfat (LTAP) sebagai kandidat bahan elektrolit sangat susah dibentuk secara langsung menjadi lembaran plat berukuran besar dan tipis. Sehingga bahan perekat dibutuhkan untuk mengikat serbuk – serbuk LTAP, dimana perekat ini mampu tahan panas dan tidak bereaksi dengan LTAP.

3. Sifat ion konduktif harus dimiliki oleh bahan perekat agar dapat membantu sifat ion konduktif dari LTAP. Bahan perekat di pasaran tidak mempunyai sifat konduktif ion Li, sehingga ion Li perlu dimasukkan di dalam bahan perekat tersebut. Metoda penambahan dan komposisi ion Li perlu dicarikan solusinya.
4. Lembaran plat elektrolit yang berbentuk keramik pasti akan mempunyai porositas, karena pembuatan bahan keramik sangat susah menutup seluruh pori yang timbul. Karakter elektrolit umumnya diharuskan tidak mempunyai pori, sehingga bahan penambah perlu dicarikan untuk menutupi pori, dimana bahan ini tahan terhadap panas, mempunyai konduktifitas ion Li, dan tidak bereaksi dengan *soda lime silica* dan LTAP.

HIPOTESA

1. Kaca jendela yang berwarna bening, atau *windows glass* atau *soda lime silica*, bersifat *rubber* di temperatur transisi gelas, sebagaimana bahan gelas pada umumnya. Sifat *rubber*, seperti polimer, dapat digunakan sebagai perekat bagi serbuk – serbuk LTAP dalam membentuk lembaran plat elektrolit.
2. Pembuatan lembaran komposit elektrolit LTAP dan *soda lime silica* dilakukan melalui metoda *sintering* pada temperatur di atas transisi gelas untuk mendapatkan sifat *rubber* bagi *soda lime silica*. Sehingga seluruh metoda pembuatan dapat dilakukan dalam metoda metalurgi serbuk.
3. Sifat *rubber soda lime silica* akan tetap pada suhu kamar, jika *soda lime silica* bersifat gelas atau amorf. Bentuk amorf dari bahan gelas dapat dibentuk dengan proses pendinginan cepat (*quenching*). Suhu *quenching* yang

dibutuhkan akan lebih rendah oleh pengaruh filler LTAP, dikarenakan adanya perbedaan koefisien panas antara LTAP dan *soda lime silica*.

4. *Soda lime silica* belum mempunyai Li ion sebagai *ion modified network* yang dipunyai sesuai dengan namanya adalah Na dan Ca ion, sehingga *soda lime silica* tidak mempunyai sifat konduktif ion Li. Oleh karena itu bahan aditif perlu ditambahkan dalam bentuk serbuk lithium oksida (Li_2O) dalam komposisi tertentu.
5. Lithium perklorat (LiClO_4) sudah biasa digunakan sebagai bahan elektrolit cair pada baterai lithium yang mempunyai titik leleh (*melting point*) di suhu 250°C . Lithium perklorat dapat digunakan sebagai bahan penutup porositas lembaran elektrolit dan sekaligus memenuhi karakter baterai lithium yang mempunyai elektrolit cair, dimana seluruh bahan komponen sel baterai dibasahi atau dipenuhi dengan elektrolit cair.

1.4. BATASAN MASALAH

1. Proses pembuatan lembaran komposit elektrolit menggunakan metoda metalurgi serbuk, dimana seluruh bahan yang digunakan berbentuk serbuk dan direaksikan dalam bentuk serbuk. Pembuatan bahan serbuk LTAP dan lithium oksida menurut proses pembuatan yang sudah dilakukan dengan metoda metalurgi serbuk,
2. Sintering dilakukan pada suhu di atas T_g , yaitu 600°C , dengan penahanan 1 jam dan pendinginan cepat (*quenching*) dengan nitrogen cair pada suhu di bawah -100°C .
3. Penambahan lithium oksida dengan komposisi persen berat terhadap bahan matrix gelas akan dilakukan secara variatif antara 0% sampai 10%wt Li_2O untuk menentukan komposisi optimal.
4. Pembuatan sampel komposit elektrolit LTAP bermatrik *soda lime silica* dengan komposisi persen berat bervariasi antara 0%wt sampai 80%wt LTAP.
5. Penambahan LiClO_4 dilakukan melalui proses infiltrasi pada suhu 250°C dalam rangka uji performance elektrolit terhadap bahan elektroda.

6. Pengamatan SEM dilakukan untuk melihat penyebaran bahan LTAP dalam matrix gelas dan fungsi matrik gelas sebagai bahan perekat.
7. Pengamatan struktur kristal bahan komposit dilakukan dengan alat XRD dan metoda *Bragg* untuk mengetahui perubahan fase yang mungkin terjadi.
8. Pengukuran densitas dan porositas dilakukan untuk melihat seberapa besar porositas yang dibentuk.
9. Pengujian mikrohardness dilakukan untuk mengukur kekuatan lembaran elektrolit.
10. Pengukuran konduktifitas dari bahan komposit gelas dilakukan dengan menggunakan metoda pengukuran impedansi kompleks (EIS= *Electrochemical Impedans Spectrometry*) yang dapat membedakan tahanan ion dan elektron. Bahan elektrolit menunjukkan gejala warburg pada grafik EIS.

1.5. METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa percobaan pembuatan sampel yang dilakukan dalam dua tahap, yaitu persiapan serbuk bahan dan pembuatan lembaran komposit. Penelitian ini secara keseluruhan menggunakan metoda metalurgi serbuk dalam proses pembuatannya, dimana reaksi bahan dilakukan dalam bentuk serbuk dengan pemanasan. Dua jenis pemanasan dalam metoda metalurgi serbuk adalah kalsinasi yang digunakan untuk menghilangkan gas – gas dan sintering yang digunakan untuk menyempurnakan reaksi pembentukan bahan.

Proses pendinginan lembaran komposit dilakukan dengan metoda quenching dalam kondisi nitrogen cair, sehingga suhu ruang pendinginan bisa mencapai beberapa derajat di bawah nol.

Sampel yang didapat diamati dan dianalisa dengan beberapa metoda pengujian, antara lain : XRD, SEM EDX, konduktifitas ionik EIS, mikro hardness, porositas dan densitas. Penjelasan metoda pembuatan dan pengujian dapat dilihat di Bab III.

Penelitian ini dilakukan dalam laboratorium di Pusat Penelitian Fisika LIPI, Departemen Teknik Metalurgi dan Material FT-UI, Pusat Penelitian Kimia LIPI dan AMREC SIRIM Kulim, Kedah - Malaysia.

1.6. SISTEMATIKA PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan untuk mencapai suatu kesimpulan tentang pemanfaatan *soda lime silica* sebagai perekat dalam pembuatan komposit elektrolit baterai lithium. Beberapa tahapan penelitian adalah :

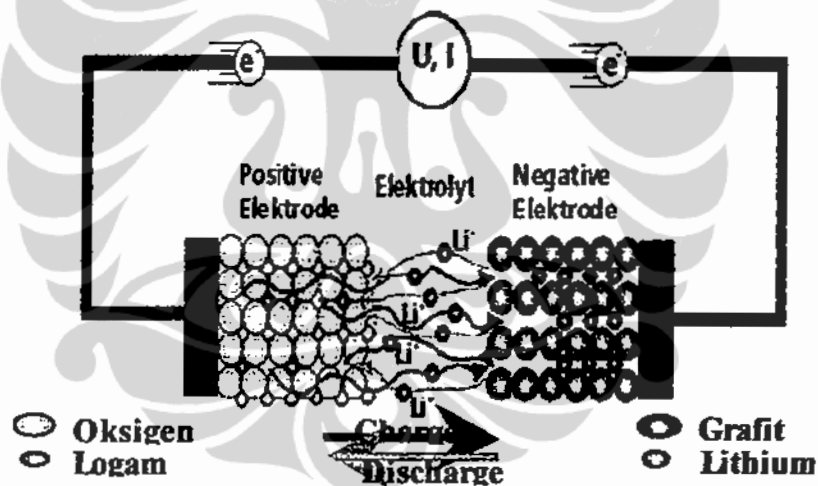
1. Tahap penentuan optimasi kadar Li_2O yang ditambahkan dan suhu quenching dalam nitrogen cair. Hal ini bertujuan untuk mengetahui interaksi antara Li_2O dan *soda lime silica*.
2. Pembuatan komposit elektrolit dengan mencampurkan bahan filler LTAP dan bahan matrik *soda lime silica*. Tahapan akan menentukan komposisi optimal antara LTAP dan *soda lime silica*.
3. Peningkatan sifat mekanik lembaran komposit yang dilakukan dengan penambahan LiBr sebagai bahan perekat tambahan dan penghalusan ukuran partikel serbuk dengan bervariasi lama Ball Mill.
4. Pengujian performance lembaran elektrolit dengan penambahan LiClO_4 . Uji ini digunakan untuk melihat respon lembaran elektrolit terhadap komponen anoda dan katoda.

BAB II

LANDASAN TEORI

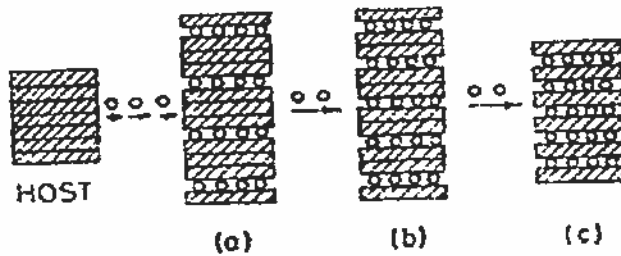
2.1. BATERAI LITHIUM

Baterai lithium secara teori adalah baterai yang digerakkan oleh ion lithium. Dalam kondisi *discharge* dan *recharge* baterai lithium bekerja menurut fenomena interkalasi, dimana ion lithium melakukan migrasi dari katoda lewat elektrolit ke anoda atau sebaliknya tanpa terjadi perubahan struktur kristal dari bahan katoda dan anoda. Proses perpindahan ion lithium dari katoda ke anoda dapat dilihat di Gambar 2.1.



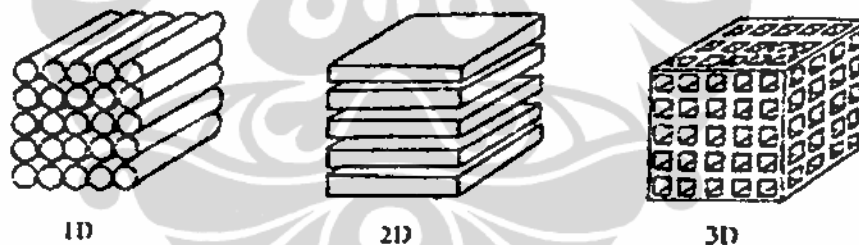
Gambar 2.1. Perpindahan ion lithium dari katoda ke anoda [46].

Interkalasi merupakan proses pelepasan ion lithium dari tempatnya di struktur kristal suatu bahan elektroda dan pemasukan ion lithium pada tempat di struktur kirstal bahan elektroda yang lain. Proses terjadinya interkalasi dapat digambarkan dalam Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Proses interkalasi dalam beberapa fase[47]

Sehingga keunggulan bahan anoda dan katoda terletak pada stabilitas kristal dalam proses interkalasi. Sehingga bahan elektroda harus mempunyai tempat bagi perpindahan ion lithium yang sering disebut *host*. Oleh karena itu bahan elektroda harus mempunyai struktur *host*. Pada umumnya bahan mempunyai tiga kategori/ model dalam melakukan interkalasi yang bergantung pada bentuk *host* strukturnya, yaitu interkalasi dalam satu dimensi, dua dimensi dan tiga dimensi, seperti tergambar di Gambar 2.3.



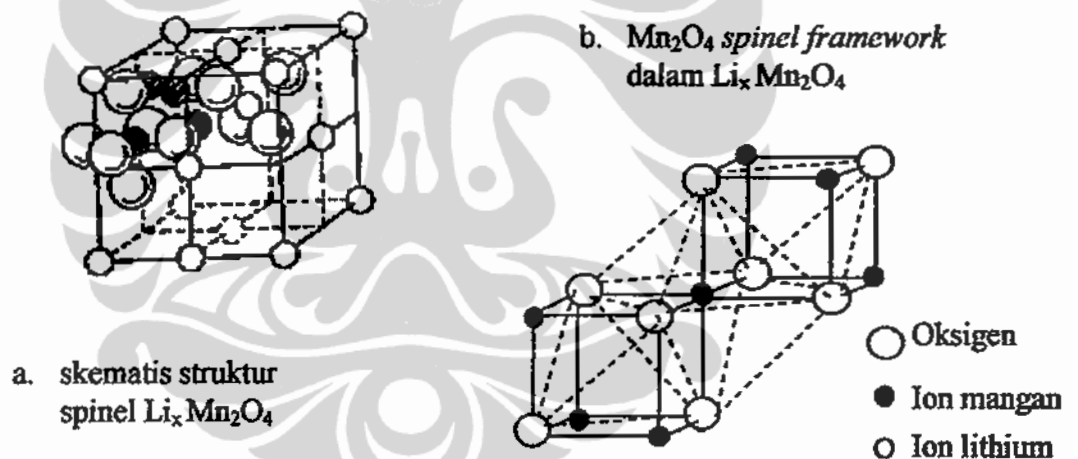
Gambar 2.3. Tiga model host dari bahan katoda dan anoda [47]

Sel baterai lithium yang dibuat dalam rangkaian penelitian ini telah memilih menggunakan lithium mangan oxide sebagai katoda dan grafit sebagai anoda, sedang lithium titanium alumunium posfat (LTAP) sebagai elektrolitnya. Lithium mangan oxide mempunyai host interkalasi dalam tiga dimensi. Grafit mempunyai host interkalasi satu dimensi.

2.2.. BAHAN ELEKTRODA

2.2.1. Lithium Mangan Oksida

Kebanyakan baterai lithium yang sudah diproduksi di pasaran masih banyak menggunakan LiCoO_2 dan LiNiO_2 sebagai katodanya. Namun bahan Cobalt dan Nikel cukup mahal. Dalam pencarian baterai lithium yang murah, bahan katoda yang murah dari segi bahan dasar dan proses pembuatan menjadi salah satu penyelesaiannya. $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ yang juga dikenal sebagai bahan katoda akan menjadi alternatif jawaban. $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ mempunyai keunggulan lain dengan struktur *spinel* yang cukup stabil dalam proses interkalasi [48,49,50,51,52,53]. Sebagaimana diketahui bahwa $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ mempunyai struktur spinel yang tergambar di Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Struktur spinel $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ [47].

Bahan berstruktur spinel mempunyai komposisi pada umumnya sebagai berikut:



Dalam struktur spinel normal susunan atom oksigen membentuk kubus dengan susunan rapat. Seperdelapan dari tempat tetrahedral terbentuk dalam

lapisan susunan rapat dari ion O^{2-} diisi oleh ion metal bervalensi 2 dan setengah dari octahedral diisi oleh metal ion bervalensi 3. Sedang di dalam bahan $Li_x Mn_2O_4$ tempat ion metal bervalensi 2 diduduki oleh ion lithium bervalensi 1 dan tempat ion metal bervalensi 3 diduduki oleh ion mangan dengan dua macam valensi, yaitu 3+ dan 4+. Rumus komposisi spinel $Li_x Mn_2O_4$ adalah :



Susunan atom oksigen dan octahedral mangan membentuk sebuah *spinel framework* dalam spinel $Li_x Mn_2O_4$, seperti terlihat di gambar 1b. Hal ini membuat gerak ion lithium dalam proses interkalasi menjadi bebas dalam tiga dimensi. Dan *framework* ini cukup stabil ketika ion lithium berpindah-pindah dalam proses interkalasi.

2.2.2. Grafit

Anoda yang dipilih dalam percobaan ini adalah grafit. Dengan kristal strukturnya yang hexagonal, seperti di Gambar 2.5, grafit mempunyai host interkalasi dalam satu dimensi.



Gambar 2.5. Skematis host interkalasi dari grafit

Grafit mempunyai kemampuan yang cukup tinggi dalam perannya sebagai anoda dan lebih baik dibandingkan dengan logam lithium. Selain itu grafit merupakan bahan alam yang cukup murah[54,55,56,57,58].

2.3. BAHAN ELEKTROLIT

2.3.1. Bahan Elektrolit Cair Dan Padat

Elektrolit memegang peranan yang penting dalam mendesain sel baterai. Elektrolit merupakan suatu material yang bersifat penghantar ionik, baik dalam bentuk cair ataupun padat. Kebanyakan baterai menggunakan elektrolit cair namun ada juga yang menggunakan elektrolit padat. Elektrolit padat menunjukkan kestabilan pada suhu tinggi, self-discharge rendah dan memiliki resistansi listrik yang baik. Tabel II.1. menunjukkan perbandingan elektrolit cair dan elektrolit padat.

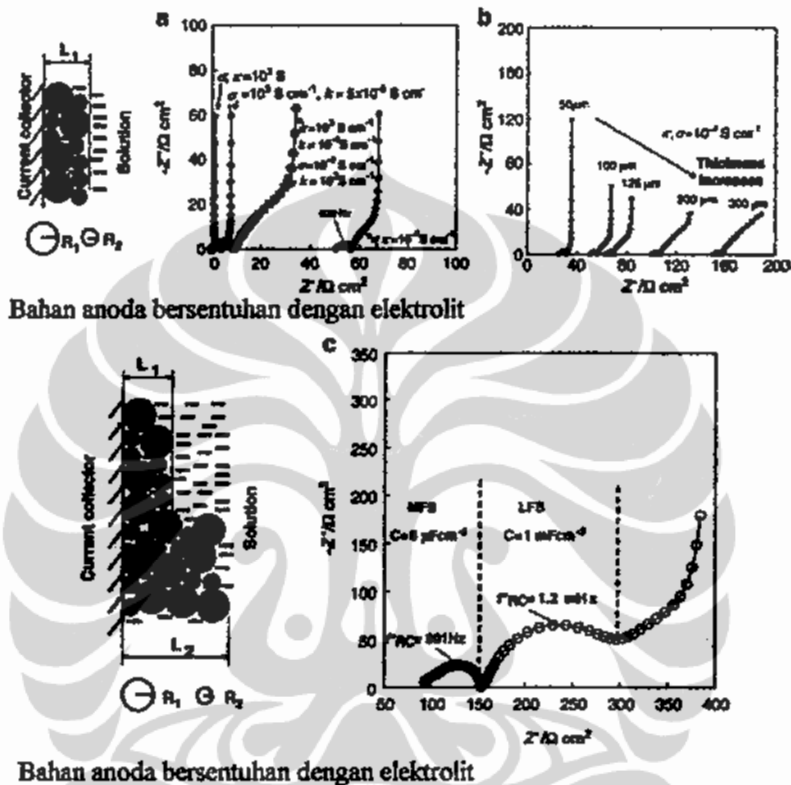
Elektrolit padat memiliki beberapa kelemahan diantaranya aliran arus rendah (dalam skala mikroampere), kemampuannya menurun pada temperatur rendah dan sangat rentan terhadap hubungan singkat yang dapat menyebabkan hilangnya energi.

Tabel II.1. Perbandingan elektrolit cair dan elektrolit padat[46]

Sifat	Elektrolit Cair	Elektrolit Padat
Material	Konduktor garam: LiClO_4 , LiCF_3SO_3 . Larutan: PC, EC, Pengurang Viskositas: DME, DMC, DEC	LiTaO_3 , SrTiO_3 , Li_2O , $\text{Li}_{1,3}\text{Al}_{0,3}\text{Ti}_{1,7}(\text{PO}_4)_3$, $\text{LiTi}_2(\text{PO}_4)_3$, Li_4SiO_4 , Li_3PO_4 , LiCl , LiBr , LiI
Mekanisme Konduksi ion	Ion Li^+ dalam larutan organik	Cacat transport pada kisi zat padat,
Konduktifitas ionik	$10^{-2} \dots 10^{-3} \text{ S/cm}$	$10^{-9} \dots 10^{-3} \text{ S/cm}$
Kebocoran elektronik	Tergantung pada impuritas dan disosiasi kimia	10^{-10} S/cm
Stabilitas kimia	Sangat buruk	Sangat baik
Pembuatan	Mahal, larutan beracun, rentan meledak,	Baik, tidak mengandung racun, Sputtering untuk film tipis, Keramik sintering, atau pasta untuk aplikasi lain

Sumber : *Physics and Chemistry of Lithium-Ion-type-Accumulators.*

Namun dalam memahami proses interkalasi fungsi elektrolit cair perlu dimengerti. Proses interkalasi berjalan dengan lancar, jika bahan elektroda bersentuhan langsung dengan bahan elektrolit, sebagaimana terlihat di Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Interaksi bahan elektroda dengan bahan elektrolit[59]

Bahan elektrolit cair dapat menembus celah – celah atau pori – pori dari bahan elektroda, baik anoda maupun katoda. Karena elektrolit berupa larutan, maka elektrolit sangat mudah mencapai permukaan serbuk elektroda. Pada penerapan elektrolit padat persyaratan tersebut harus tetap dipenuhi, dimana pertemuan permukaan serbuk elektroda dan elektrolit harus terjadi. Oleh karena itu komponen elektroda dibuat dengan komposisi beberapa persen merupakan pencampuran dari bahan elektrolit padat atau garam lithium. Sehingga reaksi redoks dapat berlangsung tepat di permukaan serbuk elektroda.

2.3.2. Lithium Titanium Alumunium Phosfat ($\text{Li}_{1,3} \text{Ti}_{1,7} \text{Al}_{0,3} (\text{PO}_4)_3$)

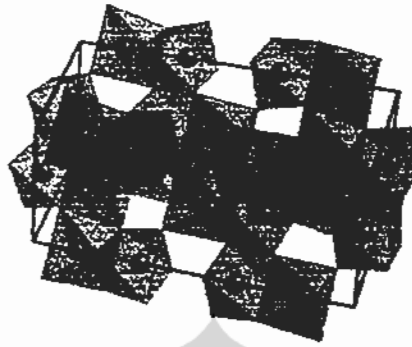
Serbuk senyawa $\text{Li}_{1,3} \text{Ti}_{1,7} \text{Al}_{0,3} (\text{PO}_4)_3$ disintesis dengan cara dicampur menurut stoikhiometri tertentu dari bahan-bahan dasar Li_2CO_3 , Al_2O_3 , TiO_2 dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Sifat-sifat dasar dari bahan-bahan dasar tersebut adalah sebagai berikut:

- Li_2CO_3 (Lithium Karbonat) [46].

Karakteristik dari Li_2CO_3 diantaranya serbuk berwarna putih, memiliki titik lebur 735°C , terurai pada suhu 1200°C , dan memiliki indeks refraksi 1,428. Bersifat menyerap air (hygroskopis), memiliki kadar racun yang rendah. Dalam pembuatan keramik dan gelas lithium karbonat digunakan sebagai katalis dan sebagai lapisan untuk menyatukan elektroda, sedangkan dalam medis sebagai anti depresan. Bentuk kristal Li_2CO_3 adalah monoklinik.

- Al_2O_3 (Alumunium Oksida = Alumina) [46].

Senyawa alumina (Al_2O_3) bersifat polimorfi yaitu diantaranya memiliki struktur alpha (α)- Al_2O_3 dan gamma (γ)- Al_2O_3 . Bentuk struktur yang lain seperti misalnya β - Al_2O_3 adalah alumina tidak murni yang merupakan paduan antara Al_2O_3 - Na_2O dengan formula $\text{Na}_2\text{O} \cdot 11 \text{Al}_2\text{O}_3$. Alpha (α)- Al_2O_3 merupakan bentuk struktur yang paling stabil sampai suhu tinggi dan memiliki nama lain yaitu korundum. Struktur dasar kristal korundum adalah tumpukan padat heksagonal (*Hexagonal Closed Packed - HCP*). Kationnya (Al^{3+}) menempati 2/3 bagian dari sisipan oktahedral, sedangkan anionnya (O^{2-}) menempati posisi HCP. Bilangan koordinasi dari struktur korundum adalah 6, maka tiap ion Al^{3+} dikelilingi oleh 6 ion O^{2-} , dan tiap ion O^{2-} dikelilingi oleh 4 ion Al^{3+} untuk mencapai muatan yang netral. Bentuk struktur kristal Al_2O_3 ditunjukkan oleh Gambar 2.7.

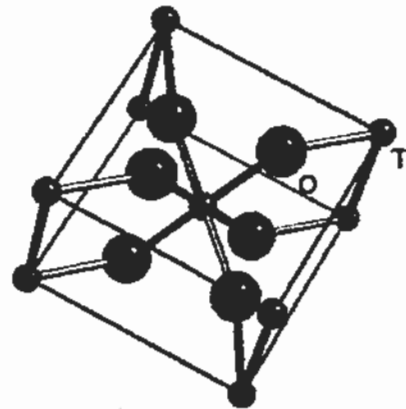


Gambar 2.7. Struktur Kristal Al_2O_3 [46]

Ikatan atom antara Al dan O cukup kuat sekali dan memiliki energi pembentukan 400 kcal/mol maka Al_2O_3 merupakan senyawa yang stabil, kuat dan keras. Karakteristik lain dari Al_2O_3 diantaranya serbuk berwarna putih dengan titik lebur 2054°C , titik didih 3000°C , densitas 4000 kg m^{-3} , tidak larut dalam air, tidak mudah terbakar dan tidak mengandung racun. Keramik alumina disamping tahan suhu tinggi juga memiliki sifat tahan kimia dan tahan korosi pada suhu tinggi.

- TiO_2 (Titanium Oksida = Titania) [46].

Titania (TiO_2) bersifat polimorfi dengan struktur kristal yaitu: 2 fasa yang stabil pada suhu rendah antara lain *anatase* dan *brookit*, sedangkan 1 fasa yang lain yaitu *rutil* stabil pada suhu tinggi. TiO_2 memiliki struktur dasar *quasi hexagonal closed packed* (HCP) dari oksigen, sedangkan kationnya mengisi separuh sisipan oktahedral. Titania kenyataannya mempunyai struktur berbentuk tetragonal. *Anatase*, *brookit* dan *rutil* masing-masing memiliki bentuk struktur yang sama yaitu tetragonal dengan parameter kisinya. Bentuk struktur kristal TiO_2 ditunjukkan oleh Gambar 2.8.



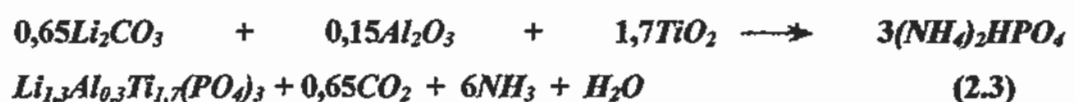
Gambar 2.8. Struktur kristal TiO_2 [46]

Karakteristik dari TiO_2 diantaranya serbuk berwarna putih, memiliki titik lebur 1843°C , densitas 4230 kg m^{-3} , tidak mudah terbakar dan tidak mengandung racun[28]. Bentuk struktur kristal TiO_2 dapat menyebabkan difusi anisotropik dari kation Ti^{4+} ke arah sumbu c lebih besar dari pada ke arah sumbu a. Titania memiliki konduktifitas listrik yang rendah dan konstanta dielektrik yang tinggi. Oleh karena itu TiO_2 dapat dipergunakan sebagai bahan kapasitor dan gas sensor.

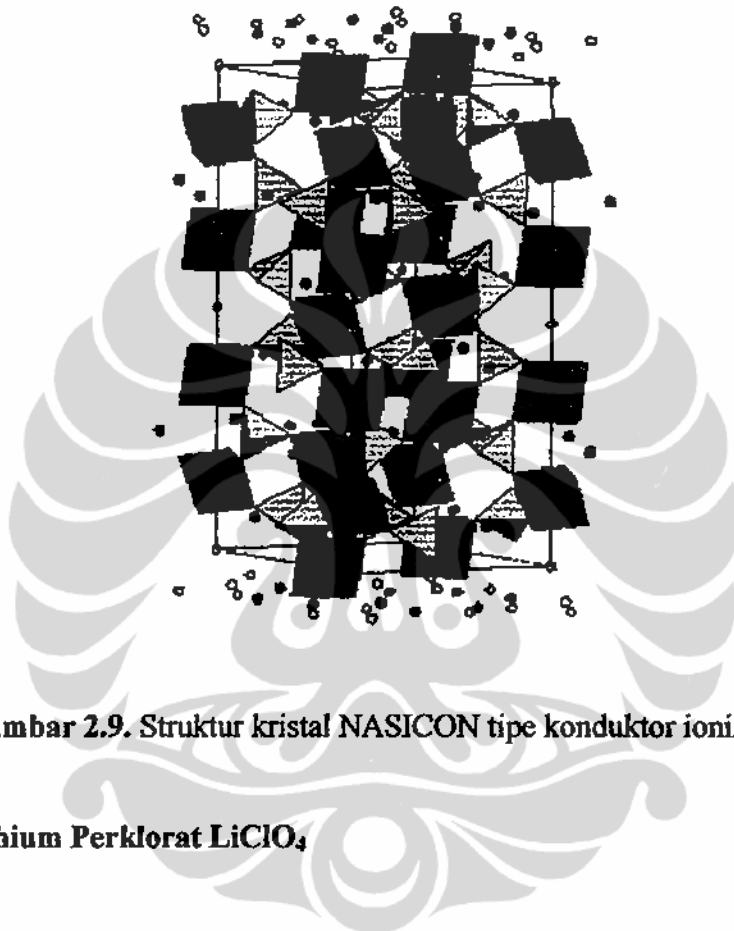
- $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (di-Amonium Hidrogen Phospat) [46].

Di-Amonium Hidrogen Phospat memiliki sinonim *Phosphammite*. Karakteristik dari $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ diantaranya serbuk berwarna putih, memiliki densitas 1619 kg m^{-3} , larut dalam air, tidak larut dalam alkohol dan asam serta memiliki kadar racun rendah. Bentuk kristal $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ adalah monoklinik.

Keempat bahan dasar di atas yang disintesa dengan disintering mengikuti persamaan reaksi sebagai berikut:



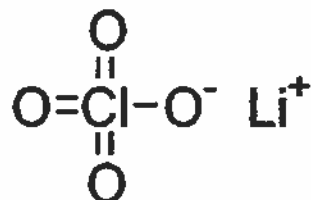
Elektrolit $\text{Li}_{1,3} \text{Ti}_{1,7} \text{Al}_{0,3} (\text{PO}_4)_3$ (LTAP) dalam bentuk pelet mempunyai konduktivitas yang cukup tinggi (sekitar $7 \times 10^{-4} \text{ Scm}^{-1}$). Karena LTAP mempunyai struktur kristal NASICON yang membuat kationnya dapat bebas bergerak di antara tempat-tempat *interstisiel* dalam jaringan, lihat Gambar 2.9.



Gambar 2.9. Struktur kristal NASICON tipe konduktor ionik[60]

2.3.3. Lithium Perchlorat LiClO_4

Lithium perklorat atau *lithium perchlorate* adalah garam kristalin yang sering digunakan sebagai bahan elektrolit cair dalam baterai lithium, karena bahan ini sangat bercampur dengan berbagai macam pelarut. Model struktur ikatan lithium perklorat dapat dilihat di Gambar 2.10.



Gambar 2.10. Ikatan kimia lithium perklorat[61]

Lithium perklorat berguna juga sebagai sumber oksigen di beberapa generator, karena lithium perklorat dapat terurai pada suhu 400 °C menjadi lithium klorida dan oksigen. Aplikasi ini sering digunakan di perjalanan luar angkasa.

Lithium perklorat LiClO_4 sangat mudah terlarut dalam pelarut organik, termasuk diethyl ether. Pada larutan tersebut reaksi Diels-Alder terjadi, dimana asam Lewis Li^+ akan mengikat pada substitusi. Sehingga reaksi dalam pelarut terjadi sangat cepat. Beberapa data tentang Lithium perklorat dapat dilihat di Tabel II.2.

Tabel II.2. Data – data lithium perklorat[61]

IUPAC name	Lithium perchlorate
Other names	Perchloric acid, lithium salt
Properties	
Molecular formula	LiClO_4
Molar mass	106,39 g/mol
Appearance	white crystals
Density	2.43 g/cm ³ , solid
Melting point	236 °C
Boiling point	430 °C (with decomp.)
Solubility in water	60 g/100 mL

Sumber : www.wikipedia.org

Lithium perklorat pada penelitian ini akan digunakan sebagai elektrolit padat dan penutup pori – pori yang terjadi pada lembaran elektrolit yang dibuat. Lithium perklorat dicampurkan juga pada bahan elektroda sebagai katalis agar memenuhi konsep baterai lithium yang menggunakan elektrolit cair. Baterai lithium dengan elektrolit cair mempunyai lithium perklorat pada seluruh komponen selnya akibat terbasahi, baik komponen elektroda maupun separator atau elektrolit padat.

2.3.4. Lithium Bromida

Lithium bromida mempunyai sifat higroskopis yang tinggi, sehingga LiBr sering digunakan di sistem *air conditioning* (AC). Bentuk garam LiBr sering berbentuk kristalin hidrat. Bentuk kristal dari garam anhydrous adalah kristal kubik seperti di Gambar 2.11.



Gambar 2.11. Kristal kubik dari lithium bromida[62]

Beberapa data LiBr dapat dilihat di Tabel II.3.

Tabel II.3. Data Lithium Bromida [62]

Properties	
Molecular formula	LiBr
Molar mass	86.845 g/mol
Appearance	White crystalline powder
Density	3.464 g/cm ³ , Solid
Melting point	552 °C
Boiling point	1265 °C
Solubility in water	177 g/100 ml (20°C) (dihydrate)

Sumber : www.wikipedia.org

Lithium bromida digunakan sebagai bahan elektrolit dan diharapkan sebagai penambah fungsi perekat, karena LiBr mempunyai titik leleh 552⁰C.

2.3.5. Transport Massa dan Muatan pada Elektrolit

Transfer massa, yakni, perpindahan material dari satu lokasi dalam larutan menuju lokasi lain, muncul dari perbedaan potensial listrik atau kimia pada dua lokasi. Cara transfer massa adalah:

- (1) Migrasi. Perpindahan benda bermuatan dalam pengaruh medan listrik (gradien potensial listrik).
- (2) Difusi. Perpindahan spesies dalam pengaruh gradien potensial kimia (yakni gradient konsentrasi).
- (3) Konveksi. Gerakan atau transpor hidrodinamika. Pada umumnya aliran fluida terjadi karena konveksi natural (konveksi disebabkan oleh gradien kerapatan) dan konveksi terpaksa, dan mungkin dicirikan oleh daerah stagnan, aliran laminar, dan aliran turbulensi.

Transfer massa menuju sebuah elektrode diekspresikan oleh persamaan Nernst-Planck, ditulis untuk transfer massa satu-dimensi sepanjang sumbu x sebagai [63,64,65]

$$J_i(x) = -D_i \frac{\partial C_i(x)}{\partial x} - \frac{z_i F}{RT} D_i C_i \frac{\partial \phi(x)}{\partial x} + C_i v(x) \quad (2.4)$$

dimana $J_i(x)$ = fluks spesies i ($\text{mol sec}^{-1} \text{cm}^{-2}$) pada jarak x dari permukaan,
 D_i = koefisien difusi (cm^2/sec),
 $\partial C_i(x)/\partial x$ = gradien konsentrasi pada jarak x ,
 $\partial \phi(x)/\partial x$ = gradien potensial,
 z_i = muatan dan
 C_i = konsentrasi spesies i , berturut-turut,
 $v(x)$ = kecepatan (cm/sec)

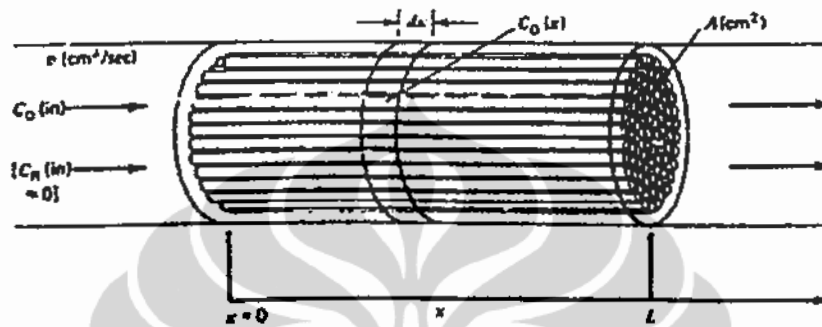
Pada baterai lithium transfer massa secara konveksi tidak terjadi, karena tidak ada ion lithium masuk dari luar sel. Sehingga arus konveksi sama dengan nol, dan persamaan 2.4. menjadi :

$$J_i(x) = -D_i \frac{\partial C_i(x)}{\partial x} - \frac{z_i F}{RT} D_i C_i \frac{\partial \phi(x)}{\partial x} \quad (2.5)$$

Arus massa hanya dipengaruhi oleh gerak difusi dan migrasi. Jika suatu aliran melalui elektrolit berpori dengan panjang L (cm) dan luas tampang lintangnya

adalah A (cm^2) yang dilalui oleh suatu arus listrik dengan kecepatan aliran v (cm^3/sec), sebagaimana di Gambar 2.12 maka kecepatan aliran linier dari arus, U (cm/sec), diberikan oleh

$$U = \frac{v}{A}. \quad (2.6)$$



Gambar 2.12. Arus massa listrik melalui medium berpori sepanjang L [63].

Reaksi dilakukan pada elektrolit adalah



pada arus total, i (A), yang diasumsikan terjadi dengan 100 persen efisiensi arus. Konsentrasi masukan dari O adalah $C_O(\text{in})$ dan $C_R(\text{in})$ diasumsikan nol. Pada keluaran, konsentrasi adalah $C_O(\text{out})$ dan $C_R(\text{out})$. Konversi keseluruhan dari O terhadap R dalam lintasan melalui elektroda adalah i/nf (mol/sec) atau i/nFv (mol/cm^3). Jika R adalah fraksi dari O yang dikonversi ($R = 0$, tak ada konversi; $R = 1$, 100 persen konversi), maka

$$C_O(\text{out}) = C_O(\text{in})(1 - R) \quad (2.8)$$

$$C_R(\text{out}) = C_O(\text{in})R \quad (2.9)$$

$$C_O(\text{out}) = C_O(\text{in}) - \frac{i}{nFv} \quad (2.10)$$

Sehingga fraksi R adalah

$$R = \frac{i}{nFvC_O(\text{in})} = 1 - \frac{C_O(\text{out})}{C_O(\text{in})} \quad (2.11)$$

Arus pada kecepatan aliran massa dan parameter elektroda sebagai arus listrik dapat dihubungkan dalam satu persamaan. Pada aliran massa di elektroda berpori luas keseluruhan internal elektroda, yang meliputi jumlah luas dari seluruh pori - pori, adalah $a(\text{cm}^2)$, dan volume keseluruhan elektroda atau elektrolit adalah $LA (\text{cm}^3)$. Sehingga elektrolit poros seringkali dicirikan oleh luas spesifik, s , dituliskan dengan

$$s (\text{cm}^{-1}) = a (\text{cm}^2) / LA (\text{cm}^3) \quad (2.12)$$

Konsentrasi dari 0 menurun secara kontinyu menurut jarak dari muka depan elektroda atau elektrolit ($x = 0$), dan rapat arus lokal pada lokasi yang diberikan, $J(x).A(\text{cm}^2)$, bervariasi dengan x . Konversi keseluruhan di permukaan dengan ketebalan dx adalah $J(x)sAdx/nF$ (mol/sec), dimana dalam transfer massa terkendali, dengan syarat arus terbatas,

$$j(x) = nFm_0C_0(x). \quad (2.13)$$

Konsentrasi bervariasi selama difusi sepanjang x yang dinyatakan :

$$-dC_0(x)(\text{mol}/\text{cm}^3) = \frac{j(x)sAdx}{nFv} \quad (2.14)$$

Kombinasi persamaan antara persamaan 2.13 dan 2.14 adalah :

$$-\frac{dC_0(x)}{dx} = \frac{m_0C_0(x)sA}{v} \quad (2.15)$$

$$\int_{C_0(in)}^{C_0(x)} \frac{dC_0(x)}{C_0(x)} = \frac{-m_0sA}{v} \int_0^x dx \quad (2.16)$$

$$C_0(x) = C_0(in) \exp\left(\frac{-m_0sA}{v}x\right) \quad (2.17)$$

Sehingga arus massa di persamaan 2.13 menjadi :

$$j(x) = nFm_0C_0(in) \exp\left(\frac{-m_0sA}{v}x\right) \quad (2.18)$$

Arus total dalam elektrolit adalah

$$i = \int_0^L j(x) s A dx = n F m_0 C_0 (i_n) s A \int_0^L \exp\left(\frac{-m_0 s A x}{v}\right) dx, \quad (2.19)$$

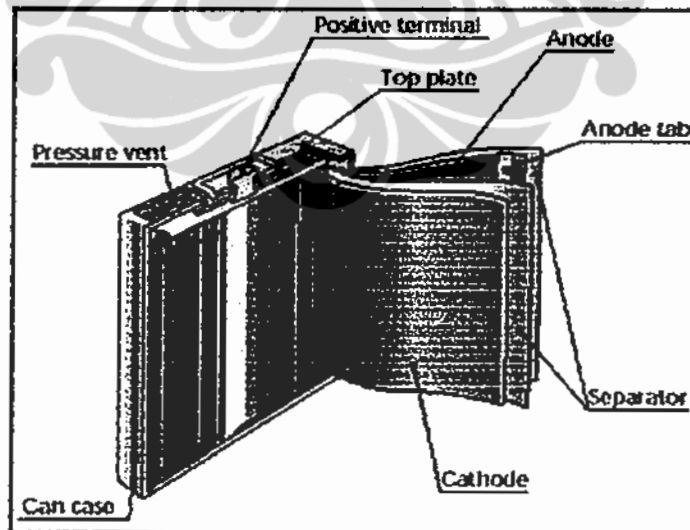
$$i = n F C_0 (i_n) v \left[1 - \exp\left(\frac{-m_0 s A L}{v}\right) \right] \quad (2.20)$$

2.3.6. Separator Berpori

Penerapan elektrolit padat pada baterai lithium dipengaruhi oleh kehadiran pori di lembaran elektrolit tersebut. Bahan elektrolit seharusnya tidak mempunyai pori pada aplikasi di dalam sel baterai atau aplikasi lainnya. Oleh karena itu elektrolit tanpa pori harus dapat dibuat untuk memenuhi syarat tersebut.

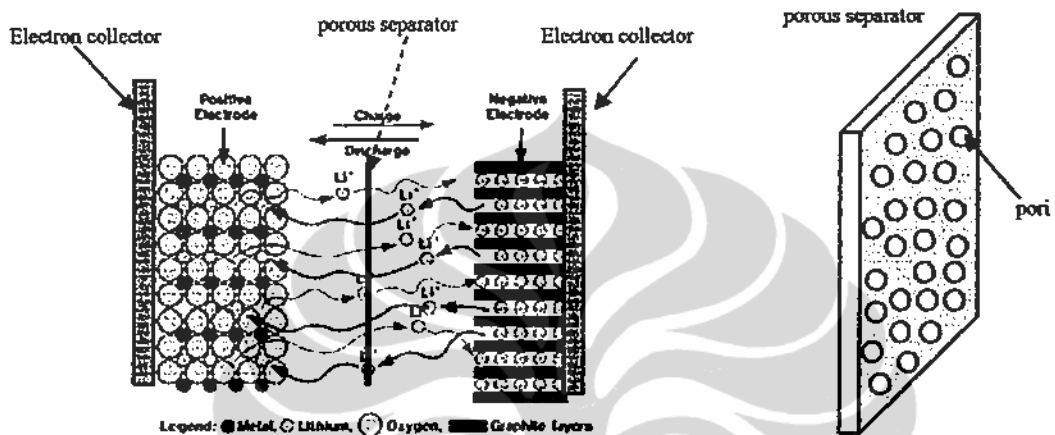
Elektrolit yang dibuat merupakan bahan keramik berupa komposit dari bahan gelas *soda lime silica* dan LTAP. Bahan keramik selalu mempunyai pori pada hasil akhir dari proses pembuatannya. Kehadiran pori pada lembaran elektrolit dapat dipastikan muncul dan tidak dapat dihindari.

Kondisi ini dapat diambil contoh penerapan elektrolit cair pada baterai lithium dengan separator porous atau polimer pemisah antara bahan katoda dan anoda, sebagaimana desain umum dari baterai telepon selular di Gambar 2.13.



Gambar 2.13. konstruksi baterai telepon selular dengan elektrolit cair [66].

Separator berpori dapat dilewati oleh elektrolit cair dengan mudah melalui pori – porinya. Sehingga separator ini yang sebelumnya hanya berfungsi sebagai pembatas antara anoda dan katoda, dapat juga berfungsi sebagai elektrolit dengan pori – porinya terisi oleh elektrolit cair. Ion Li dapat dengan mudah mencapai anoda ataupun katoda, sebagaimana diilustrasikan di Gambar 2.14.



Gambar 2.14. Separator berpori dalam sel baterai lithium dengan elektrolit cair [67].

Konsep ini dapat diterapkan dalam penggunaan elektrolit padat. Pada salah satu contoh polimer PVDF – HFP yang tercampur dalam aceton menghasilkan polimer tipis dengan mikropori [68,69]. Kemudian mikropori ini diisi dengan gel elektrolit atau elektrolit cair. Akhirnya fungsi elektrolit dapat dijalan oleh separator berpori ini dengan baik. Sebuah separator berpori yang telah dibuat Exxon mobil bisa dijadikan contoh, seperti di Gambar 2.15.

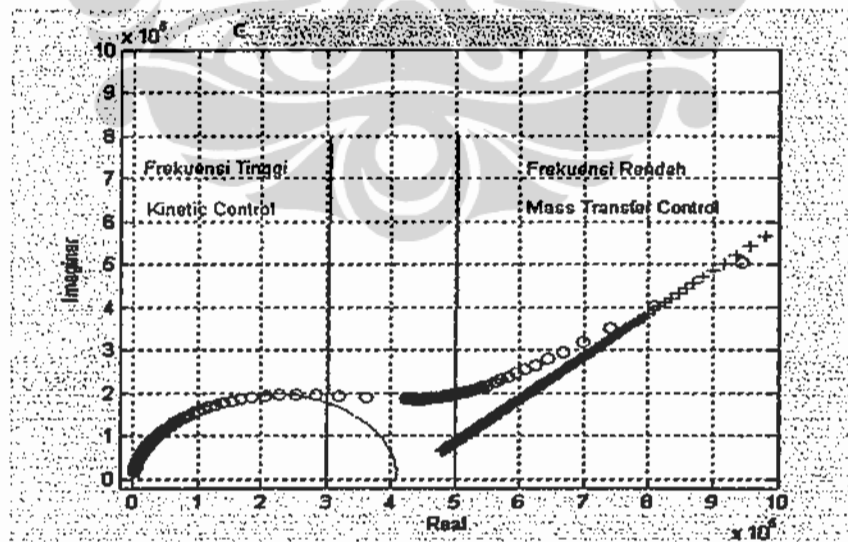


Gambar 2.15. Separator berpori berbasis polimer dari Exxon mobil[70].

Prinsip separator berpori menjadi sarana penerapan konsep elektrolit padat yang menyesuaikan dengan penggunaan elektrolit cair. Banyak penerapan elektrolit padat berbasis polimer menggunakan prinsip ini, sebagaimana dijelaskan di atas [71,72,73]. Hal ini dapat diterapkan dalam lembaran komposit keramik yang dibuat dalam penelitian ini. Pori – pori yang timbul dapat diisi oleh garam lithium melalui proses infiltrasi dari kondisi cair. Penutupan pori dengan garam lithium dapat membuat lembaran komposit memenuhi syarat sebagai elektrolit tanpa pori.

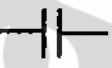
2.3.7. Impedansi Elektrokemi

Pergerakan elektron dan ionik dalam baterai lithium dapat diamati secara elektrokimiawi dengan menggunakan metoda EIS (*Electrochemical Impedance Spectrometry*). Impedansi elektrokimia biasa diukur dengan menggunakan sebuah tegangan AC (U) pada sebuah sel elektrokimia dan mengukur arus listrik yang melalui sel. Arus massa dalam elektrolit dipengaruhi oleh besaran frekuensi, dimana kontrol kinetik sangat menonjol ketika frekuensi masih tinggi. Kontrol arus akan dipengaruhi oleh transfer massa saat frekuensi rendah, seperti di Gambar 2.16.



Gambar 2.16. Bentuk grafik impedansi saat frekuensi tinggi dan rendah[74].

Sebuah sel elektrokimia mirip dengan sebuah hambatan. Contohnya larutan elektrolit berkelakuan sebagai sebuah hambatan ohmik. Kapasitor juga merupakan element penting dalam impedansi elektrokimia spektroskopi-*electrochemical impedance spectroscopy* (EIS). Ruang diantara elektroda dan larutan secara ideal berkelakuan sebagai sebuah kapasitor yang disebut kapasitansi keping ganda elektrik-*electrical double layer capacitance*. Besar impedansi kapasitor adalah $1/\omega C$, dan sudut fase 90°

Kapasitansi :  $Z = \frac{1}{\omega C}$ (2.21)

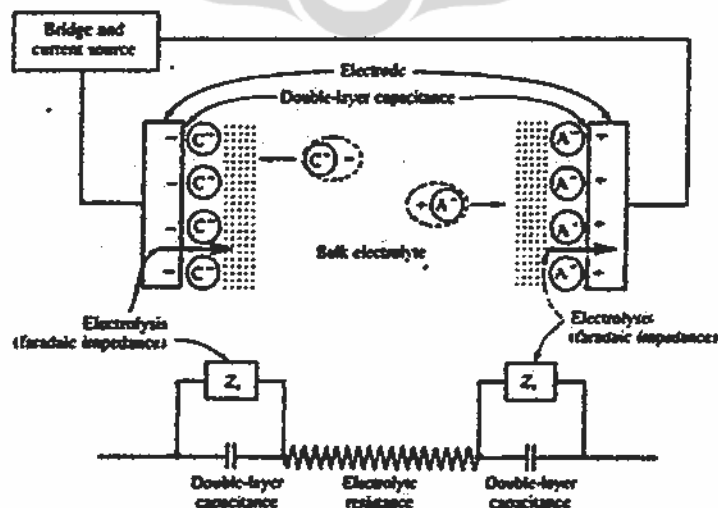
dimana impedansi merupakan pembagian antara tegangan potensial dan arus listrik.

Sel elektrokimia sederhana berkelakuan seperti sebuah hambatan dan sebuah kapasitor di Gambar 2.17.



Gambar 2.17. Rangkaian sel elektrokimia sederhana [74].

Penggambaran impedansi dari sebuah sel dapat dilihat secara skematis dan lengkap di Gambar 2.18.



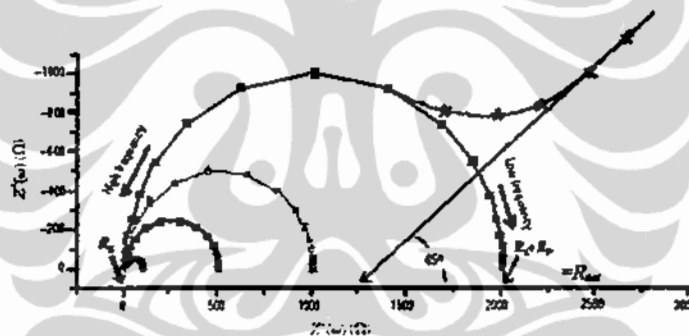
Gambar 2.18. Arus massa pada sebuah sel[75].

R_{sol} merupakan hambatan ohmik dari elektrolit dan C_d merupakan kapasitansi keping ganda. Pada frekuensi tinggi, besar impedansi sel seperti ini sama dengan R_{tot} dengan sudut beda fase 0° . Pada frekuensi rendah impedansi akan bergantung pada frekuensi dan memiliki beda fase 90° . Pada frekuensi intermediat sudut fase akan berharga antara 0° dan -90° .

Notasi untuk impedansi kompleks adalah:

$$Z = Z' + iZ'' \quad \text{dengan} \quad i = \sqrt{-1} \quad (2.22)$$

Jika nilai impedansi real (Z') diproyeksikan pada sumbu-X dan nilai impedansi imajiner (Z'') diroyeksikan pada sumbu-Y, maka akan diperoleh grafik seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.19.



Gambar 2.19. Grafik Nyquist dengan menunjukkan adanya impedansi Warburg [74]

Grafik pada Gambar 2.19 disebut grafik Nyquist. Pada grafik terlihat nilai impedansi Warburg yang ditunjukkan oleh garis 45° pada frekuensi rendah. Impedansi Warburg disebabkan oleh transfer muatan ke dan dari elektroda. Dari Persamaan 3, maka impedansi sebuah sel elektrokimia adalah:

$$|Z| = (Z'^2 + Z''^2)^{1/2} \quad (2.23)$$

Maka notasi impedansi kompleks untuk sebuah sel elektrokimia adalah :

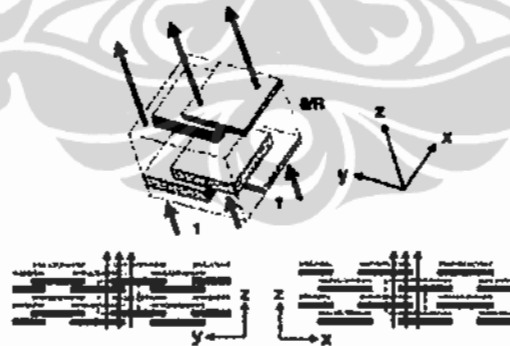
$$Z = R_{tot} - i/\omega \cdot C_d \quad (2.24)$$

Untuk mendapatkan nilai R_{tot} , maka kita harus mendapatkan $Z''=0$ dengan cara melakukan ekstrapolasi membentuk setengah lingkaran seperti pada gambar di atas. Dari nilai $Z = R_{tot}$ ini, kita dapat menentukan konduktifitas bahan dengan menggunakan persamaan :

$$R = \rho \frac{l}{A} \quad (2.25)$$

dengan: R = Resistivitas bahan (ohm)
 ρ = Hambatan jenis bahan (ohm.m)
 l = Tebal bahan (m)
 A = Luas penampang bahan (m^2)

Gerakan arus massa listrik dalam bahan berpori dapat dijelaskan dengan model seperti di Gambar 2.20. Kondisi ini jelas sangat mempengaruhi nilai konduktifitas bahan.



Gambar 2.20. Model bahan berpori dengan arah arus massa listrik[76].

2.4. SODA LIME SILICA

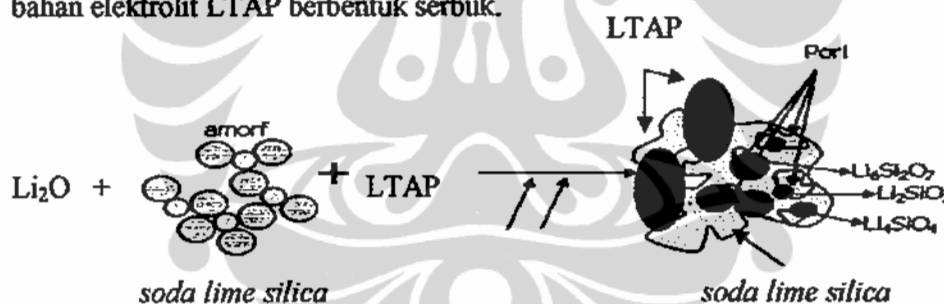
2.4.1. Bahan Komposit

Komponen elektrolit dari sel baterai lithium akan dibuat dalam bentuk komposit, karena bahan elektrolit LTAP masih susah dibentuk dalam lembaran

secara mandiri. Sehingga bahan lain dibutuhkan untuk mendukungnya dalam memperkuat pembentukan lembaran komponen sel, yaitu gelas kaca jendela (*window glasses*). Bahan komposit merupakan perpaduan antara dua bahan atau lebih yang bercampur tanpa bereaksi. Bagian terbanyak atau medium bagi bagian yang lain dalam komposit disebut sebagai matrik dan bagian yang lain disebut sebagai *filler*. Bahan komposit terbagi menurut jenis matriknya menjadi [77]:

1. Komposit dengan matrik logam (Metal Matrix Composite (MMC)),
2. Komposit dengan matrik polimer (Polimer Matrix Composite (PMC)),
3. Komposit dengan matrik keramik (Ceramic Matrix Composite (CMC)).

Bahan gelas termasuk dalam klasifikasi bahan keramik, maka komposit bermatrik gelas, seperti dalam penelitian ini, masuk dalam golongan CMC. Walaupun jumlah bahan gelas yang digunakan lebih sedikit dari filler, bahan gelas yang lebih berfungsi sebagai medium perekat bagi terbentuknya lembaran dikatakan sebagai matriks dalam komposit. Sehingga filler seakan – akan tersebar dalam medium perekat tersebut, sebagaimana di Gambar 2.21. Filler-nya adalah bahan elektrolit LTAP berbentuk serbuk.



Gambar 2.21. Konsep perekatan yang diinginkan dari *soda lime silica*

Proses *wetting* terjadi akibat pelunakan dari *soda lime silica* pada saat pemanasan atau proses sintering di atas suhu transisi gelas.

2.4.2. Gelas

Kebanyakan bahan alam dan rekayasa merupakan bahan kristalin, yaitu bahan yang mempunyai keteraturan dalam struktur kristalnya. Pengembangan

bahan selanjutnya menunjukkan adanya bahan yang dapat mempunyai ketidakteraturan dalam struktur kristalnya, yaitu bahan amorf atau gelas. Dalam teknologi keramik gelas merupakan salah satu bahan yang sudah dikenal secara komersial. Pembentukan bahan gelas dari bahan keramik mempunyai tiga bagian dari fungsi penggunaan unsur pembentuknya, yaitu :

1. pembentuk gelas (*glass formers*)
2. elemen intermediasi yang umumnya dari logam – logam berat
3. ion modifikasi jaringan (*ion modifiers network*)

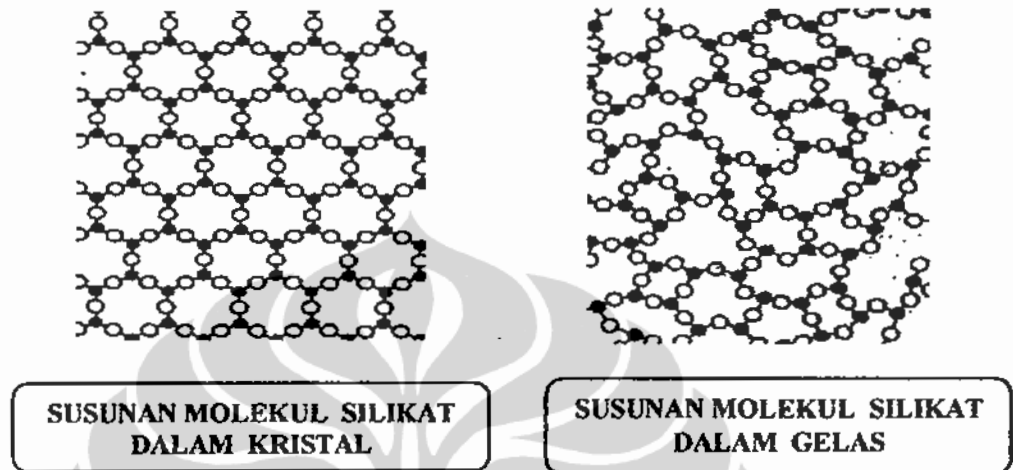
Contoh unsur pembentuk bahan gelas dapat dilihat di Tabel II.4.

Tabel II.4. Unsur – unsur penting pembentukan bahan gelas [78]

	M in MO.	Valence	Dissociation Energy per MO. (kcal/g-atom)	Coordination Number	Single-Bond Strength (kcal/g-atom)
Glass formers	B	3	356	3	119
	Si	4	424	4	106
	Ge	4	431	4	108
	Al	3	402-317	4	101-79
	B	3	356	4	89
	P	5	442	4	111-88
	V	5	449	4	112-90
	As	5	349	4	87-70
	Sb	5	339	4	85-68
	Zr	4	485	6	81
Intermediates	Ti	4	435	6	73
	Zn	2	144	2	72
	Pb	2	145	2	73
	Al	3	317-402	6	53-67
	Th	4	516	8	64
	Be	2	250	4	63
	Zr	4	485	8	61
	Cd	2	119	2	60
Modifiers	Sc	3	362	6	60
	La	3	406	7	58
	Y	3	399	8	50
	Sn	4	278	6	46
	Ga	3	267	6	45
	In	3	259	6	43
	Th	4	516	12	43
	Pb	4	232	6	39
	Mg	2	222	6	37
	Li	1	144	4	36
	Pb	2	145	4	36
	Zn	2	144	4	36
	Ba	2	260	8	33
	Ca	2	257	8	32

Sumber : Kingery, W.D., *Introduction to Ceramics*, 1976

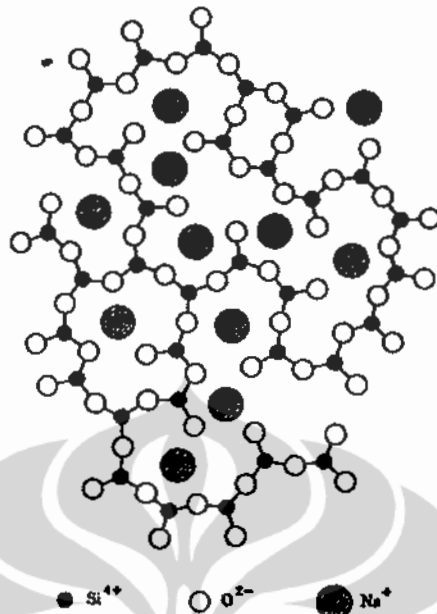
Gelas komersil pada umumnya dibuat dari bahan silikat, dengan struktur tetrahedral SiO_4 ditambah beberapa ion modifikasi. Perbedaan struktur kristal silikat dalam bentuk gelas atau amorf sangat beda dengan bentuk kristal, seperti Gambar 2.22.



Gambar 2.22. Perbedaan silikat dalam bentuk gelas dan kristal[79].

Bila gelas hanya terdiri dari silika (SiO_2), maka setiap oksigen merupakan penghubung, sehingga gelas menjadi kaku. Susunan molekul dari gelas silika menjadi amorf yang masih mempunyai jaringan pada strukturnya, seperti di Gambar 2.15. Gelas silika umumnya mengandung ion pengubah jaringan (*ion modifier network*). Pengubah jaringan ini umumnya adalah oksida seperti CaO dan Na_2O , dan merupakan kation dalam struktur[79]. Beberapa ion lain dapat dilihat di Tabel II.4.

Penambahan Na_2O pada gelas akan menghasilkan dua ion Na^+ dan dua ion oksigen masing – masing dengan satu muatan negatif. Ion oksigen ini bukan ion penghubung dan terikat pada satu atom silikon .Penambahan sebuah ion Ca^{2+} akan menghasilkan dua ion oksigen bukan ion penghubung . Adanya ion oksigen bukan penghubung mengurangi energi aktivasi yang diperlukan sebuah atom untuk bergerak dalam gelas. Jaringan pada gelas menjadi lebih terbuka, seperti di Gambar 2.23.



Gambar 2.23. Jaringan silikat yang terbuka [78].

2.4.3. Digram Fase Soda lime silica

Gelas komersial ada beberapa macam yang dibedakan oleh komposisi dari unsur pembentuknya. Pengelompokan gelas dapat dilihat di Tabel II.5 dengan unsur pembentuknya.

Tabel II.5. Jenis gelas komersil [78].

Glass	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	BaO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	F ₂	ZnO	PbO	B ₂ C
Container flint	72.7	2.0	0.06	10.4		0.5	13.6	0.4	0.3	0.2			
Container amber	72.5	2.0	0.1	10.2		0.6	14.4	0.2	S-0.02	0.2			
Container flint	71.2	2.1	0.05	6.3	3.9	0.5	15.1	0.4	0.3	0.1			
Container flint	70.4	1.4	0.06	10.8	2.7	0.7	13.1	0.6	0.2	0.1			
Window green	71.7	0.2	0.1	9.6	4.4		13.1			0.4			
Window	72.0	1.3		8.2	3.5		14.3	0.3	0.3				
Plate	71.6	1.0		9.8	4.3		13.3		0.2				
Opal jar	71.2	7.3		4.8			12.2	2.0		4.2			
Opal illumination	59.0	8.9		4.6	2.0		7.5			5.0	12.0	3.0	
Ruby selenium	67.2	1.8	0.03	1.9	0.4		14.6	1.2	S-0.1	0.4	11.2		0.
Ruby	72.0	2.0	0.04	9.0			16.6	0.2		Tr.*			
Borosilicate	76.2	3.7		0.8			5.4	0.4					13.
Borosilicate	74.3	5.6		0.9		2.2	6.6	0.4					10.
Borosilicate	81.0	2.5					4.5						12.
Fiber glass	54.5	14.5	0.4	15.9	4.4		0.5			0.3			10.
Lead tableware	66.0	0.9		0.7		0.5	6.0	9.5				15.5	0.
Lead technical	56.3	1.3					4.7	7.2				29.5	0.
Lamp bulb	72.9	2.2		4.7	3.6		16.3	0.2	0.2				0.
Heat absorbing	70.7	4.3	0.8	9.4	3.7	0.9	9.8	0.7		Tr.*			0.

Sumber : Kingery, W.D., *Introduction to Ceramics*, 1976

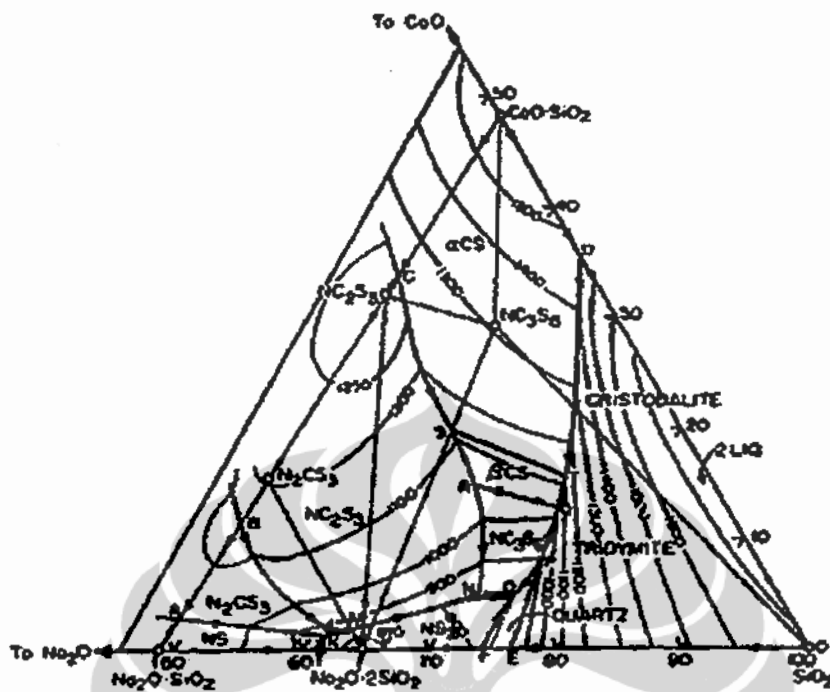
Soda lime silica yang digunakan merupakan *widows glasses* yang berada di Indonesia. Hasil analisa XRF dari *window glasses* memberikan data kandungan yang terdapat di dalam bahan gelas, seperti pada Tabel II.6.

Tabel II.6. Kandungan *window glasses* Indonesia[80]

No	Oksida	Kadar(%)
1	ZnO	<0,0001
2	TiO ₂	0,074
3	BaO	<0,0001
4	Fe ₂ O ₃	<0,0001
5	CaO	8,1
6	Na ₂ O	11,6
7	K ₂ O	0,053
8	MgO	3,58
9	SiO ₂	58,7
10	Al ₂ O ₃	0,19
11	LOI	17,7

Sumber : Bambang Prihandoko, "Pembuatan Dan Karakterisasi Komposit Elektrolit LTAP Bermatrik Gelas", Tesis, Program Pasca Sarjana, FT-UI, 2005.

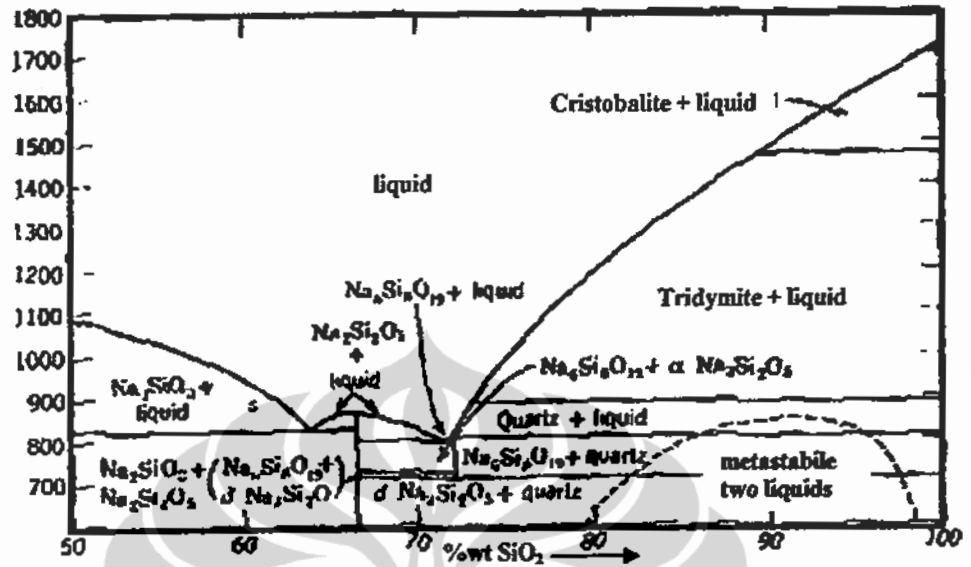
Hasil analisa XRF memberikan data kandungan yang terdapat di dalam bahan gelas, seperti pada Tabel II.6. Bahan gelas kaca ini mengandung unsur terbesar pada natrium oksida (soda) 11,6%, kalsium oksida (lime) 8,1% dan silika 58,7%. Apabila LOI tidak dimasukkan dalam kandungan, maka soda Na₂O 11,6% menjadi 14,1%, lime CaO 8,1% jadi 9,8% dan silika SiO₂ 58,7% jadi 71,3%. Oleh karena itu bahan gelas kaca jendela di Indonesia memenuhi persyaratan bahan gelas komersial dari jenis *window glasses* atau *soda lime silica*. Pada Tabel II.5 komposisi kimia *window glasses* adalah soda (Na₂O) 14,3% , lime (CaO) 8,2% dan silika (SiO₂) 72%. Unsur lain yang nampak adalah MgO, K₂O dan Al₂O₃. Gelas ini dikenal di Indonesia sebagai kaca jendela yang bening (tidak berwarna). Soda Lime Silika yang mempunyai diagram fase ternair di Gambar 2.24.



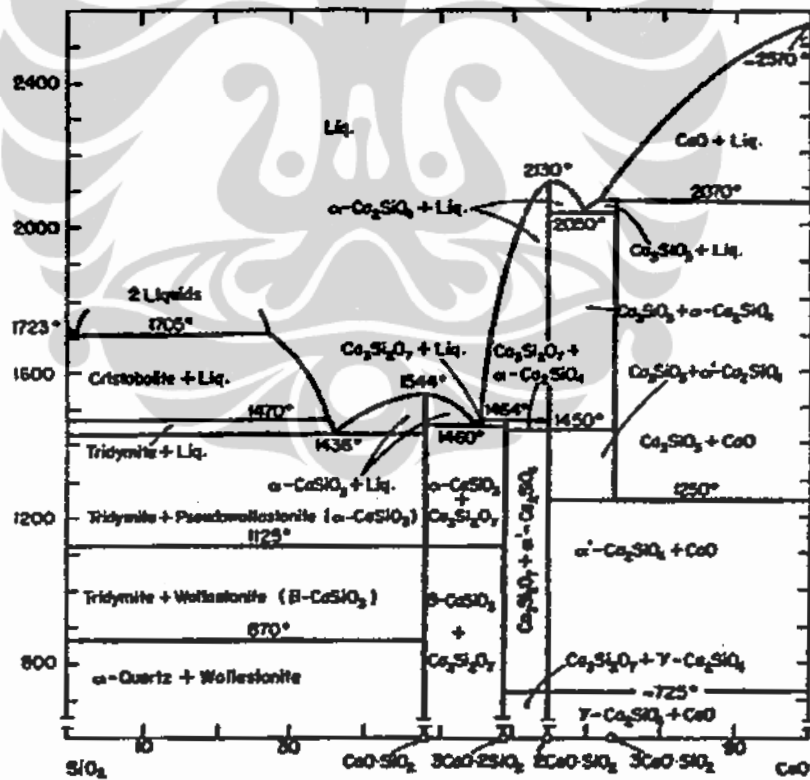
Gambar 2.24. Diagram fase ternair dari *soda lime silica*[81].

Diagram di atas memberikan kode N untuk *soda*, C untuk *lime* dan S untuk *silica*. Gelas kaca jendela dalam diagram ternair di atas ditunjukkan di daerah NC_3S_6 . Rentang komposisi di daerah NC_3S_6 , menunjukkan pada perbandingan antara soda, lime dan silica yang mungkin muncul di gelas kaca jendela[82]. Silika sangat dominan dan menjadi basis pembentuk bahan gelas ini.

Diagram fase ternair di atas dibentuk oleh dua diagram fase binair dari soda silica dan lime silica yang terdapat di Gambar 2.25.



a. Diagram fase binair dari Na_2O dan SiO_2

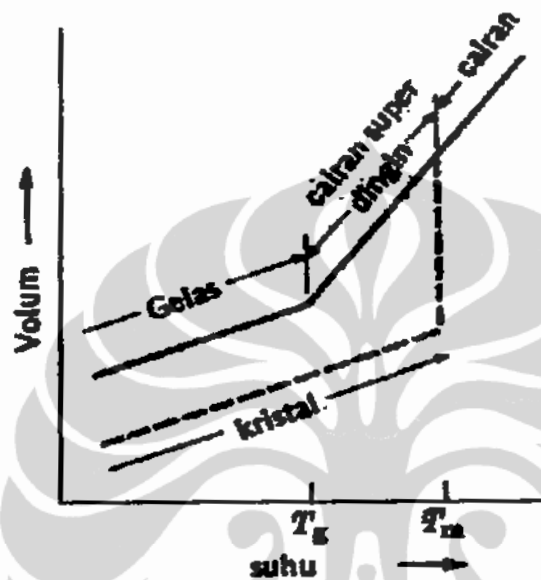


b. Diagram fase binair dari CaO dan SiO_2

Gambar 2.25. Diagram fase sekunder dari soda dan lime silica [81,83].

2.4.4. Transisi Gelas

Gelas kadang – kadang dapat dianggap sebagai cairan yang sangat kental (viskos) karena bukan kristalin (*amorf*). Pada suhu yang tinggi di atas T_m , gelas merupakan cairan sejati (Gambar 2.26).



Gambar 2.26. Grafik perubahan volume pada cairan pendinginan cepat.[79]

Atom – atom mempunyai kebebasan gerak dan dapat bergeser. Bila gelas komersil dalam keadaan cair didinginkan dengan cepat, maka penyusutan termal terjadi oleh karena atom – atom mengadakan pengaturan kembali dan membentuk tumpukan yang lebih efisien. Kontraksi ini merupakan sifat khas dari semua fasa cair, akan tetapi, dengan pendinginan yang lebih ekstensif, terjadi perubahan koefisien muai yang mendadak. Di bawah suhu tertentu yang disebut suhu transisi gelas, atau suhu gelas, T_g , tidak terdapat pengaturan kembali dari atom – atom dan penyusutan disebabkan oleh getaran termal yang kecil. Tabel II.7 memberikan informasi beberapa temperatur transisi gelas dari beberapa bahan gelas.

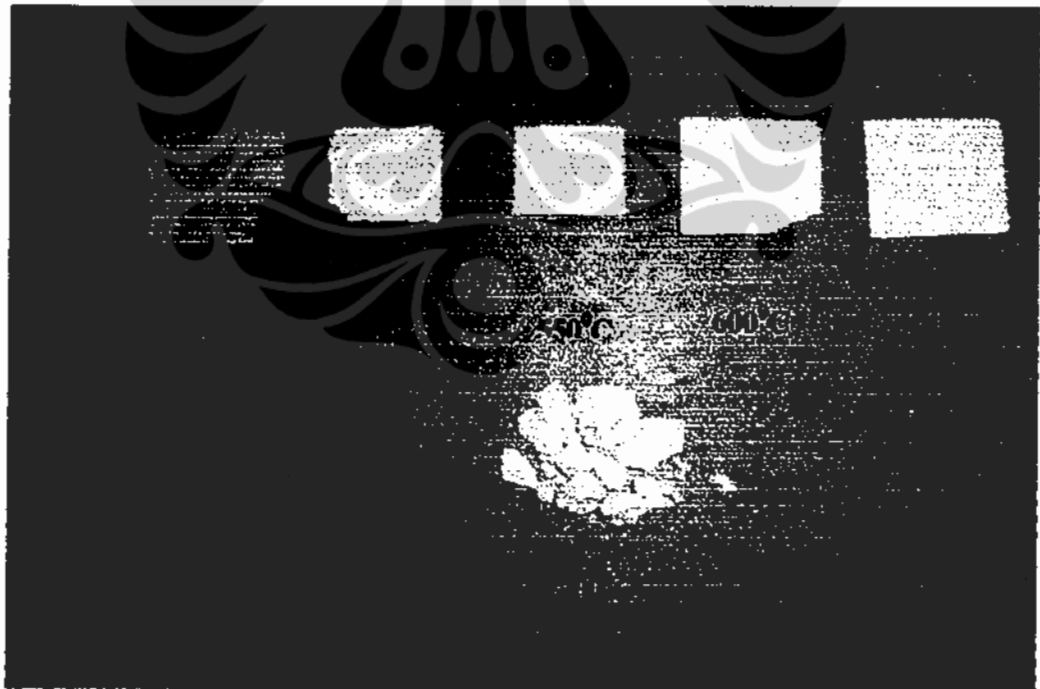
Temperatur transisi material gelas secara sederhana disebut juga dengan temperatur dimana pada saat itu material yang molekulnya mempunyai mobilitas yang sangat kecil. Pada skala yang lebih besar, pada suhu dibawah temperatur T_g bahan bersifat kaku dan rapuh dan diatas suhu T_g bahan bersifat

lebih elastis. Tahap T_g tak berbentuk pada umumnya dapat digunakan untuk pembuatan plastik dan juga untuk pembuatan kaca.

Tabel II.7. Temperatur gelas transisi (T_g) beberapa bahan gelas [84]

Gelas	$T_g(^{\circ}\text{C})$ pengukuran	$T_g(^{\circ}\text{C})$ perhitungan
Gelas silikat	~1200	-
Pyreks	550	350
Kaca jendela	550	270

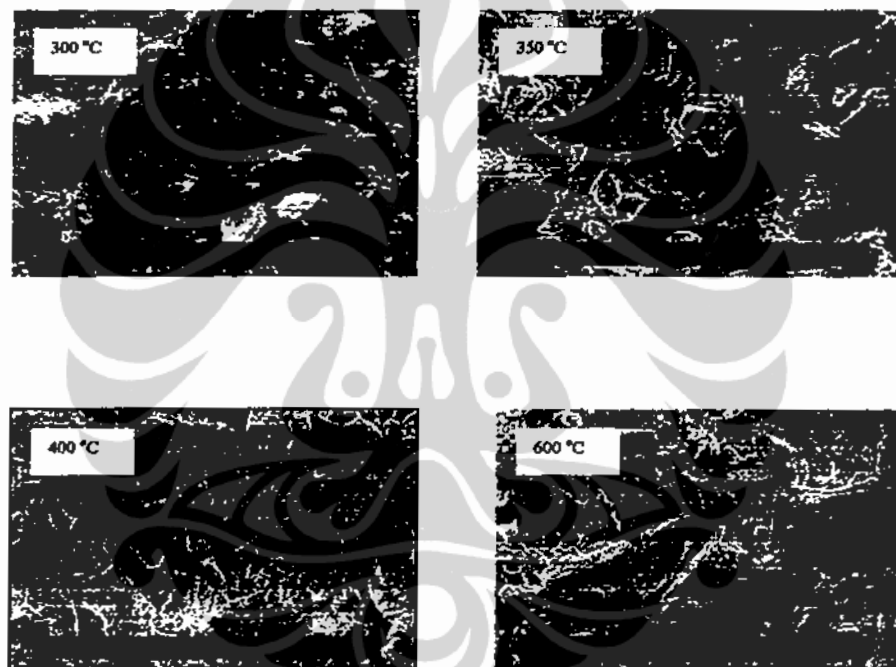
Proses *heat treatment* awal akan dilakukan pada temperatur di atas 270°C , yaitu 300°C sampai dengan 700°C . Percobaan awal ini dilakukan untuk menentukan temperatur yang terbaik untuk proses *heat treatment*. Hasil perlakuan panas di sekitar temperatur transisi gelas diamati secara visual ini memberikan gambaran juga pada perubahan bentuk dari sampel, sebagaimana terlihat pada Gambar 2.27.



Gambar 2.27. Sampel hasil perlakuan panas pada beberapa temperature[80]

Perlakuan panas pada suhu antara 300⁰C dan 550⁰C menghasilkan sampel yang berwarna kehitam-hitaman dan permukaannya tidak merata, serta pada umumnya retak. Bahan gelas belum sepenuhnya memasuki daerah yang melunak pada temperatur tersebut. Sampel – sampel ini tidak dilakukan pengukuran konduktifitas ionik dikarenakan proses pelunakan gelas belum sempurna.

Hasil perlakuan panas yang berhasil adalah pada suhu 600⁰C dan 650⁰C dengan warna putih dan tidak ada perubahan bentuk. Sampel pada suhu ini secara visual cukup kuat atau tidak mudah rapuh. Pada suhu 700⁰C reaksi terjadi antara LTAP dengan bahan gelas yang seharusnya tidak boleh terjadi dalam pembuatan komposit elektrolit ini.

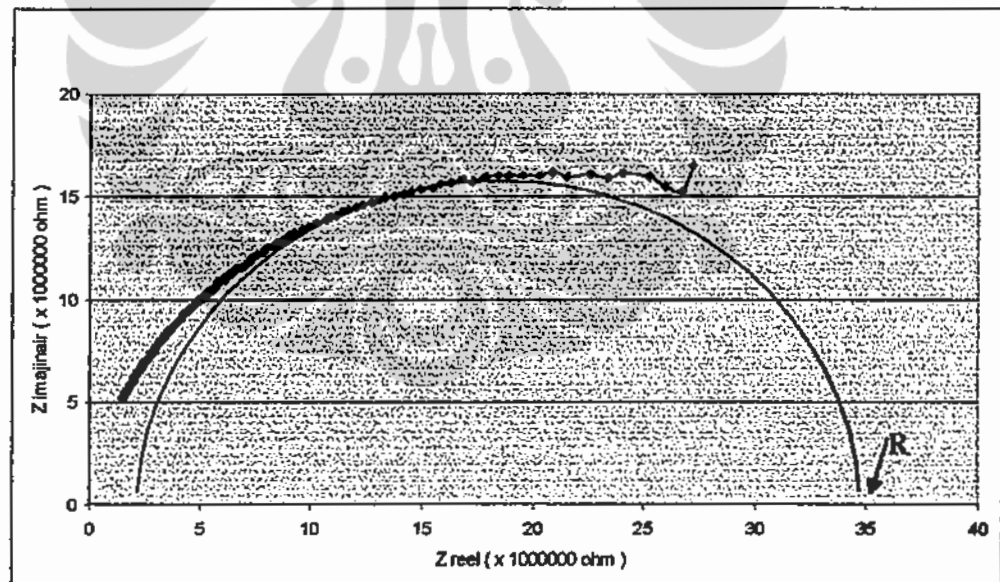


Gambar 2.28. Hasil foto SEM dari komposit LTAP bermatrik gelas dengan variasi suhu sinteringi dan pembesaran 740x.[80]

Gambar 2.28 memperlihatkan bahwa produk komposit elektrolit padat LTAP dengan matriks gelas pada suhu pembakaran 300⁰C produk sudah mulai melembek, tetapi masih terlihat gumpalan – gumpalan, dan permukaan yang tidak merata. Pada suhu pembakaran 350⁰C permukaan komposit juga sangat tidak merata , tetapi Penyebaran LTAP di dalam produk komposit dengan matriks gelas

pada suhu pembakaran 350°C ini sudah mulai kelihatan menyebar dengan baik. Pada suhu pembakaran 400 °C permukaan produk sudah kelihatan lebih merata. Penyebaran LTAP dalam produk komposit dengan matriks gelas pada suhu 400°C ini tidak begitu menyebar dengan baik dibandingkan dengan produk suhu pembakaran 600°C. Peningkatan suhu pembakaran yang dilakukan dalam pembuatan produk komposit elektrolit pada LTAP dengan matriks gelas diiringi juga dengan kualitas Penyebaran LTAP di dalam produk komposit dengan matriks gelas ini. Sedangkan dalam hal keadaan permukaan, suhu pembakaran yang baik terlihat pada produk dengan suhu pembakaran 600°C dimana permukaannya kelihatan lebih rata, bahan gelas melunak dengan bagus pada butiran serbuk LTAP, sehingga butiran LTAP tersembunyi oleh bahan gelas.

Sifat konduktivitas listrik produk komposit elektrolit padat LTAP dengan matrik gelas diperoleh dengan mengukur tahanan (resistansi) bahan pada suhu kamar dengan metoda impedansi kompleks. Gambar 2.29. merupakan hasil pengukuran impedansi dari bahan komposit LTAP dengan matrik gelas untuk perlakuan panas pada suhu 600°C.

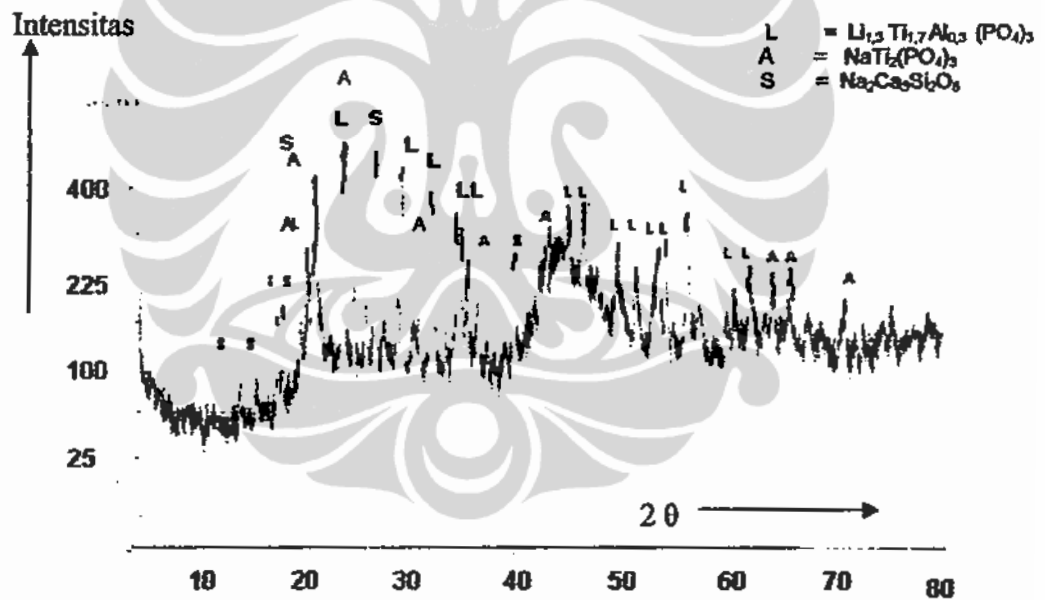


Gambar 2.29. Grafik impedansi kompleks produk suhu pembakaran 600°C [80]

Gejala *warbrug*, yang diharapkan bagi bahan elektrolit, sudah mulai nampak pada ujung grafik sebagai gejala gerakan ionik pada sampel di Gambar 2.22, sehingga sampel ini dapat digunakan sebagai bahan elektrolit. Sampel dengan perlakuan panas pada suhu 650°C tidak menunjukkan gejala ini.

Extrapolasi ke sumbu x dari setengah lingkaran akan didapat harga impedansi real atau resistor. Persamaan 3 dalam perhitungan konduktifitas ionik menggunakan hubungan antara tebal sampel ($t=0,219\text{cm}$), luas lembaran yang diolesi pasta perak ($A=1,96\text{cm}^2$), dan hambatan ($R=38\text{ M ohm}$), maka nilai konduktifitas (σ) adalah $2,94 \cdot 10^{-7}\text{ S/m}$. Hasil konduktifitas sangat rendah dibandingkan dengan bahan LTAP sendiri ($7 \cdot 10^{-2}\text{ S/m}$).

Hasil analisa XRD dari gelas matrik komposit elektrolit LTAP ditunjukkan pada Gambar 2.30.



Gambar 2.30. XRD patron dari gelas matrik komposit elektrolit LTAP dengan suhu sintering 650°C [80]

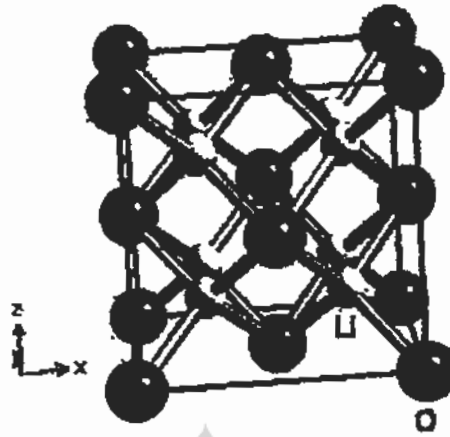
Bahan gelas sebagian menjadi kristalin seperti di Gambar 2.30. Kompleksnya komposisi bahan kaca membuat identifikasi menjadi susah. Beberapa puncak menunjukkan adanya sodium titanium fosfat yang terjadi akibat adanya proses *ion exchange*. Suhu 650°C ternyata sudah bisa membuat

adanya *ion exchange* antara lithium dan sodium. Kondisi ini tidak boleh terjadi, karena bahan elektrolit LTAP tidak boleh berubah dalam proses *sintering*.

Puncak – puncak yang lain masih belum dapat diidentifikasi. Puncak – puncak itu susah diterangkan dengan diagram ternair dari komposisi *soda lime silica* di gambar sebelumnya maupun pada diagram fase binair dari *soda silica* dan *lime silica*. Dalam penentuan temperatur proses hasil XRD patron di Gambar 29 menyatakan, bahwa suhu terbaik untuk menjalankan *heat treatment* adalah suhu 600°C. Sampel hasil *heat treatment* pada suhu 600°C dapat diperoleh impedansinya dengan gejala *warburg*, seperti di Gambar 2.29.

2.4.5. Lithium Oksida (Li_2O)

Lithium oksida akan digunakan sebagai bahan penambah agar bereaksi dengan bahan gelas. Karakteristik dari Li_2O diantaranya serbuk berwarna putih, memiliki titik lebur 1427°C dan densitas 2023 kg m⁻³. Lithium Oksida (Li_2O) merupakan material aditif gelas[85]. Li_2O termasuk elektrolit padat berbasis lithium dan memiliki struktur kristal antifluorite yang dapat menghasilkan vakansi kation dalam jumlah yang besar. Dalam gelas, Li_2O digunakan untuk mengurangi viskositas dan dapat meningkatkan fluiditas. Penambahan 1% Li_2O dapat meningkatkan kadar gelas suatu bahan dan penambahan 3 % Li_2O dapat mengurangi temperatur lebur (*melting temperature*). Li_2O dapat berdifusi ke dalam struktur zat dan hanya menyebabkan sedikit ekspansi *interface* gelas. Satu teori menyatakan bahwa gelas yang mengandung lebih dari 5 mol % Li_2O dapat menimbulkan *interface* yang kaya lithium. Bentuk struktur kristal Li_2O ditunjukkan oleh Gambar 2.31.



Gambar 2.31. Struktur kristal Li_2O [46].

Li_2O diperoleh dari lithium karbonat (Li_2CO_3) melalui proses pembakaran (kalsinasi) pada suhu 700°C untuk melepaskan CO_2 . Persamaan reaksi proses tersebut sebagai berikut [85]:



Li_2O dapat meningkatkan bermacam-macam efek pada permukaan gelas dan meningkatkan *devitrifikasi* pada sistem gelas. Bersama dengan Boron dan Sodium, Li_2O bertindak sebagai peleleh (*melter*) di temperatur yang lebih rendah. Di beberapa sistem, dengan sedikit penambahan lithium akan bereaksi dengan kwarsa selama pembakaran dan akan mengeliminasi transisi alpha-beta kwarsa pada siklus pendinginan.

Sebagaimana terlihat di Tabel II.4 ion Li merupakan salah satu ion modifier network bagi bahan gelas. Penambahan ion Li dalam bahan gelas akan lebih memutus jaringan silikat pada struktur aorf gelas. Sehingga ion yang berada di dalam gelas menjadi leluasa bergerak. Oleh karena itu penambahan ion Li pada kaca jendela akan membuat kaca jendela lebih konduktif ionik, serta menjadi menjadikan kaca jendela sebagai bahan konduktor ionik.

BAB III

METODOLOGI

3.1. ALAT DAN BAHAN

Bahan-bahan dasar yang digunakan dalam proses ini adalah:

1. Lithium Karbonat (Li_2CO_3), Merck, Germany $M = 73,89 \text{ gr/mol}$
2. Titanium Oksida (TiO_2), Merck, Germany $M = 79,9 \text{ gr/mol}$
3. Alumunium Oksida (Al_2O_3), Merck, Germany $M = 101,94 \text{ gr/mol}$.
4. di-Amonium Hidrogen Phosphat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$), Merck, Germany $M = 132,06 \text{ gr/mol}$
5. Metanol (CH_3OH), Merck, Germany $1 \text{ l} = 0,79 \text{ Kg}$
6. Gelas kaca jendela biasa (bukan kaca riben atau berwarna)

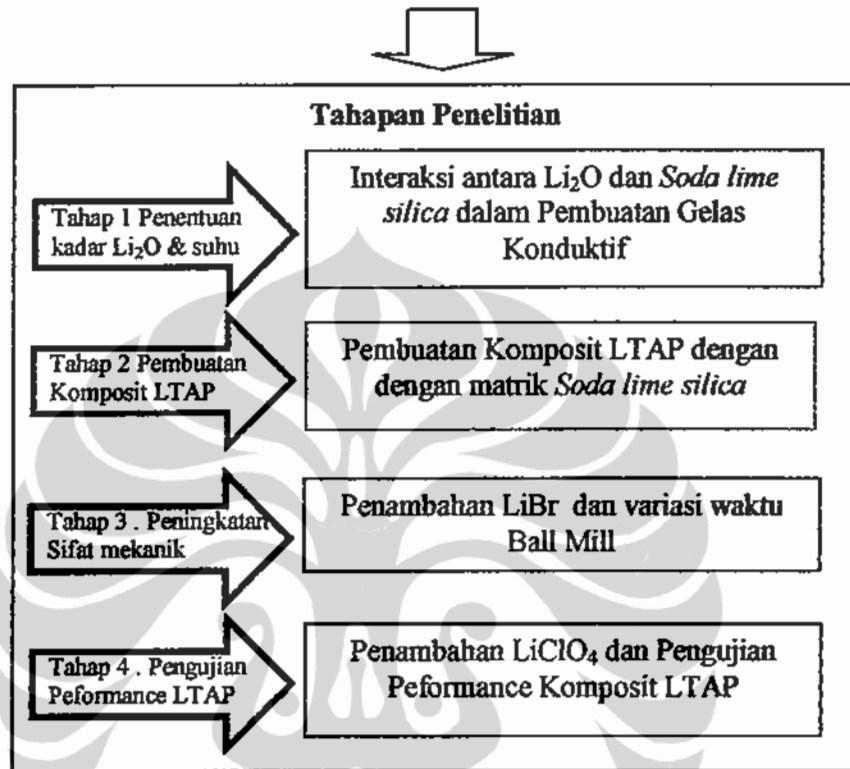
Alat yang digunakan adalah :

1. Melting Furnace
2. Furnace
3. Pipet ukur
4. Beker Gelas
5. Cawan Alumina
6. Cawan penggerus
7. Kaca
8. Timbangan
9. XRD
10. SEM

3.2. DIAGRAM ALIR PENELITIAN

Penelitian disertasi ini akan dilakukan dalam beberapa tahapan setelah dilakukan persiapan serbuk bahan sebagai bahan utama yang digunakan. Tahapan penelitian beserta alur pelaksanaan penelitian dapat dilihat di Gambar 3.1.

PERSIAPAN BAHAN SERBUK			
Pembuatan Serbuk LTAP	Pembuatan Serbuk Li_2O	Pembuatan serbuk <i>soda lime silica</i>	Pembuatan Serbuk LiMn_2O_4



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian

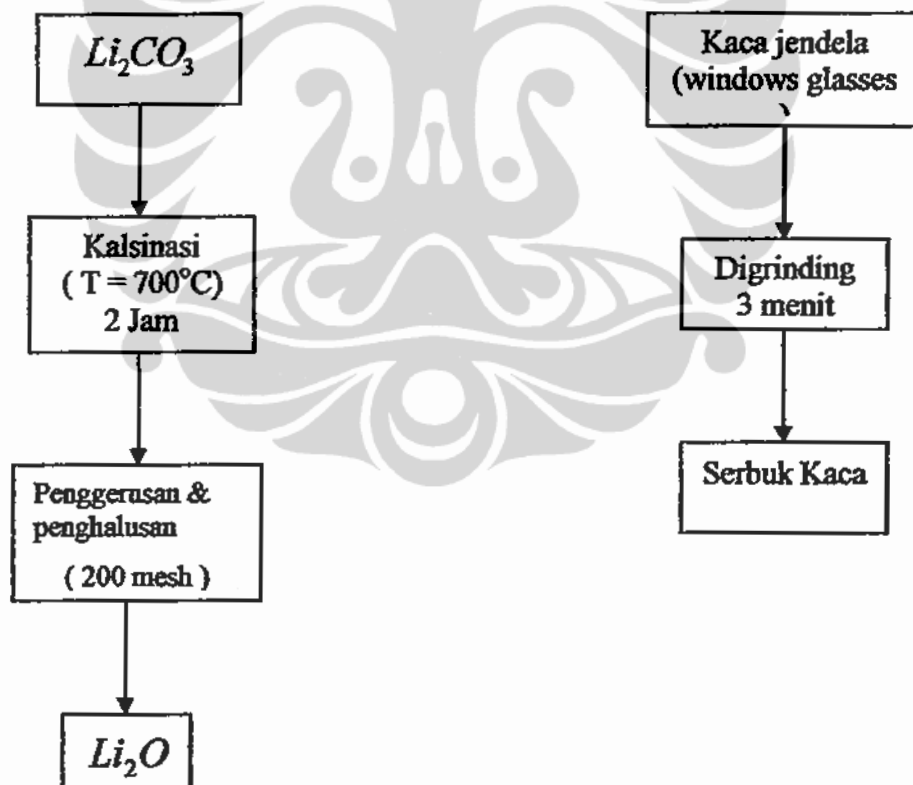
Tahapan penelitian meliputi :

1. Tahap penentuan optimasi kadar Li_2O yang ditambahkan dan suhu *quenching* dalam nitrogen cair. Hal ini bertujuan untuk mengetahui interaksi antara Li_2O dan *soda lime silica*.
2. Pembuatan komposit elektrolit dengan mencampurkan bahan filler LTAP dan bahan matrik *soda lime silica*. Tahapan akan menentukan komposisi optimal antara LTAP dan *soda lime silica*.
3. Peningkatan sifat mekanik lembaran komposit yang dilakukan dengan penambahan LiBr sebagai bahan perekat tambahan dan penghalusan ukuran partikel serbuk dengan bervariasi lama Ball Mill.

4. Pengujian performance lembaran elektrolit dengan penambahan LiClO_4 . Uji ini digunakan untuk melihat respon lembaran elektrolit terhadap komponen anoda dan katoda

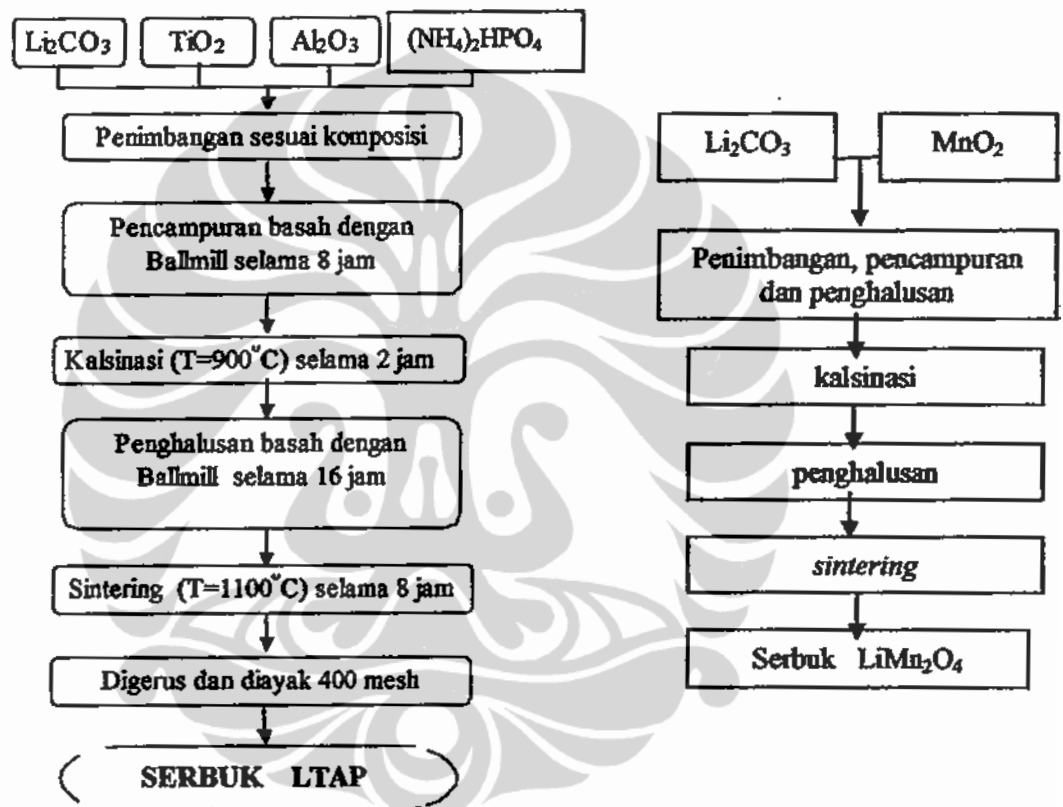
3.2.1. Alir Persiapan Bahan Serbuk

Bahan komponen sel baterai dibuat sendiri dalam laboratorium, baik bahan baku elektrolit dan katoda. Bahan komponen sel ini berupa serbuk. Hanya bahan *soda lime silica* diambil langsung dari pecahan kaca jendela yang didapatkan dari toko – toko kaca atau bangunan. Diagram alir pembuatan serbuk lithium oksida (Li_2O) dan serbuk kaca jendela (Cullet) dilakukan menurut Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Alur pembuatan serbuk lithium oksida (Li_2O) dan serbuk kaca jendela.

Hasil serbuk LTAP dilakukan uji kristal struktur, karena pembentukan kristal struktur LTAP sangat penting dan kemungkinan salahnya besar. Sehingga pembuatan serbuk LTAP cukup hati-hati dan mengikuti prosedur alir pembuatan di Gambar 3.3. Bahan katoda LiMn_2O_4 juga dipersiapkan dalam bentuk serbuk. Pembuatan bahan katoda dan LTAP mengikuti langkah-langkah di Gambar 3.3.[23,86]

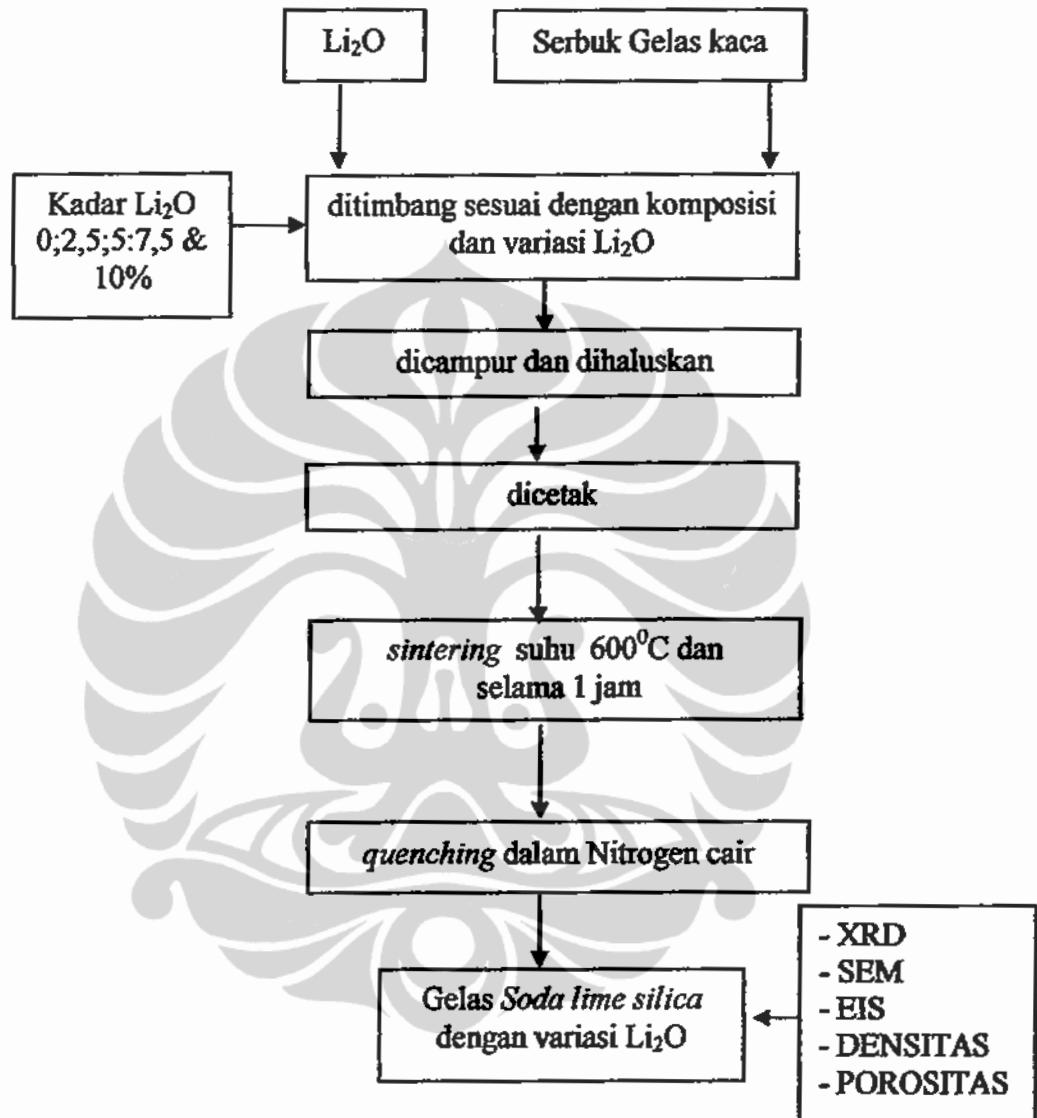


Gambar 3.3. Alur pembuatan serbuk LTAP dan LiMn_2O_4

3.2.2. Interaksi Antara Li_2O Dan Soda lime silica

Penelitian tahap pertama adalah penentuan kadar optimal dari penambahan Li_2O pada serbuk gelas kaca. Kadar Li_2O divariasikan dari 0% sampai 10%wt. Alir pembuatan sampelnya mengikuti Gambar 3.4. Sampelnya diuji untuk mengetahui interaksi antara Li_2O dan soda lime silica. Tahap ini juga dilakukan

untuk mendapatkan cara *quenching* yang tepat dengan menggunakan nitrogen cair dan juga suhu *quenching* yang terjadi.

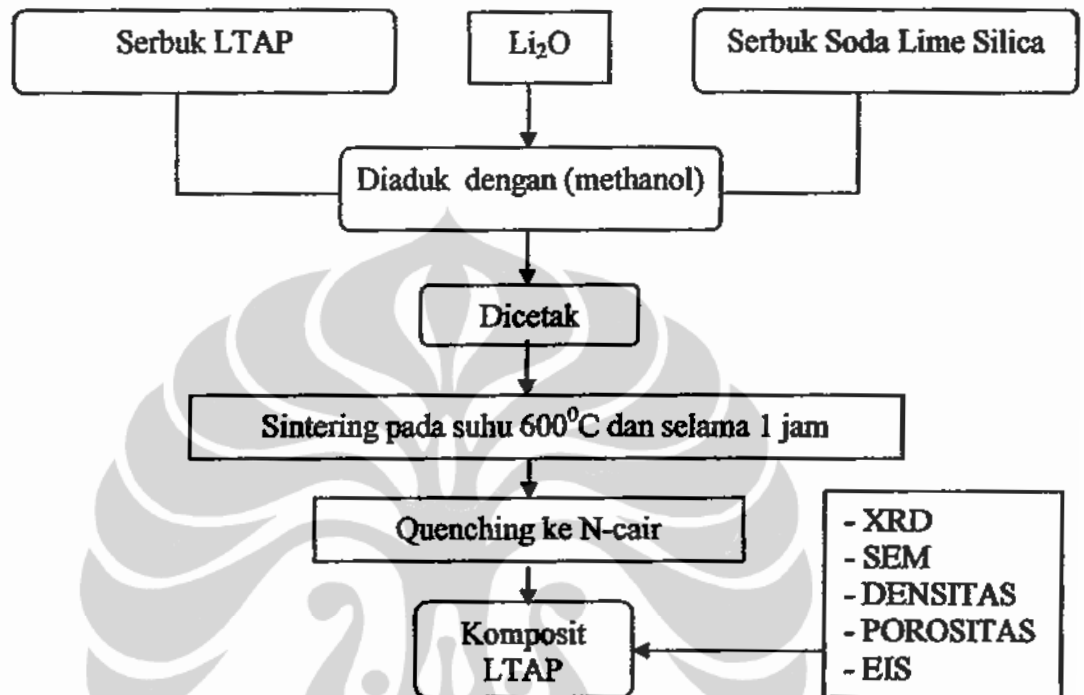


Gambar 3.4. Diagram alir pembuatan bahan gelas *soda lime silica* dengan variasi lithium oksida.

3.2.3. Alir Pembuatan Komposit Elektrolit

Pembuatan komposit elektrolit dilakukan pada tahap kedua dengan mencampurkan serbuk LTAP sebagai filler dan *soda lime silica* yang sudah

ditambah Li_2O sebagai matrik. Serbuk LTAP divariasikan komposisinya dari 0% sampai 80%wt. Pembuatannya mengikuti diagram alir di Gambar 3.5.



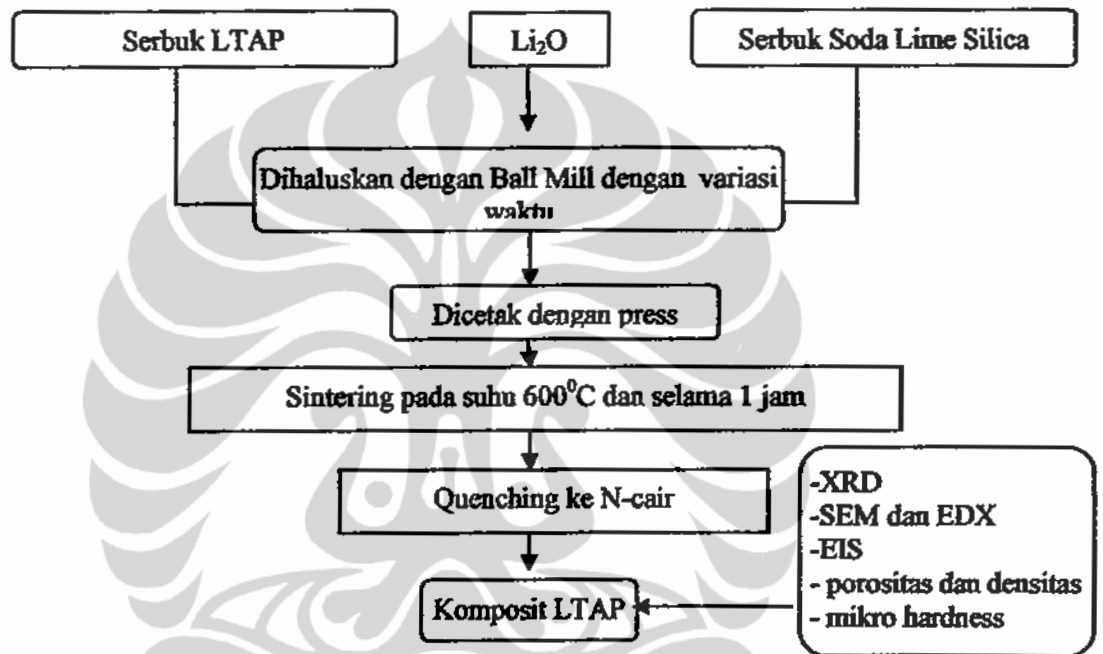
Gambar 3.5. Diagram alir pembuatan bahan gelas *soda lime silica* dengan variasi lithium oksida

Proses pembuatan komposit ini yang dijelaskan di Gambar 3.5. telah dipublikasikan dalam paten Indonesia[87]. Sampel hasil pembuatan dilakukan pengujian terutama dalam nilai konduktifitasnya dan pengaruh lainnya terhadap proses perekatan *soda lime silica*.

3.2.4. Peningkatan Sifat Mekanik

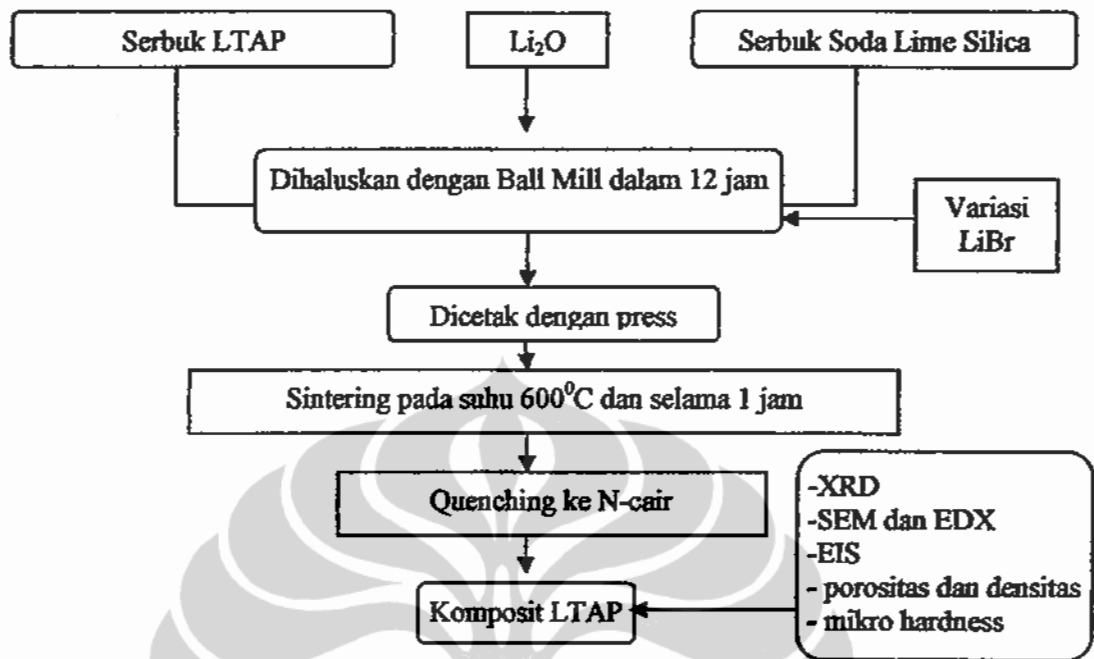
Penelitian tahap ketiga dilakukan untuk meningkatkan sifat mekanik terutama kekuatan lembaran elektrolit. Langkah yang diambil adalah penghalusan ukuran partikel serbuk yang diharapkan kontak permukaan antar serbuk semakin luas dan homogenisasi dari *soda lime silica*. Komposisi komposit

elektrolit diambil 75%wt LTAP, 25%wt *soda lime silica* serta Li_2O 7,5%wt terhadap jumlah *soda lime silica*. Variasi lama Ball Mill adalah dari 0, 12, 24, 36 dan 48 jam. Pembuatan sampel dan percobaannya mengikuti Gambar 3.6 Pencetakan sampel pada tahapan dilakukan dengan press hidrolik, sedangkan sampel sebelumnya dengan cara casting biasa. Selain pengujian konduktifitas, juga pengujian mikro hardness dan SEM EDX dilakukan.



Gambar 3.6. Diagram alir pembuatan komposit elektrolit dengan variasi waktu Ball Mill

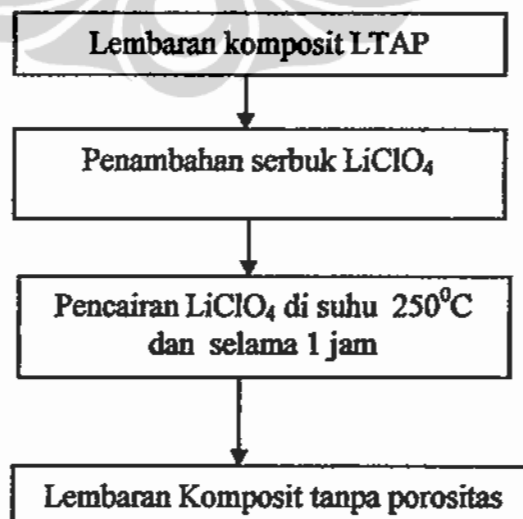
Langkah kedua dilakukan penambahan LiBr yang diharapkan berfungsi sebagai penambah perekat pada sampel. Penambahan LiBr dilakukan dengan variasi antara 0%wt sampai dengan 10%wt LiBr. Alir pembuatan sampel mengikuti Gambar 3.7. Sampel hasil pembuatan diuji dengan beberapa macam pengujian seperti di Gambar 3.7.



Gambar 3.7. Diagram alir pembuatan komposit elektrolit dengan variasi penambahan LiBr

3.2.5. Penambahan Li Salt (LiClO_4) Dalam Lembaran Komposit LTAP

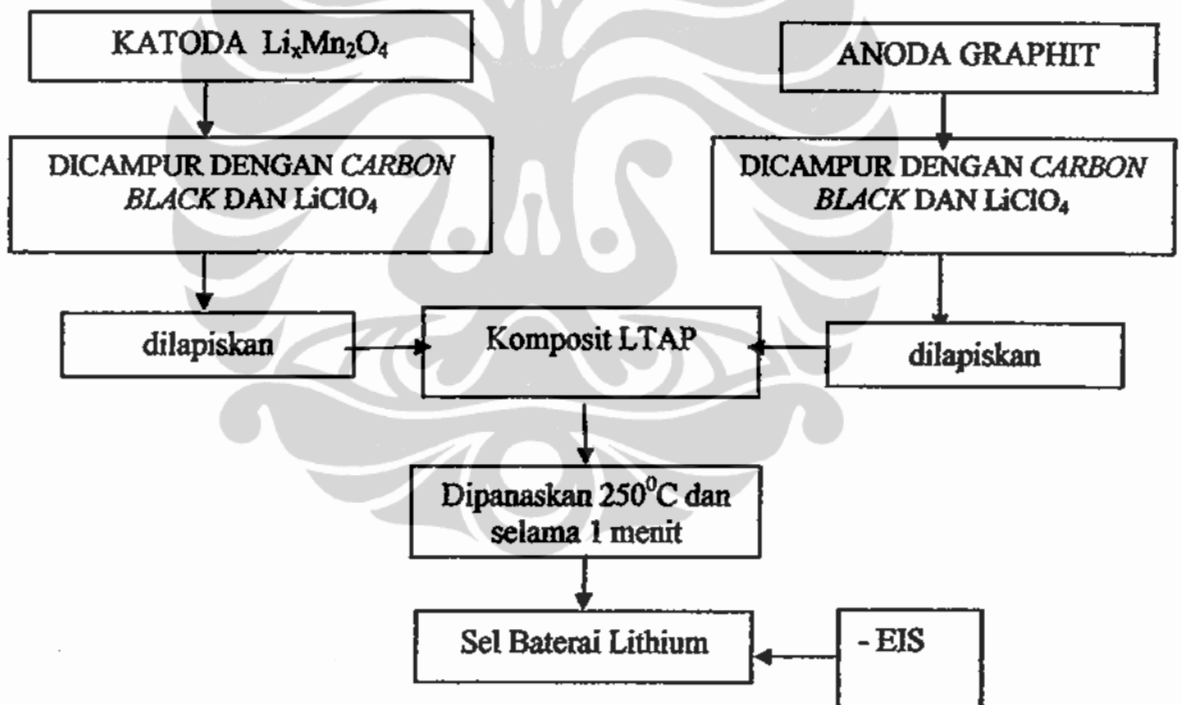
Penelitian tahap terakhir dilakukan untuk mengetahui performance lembaran elektrolit terhadap komponen anoda dan katoda.



Gambar 3.8. Diagram alir penambahan Li salt pada komposit LTAP

3.2.4. Pengujian Performance Komposit LTAP

Pengujian performance komposit dilakukan untuk mengetahui interaksi antara bahan komposit dan bahan elektroda dalam membentuk baterai lithium. Lembaran komposit setelah ditambah Li salt seperti langkah di Gambar 3.8 dilapisi oleh bahan elektroda dengan metoda painting. Bahan katoda LiMn_2O_4 dicampur dulu dengan *carbon black* 5%wt dan LiClO_4 10%wt sebagai katalis oksidasi dan reduksi. Bahan anoda grafit dicampur juga dengan *carbon black* 5%wt dan LiClO_4 10%wt. Proses pembuatan sel baterai padat lithium ini didaftarkan sebagai paten Indonesia [87]. Langkah ini dapat dilihat di Gambar 3.9.



Gambar 3.9. Diagram alir pembuatan sel baterai lithium

Susunan pegabungan antara komposit dan bahan elektroda dilakukan dalam 3 variasi, yaitu :

1. Susunan katoda elektrolit katoda (KEK) untuk melihat interaksi antara bahan komposit dengan bahan katoda,

2. Susunan anoda elektrolit anoda (AEA) untuk melihat interaksi antara bahan komposit dengan bahan anoda,
3. Susunan katoda elektrolit anoda (KEA) atau susunan sel untuk melihat interaksi bahan komposit dalam membentuk sel baterai lithium.

Pengujian sampel hanya dilakukan dengan EIS dalam mengamati proses migrasi elektron dan ion Li di susunan – susunan tersebut.

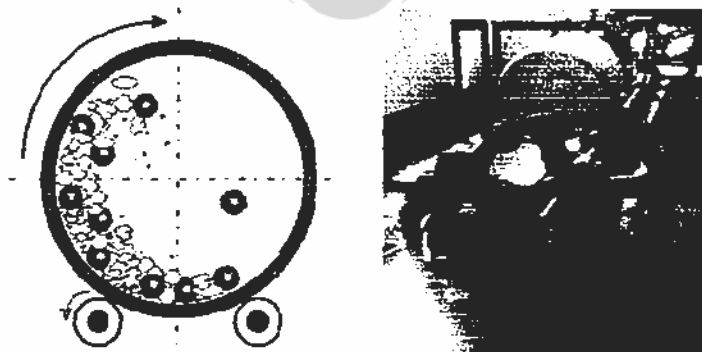
3.4. METODOLOGI PEMBUATAN

Penelitian ini menerapkan beberapa metoda dalam pembuatan serbuk dan sampel, yaitu :

1. Metoda Ball Mill dalam pencampuran dan penghalusan,
2. Metoda casting dan press dalam pembentukan sampel,
3. Metoda metalurgi serbuk,
4. Metoda *quenching* dalam proses pendinginan,
5. Metoda painting dan infiltrasi dalam pelapisan bahan elektroda.

3.4.1. Metoda Ball Mill

Metoda ball mill merupakan metoda pencampuran dan penghalusan yang dilakukan secara *milling* dengan *milling jar* dan bola *milling*. Pencampuran dan penghalusan terjadi melalui tumbukan di antar bola *milling* dan dengan dinding *milling jar*, seperti terlihat di Gambar 3.10.



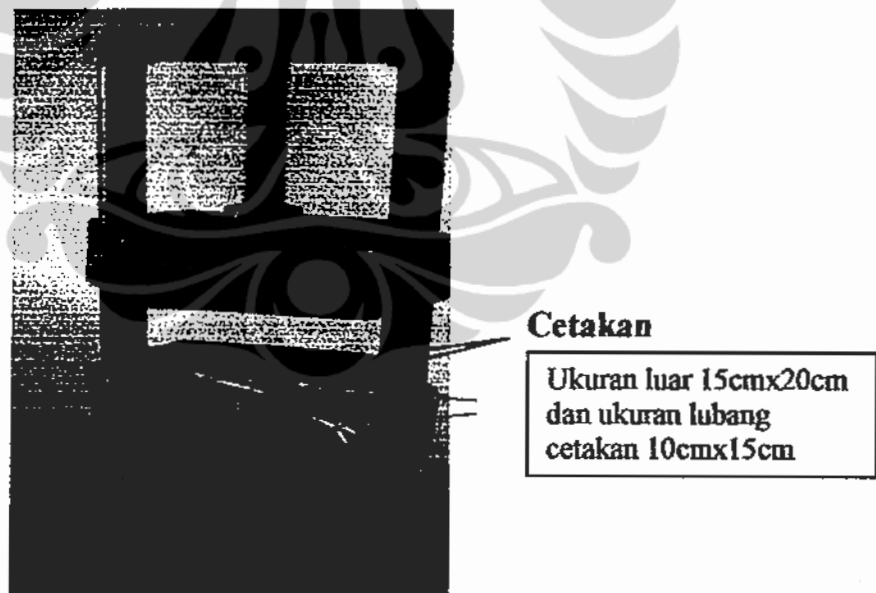
Gambar 3.10. Konsep dan alat Ball Mill rangka berukuran 60cmx200cm[89]

Serbuk bahan yang digunakan dalam pembuatan komposit elektrolit sebelum dicetak dicampur dan dihaluskan dengan metoda ball mill. Campuran beberapa serbuk itu ditambahkan methanol sebagai media.

3.4.2. Metoda Pencetakan

Pencetakan bahan keramik sering menggunakan *slip casting* dan *tape casting*. Penelitian ini menggunakan metoda tape casting. Metoda tape casting digunakan untuk membuat lembaran komposit elektrolit. Metoda ini dilakukan dengan cetak casting biasa pada cetakan yang dibuat. Pada tahap awal ini metoda digunakan untuk membuat lembaran sampel setelah dihaluskan.

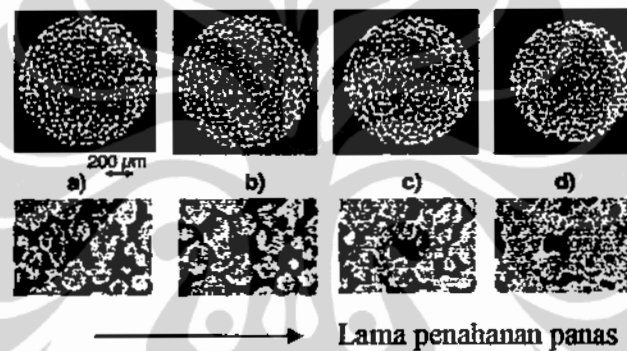
Dalam rangka meningkatkan kekuatan mekanik lembaran, metoda press digunakan dalam *cold isostatic press* pada suhu kamar yang memakai alat hydraulic press seperti di Gambar 3.11.



Gambar 3.11. Alat hydraulic press 50cmx60cmx200cm dengan cetakannya

3.4.3. Metoda Metalurgi Serbuk

Pembuatan bahan keramik yang akan digunakan dalam penelitian ini dilakukan dengan metoda metalurgi serbuk dimana bahan baku yang digunakan dan direaksikan berbentuk serbuk. Metoda metalurgi serbuk mempunyai dua proses, yaitu proses kalsinasi dan *sintering*. Proses kalsinasi adalah proses menghilangkan gas yang ada di bahan baku atau ketika reaksi. Proses *sintering* adalah proses pemanasan bahan serbuk yang terjadi proses perapatan partikel serbuk dalam waktu penahanan. Proses *sintering* juga digunakan untuk menuntaskan proses reaksi ataupun difusi antar butiran serbuk. Tahapan proses *sintering* dapat dilihat di Gambar 3.12.



Gambar 3.12. Tahapan proses *sintering*[90]

Metoda metalurgi serbuk digunakan untuk menyiapkan serbuk elektrolit LTAP, gelas Li_2O dan Soda Lime Silia. Pembuatan serbuk lithium oksida dilakukan dengan kalsinasi Li_2CO_3 pada suhu 700°C dalam 2 jam yang langsung dicampurkan dengan persiapan *soda lime silica* murni.

Bahan-bahan baku yang digunakan adalah Li_2CO_3 , TiO_2 , Al_2O_3 dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ untuk elektrolit LTAP melalui reaksi kimia di Persamaan 3. Pembuatan bahan elektrolit LTAP menggunakan metoda metalurgi serbuk yang meliputi proses kalsinasi dan *sintering*. Pembuatan LTAP harus dilakukan dengan hati – hati, karena bahan elektrolit LTAP sangat menentukan keberhasilan pembuatan komposit LTAP ini. Persiapan serbuk LTAP akan dilakukan pada

tahapan penelitian berikutnya. Seluruh proses pemanasan menggunakan alat furnace seperti di Gambar 3.13.



Gambar 3.13. Furnace dalam metalurgi serbuk [91]

3.4.4. Metoda *Quenching*

Metoda *quenching* adalah metoda pendinginan secara cepat. Metoda *quenching* biasanya menggunakan suatu media dalam rangka mempercepat proses pendinginan. Dalam penelitian ini media yang digunakan adalah nitrogen cair yang mempunyai suhu di bawah -160°C . Rangkaian peralatan *quenching* dapat dilihat di Gambar 3.14.



Gambar 3.14. Peralatan *quenching* dengan tabung nitrogen cair

Metoda ini dibutuhkan untuk memperoleh fase amorf *soda lime silica* yaitu fase gelas sebagaimana fase *soda lime silica* dalam gelas kaca jendela. Sehingga *soda lime silica* dapat berfungsi sebagai perekat.

Pada penelitian pertama adalah penelitian interaksi antara Li_2O dan *soda lime silica* murni, namun tanpa LTAP. Percobaan ini dilakukan dengan variasi penambahan Li_2O , yaitu 0; 2,5; 5; 7,5 dan 10%. *Sintering* dilakukan pada suhu 600°C selama 1 jam. Suhu *sintering* telah diperoleh dari hasil penelitian sebelumnya, sebagaimana hasil sample dari *sintering* pada suhu 600°C selama 1 jam menunjukkan lembaran yang terbaik[38]. Kemudian sampel di *quenching* di dalam nitrogen cair pada suhu -60°C . Proses *quenching* ini berhasil mengembalikan fase amorf dari *soda lime silica*.

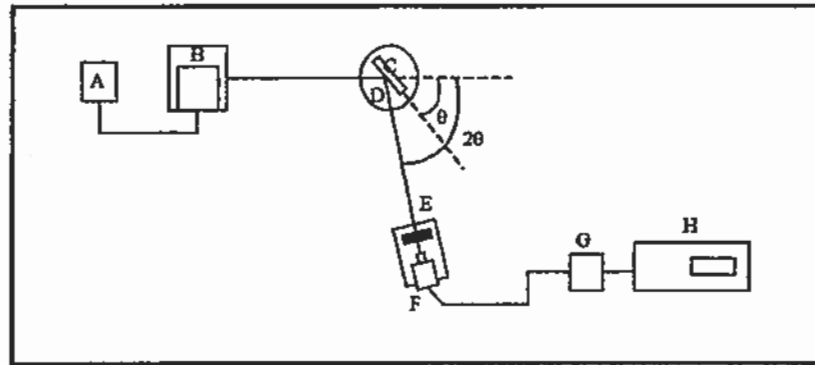
Oleh karena itu pada penelitian interaksi antara filler LTAP dan matrik *soda lime silica* juga dilakukan dengan metoda yang sama. Namun suhu *quenching* akan diperkirakan lebih rendah dari -60°C , dikarenakan adanya perbedaan koefisien panas antara LTAP dan *soda lime silica*.

3.5. METODOLOGI KARAKTERISASI

3.5.1. Analisa Struktur Kristal

Pengamatan struktur kristal dari serbuk LTAP digunakan alat XRD. Karakterisasi dengan menggunakan XRD ini bertujuan untuk mendeteksi keberadaan senyawa LTAP, Li_2O dan perubahan fase pada bahan gelas. Pengujian ini dilakukan di Pusat Penelitian Kimia LIPI.

X-Ray Diffractometer merupakan alat yang memberikan alat yang memberikan data-data difraksi dan kuantitas intensitas difraksi pada sudut-sudut dari suatu bahan. Secara umum Difraktometer Sinar-X ditunjukkan oleh Gambar 3.15.



Gambar 3.15. Skema alat difraktometer sinar-X

Keterangan dan prosedur penggunaan alat difraktometer sinar-X adalah sebagai berikut:

1. (A) adalah generator tegangan tinggi yang berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X (B).
2. Sampel (C) diletakkan di atas tatakan (D) yang dapat diputar.
3. Sinar-X dari sumber (B) didifraksi oleh sampel menjadi berkas sinar konvergen yang terfokus di celah (E), kemudian masuk ke alat pencacahan.
4. (D) dan (F) dihubungkan secara mekanis. Jika (F) berputar sebesar 2θ maka (D) akan berputar sebesar θ .
5. Intensitas difraksi sinar-X yang masuk dalam alat pencacah (F) dikonversikan dengan alat kalibrasi (G) dalam signal tegangan yang sesuai dan direkam oleh alat rekam (H) dalam bentuk kurva.

Analisa hasil dari patron XRD digunakan metoda Bragg atau teori Bragg dengan persamaan :

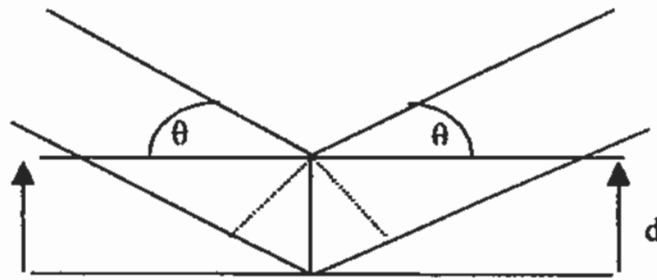
$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad (3.1)$$

dimana λ = panjang gelombang [\AA]

d = jarak antara dua kisi [\AA]

θ = sudut datang

n = urutan sinar (dalam bilangan bulat)



Gambar 3.16 . Skematis perjalanan sinar x pada kisi benda

Jarak antar kisi d dan prosentase kuat intensitasnya dihitung kemudian dibandingkan data dari referensi [92]. Produk dari proses pembuatan serbuk dapat diketahui keberhasilannya.

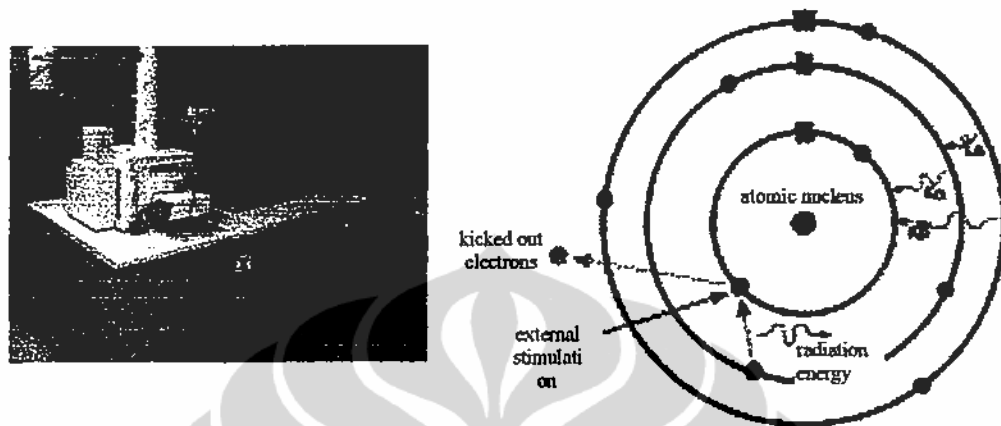
3.5.2. Analisa Morfologi SEM

Analisa morfologi dari hasil perlakuan panas pada sample harus dilakukan untuk melihat sejauhmana proses pelunakan dari bahan gelas dan perekatan pada serbuk keramik. Analisa akan dilakukan dengan menggunakan alat SEM (Scanning Electron Microscope). SEM adalah sejenis alat berbasis pada pengetahuan mikroskop, namun lensanya merupakan aplikasi dari proses magnetisasi. Pengujian ini akan dilakukan di Pusat Penelitian Kimia LIPI di Serpong dan Departemen Teknik Metalurgi dan Material FT UI

3.5.3. Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX)

Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS, EDX or EDXRF) adalah teknik analisa per elemen yang membentuk bahan atau digunakan untuk karakterisasi kimiawi. Spektrometri ini meidentifikasi sampel dari interaksi antara radiasi elektromagnetik dan bahan. Sinar emisi dari alat akan menghasilkan lagi radiasi eletromagnetik. Setiap elemen bahan atau atom mempunyai karakter yang khusus sehingga sinyal elektromagnetik akan ditangkap pada karakter

masing – masing atom. Konsep penembakan di atom dapat dilihat di Gambar 3.17. Peralatan EDX menyatu dengan peralatan SEM.



Gambar 3.17. Konsep EDX pada setiap atom[93]

3.5.4. Pengujian Densitas Dan Porositas

Bahan keramik umumnya selalu mempunyai porositas, termasuk bahan komposit dalam penelitian ini, sehingga densitas bahan akan menurun dengan kenaikan porositas. Porositas dan densitas komposit akan mempengaruhi nilai konduktifitas ioniknya. Oleh karena itu pengujian porositas dan densitas diperlukan dan dilakukan di Pusat Penelitian Fisika – LIPI.

Densitas adalah ukuran massa suatu benda per unit volume, yang memenuhi persamaan sebagai berikut :

$$D = W_D / V \quad (3.2)$$

dimana D = densitas [g/cm³]

W_D = berat kering [g]

V = volume [cm³]

Untuk bentuk geometri yang kompleks pengukuran densitas dan porositas diuji dengan prinsip Archimedes [94], yaitu membandingkan perbedaan berat di

udara dengan berat dalam cairan, untuk menguji elektrolit LTAP digunakan acetone. Penentuan porositas dan densitas dilakukan dengan persamaan sebagai berikut :

$$\rho = \frac{W_k}{W_b - (W_g - W_k)} \times \rho_{\text{acetone}} \quad (3.3)$$

sedang porositas :

$$\text{Porositas} = \frac{W_b - W_k}{W_b - (W_g - W_k)} \times 100\% \quad (3.4)$$

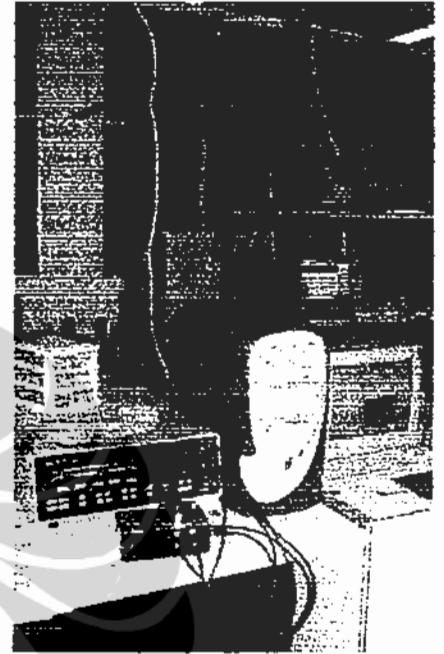
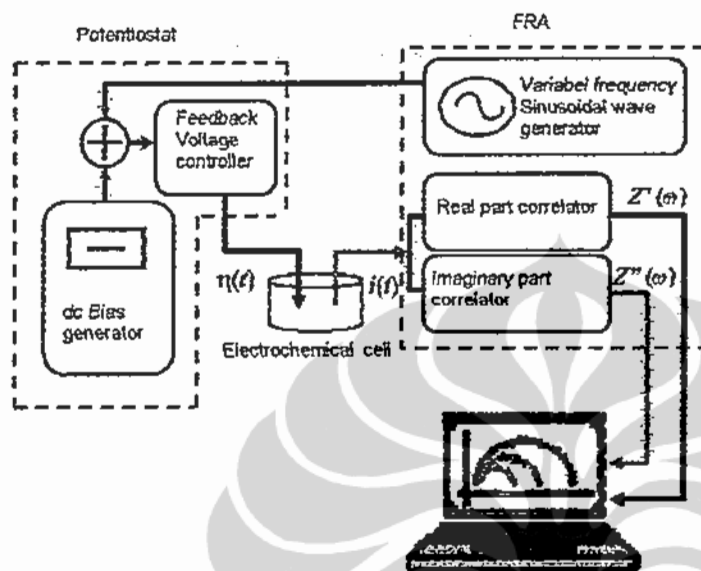
dimana P = porositas dalam %

W_w = berat basah di udara [g]

W_s = berat basah di acetone [g]

3.5.4. Pengukuran Konduktifitas Bahan

Pengukuran konduktifitas ion lithium dilakukan dengan metoda pengukuran impedansi kompleks yang menggunakan alat impedansi spectrometer Solartron 1260 yang ada di Pusat Penelitian Fisika LIPI, lihat Gambar 3.18. Peralatan EIS di AMREC SIRIM Malaysia juga digunakan dengan jenis Autolab 30 yang secara konsep pengukuran sama dengan Solartron 1260. Metoda ini dapat memperlihatkan pemisahan antara konduktifitas ion dan elektron dari sebuah grafik yang dihasilkan.



Gambar 3.18. Skematis dan peralatan Solartron 1260[95].

Hasil pengukuran impedansi dari komponen sel, seperti di Gambar 3.19, dianalisa dengan menggunakan persamaan konduktifitas adalah :

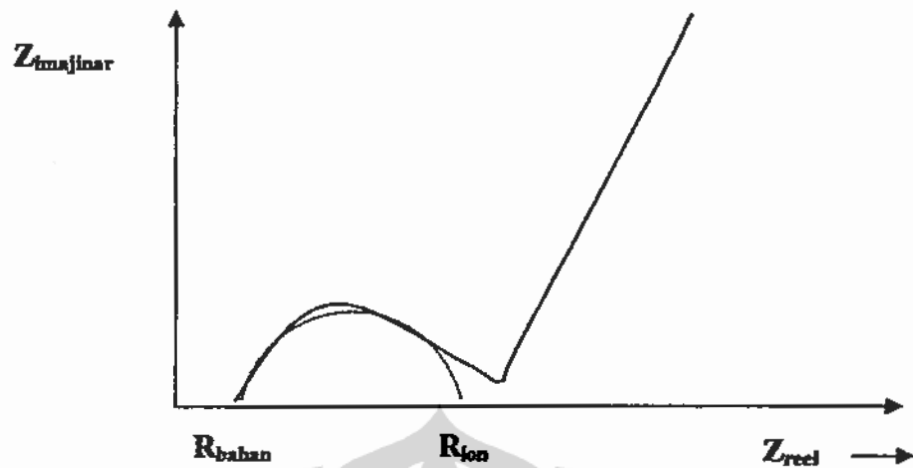
$$\sigma = t / A \cdot R_{total} \quad (3.5)$$

dimana t – tebal sampel {cm}

A = luas permukaan sampel {cm²}

R_{total} = jumlah impedansi reel {ohm= Ω }

σ – konduktifitas ion { S/cm } – { ($\Omega \cdot cm$)⁻¹}



Gambar 3.19. Kurva hasil pengukuran impedansi komponen sel

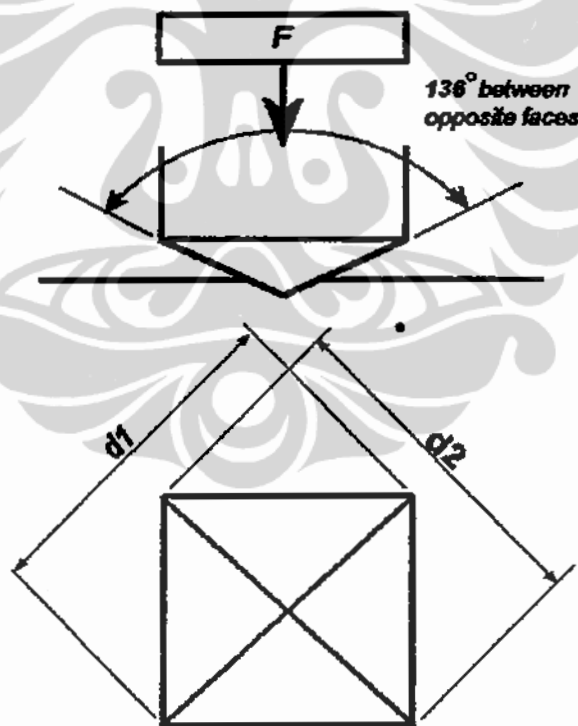
Adapun prosedur dari pengukuran konduktivitas ionik adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang digunakan adalah sampel dalam bentuk lembaran komposit, oleh karena itu permukaan masing-masing lembaran dilapisi dengan perak (*coating*) yang berfungsi sebagai elektroda.
2. Sampel dijepit pada alat uji (*sample holder*) yaitu berbentuk lempeng konduktor dan diantara sampel dan lempeng diletakkan plat perak sebagai pembatas agar lempeng atas dan bawah tidak bersentuhan.
3. Atur rentang frekuensi yang digunakan pada pengujian, kemudian start dan mulailah pengujian.
4. Alat uji konduktivitas (Solartron 1260) akan menghasilkan data-data dari hasil respon bahan terhadap rentang frekuensi yang diberikan tadi berupa nilai impedansi real (Z') dan impedansi imajiner (Z'').
5. Jika diplot antara Z' dan Z'' maka akan dihasilkan kurva Nyquist seperti Gambar 20,
6. Tentukan R_{tot} dari grafik Nyquist ini dengan melakukan ekstrapolasi berupa garis setengah lingkaran seperti pada Gambar 3.19.
7. Nilai konduktivitas ionik dihitung dengan menggunakan persamaan 6.

3.5.6. Pengujian Mikrohardness Dan Kekuatan Bahan

Pengukuran kekuatan lembaran koposit dilakukan dengan penghitungan konversi dari kekerasan lembaran komposit. Kekuatan bahan diperkirakan lemah, maka pengujian kekerasan menggunakan pengujian *micro hardness* dari metoda kekerasan Vicker atau Hv (*Vickers hardness*). Kekerasan Vicker dikenal juga dengan *Diamond Pyramid Hardness* (DPH), sehingga ujung penekannya menggunakan diamond yang berbentuk pyramid dengan sudut 136 derajat. Pada pengujian kekerasan mikro beban yang digunakan mempunyai nilai antara 10 g sampai dengan 100 g.

Metoda pengujiannya adalah penekanan penuh selama 5 sampai 10 detik, dimana jejak yang ditinggalkan pada sampel diukur secara diagonal berupa d_1 dan d_2 . Model penekanannya dapat dilihat di Gambar 3.20.



Gambar 3.20. Penekanan secara skematis dan model jejak yang ditinggalkan[96].

Perhitungan Hv = Vickers hardness mengikuti persamaan berikut ini :

$$H_V = \frac{F}{A}$$

dimana luas jejak A ;

$$A = \frac{d^2}{2 \sin(136^\circ/2)}$$

Sehingga persamaan di atas menjadi :

$$HV = \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2}$$

Yang dapat diperkirakan mendekati [96]:

$$A \approx \frac{d^2}{1.854}$$

$$HV = 1.854 \frac{F}{d^2} \quad (3.6)$$

dimana :

F = beban gaya penekan [kgf]

d = nilai rata-rata dari $d1$ and $d2$ [mm]

Hv = kekerasan Vickers [kgf/mm²] atau [9.807 MPa]

Pengujian kekerasan mikro memenuhi standard pengujian dari ASTM E384 dengan besar beban antara 10g sampai dengan 1kg dan ASTM E384 – micro force ranges – 10g to 1kg dan ISO 6507-1,2,3 – untuk *micro* dan *macro hardness*. Bentuk peralatan pengujian Vickers hardness nampak di Gambar 3.21.



Gambar 3.21. Alat pengujian kekerasan Vicker [97]

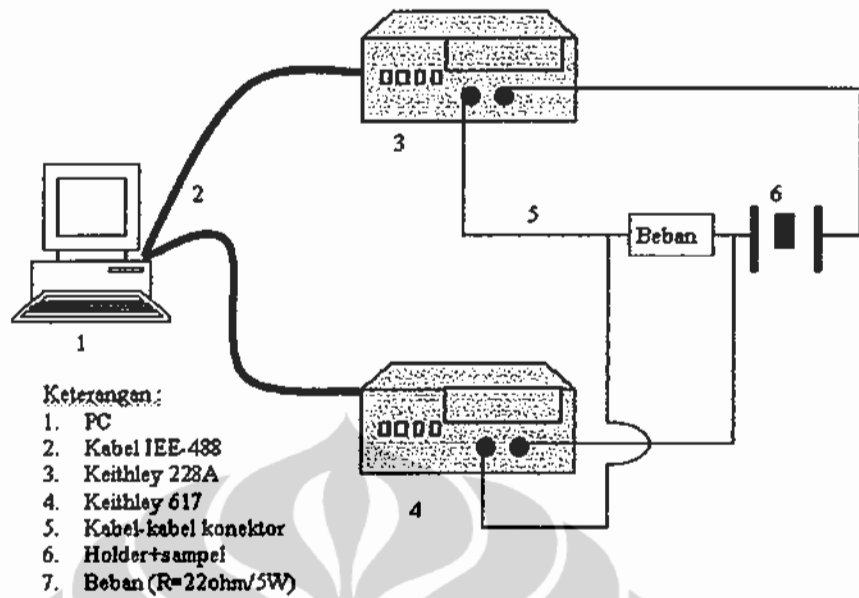
Sehingga kekuatan lembaran dapat dihitung dari pendekatan perbandingan kekuatan tarik (yield strength) dan kekerasan Visker sebagai berikut :

$$H_V = c\sigma_y \approx 3\sigma_y \quad (3.9)$$

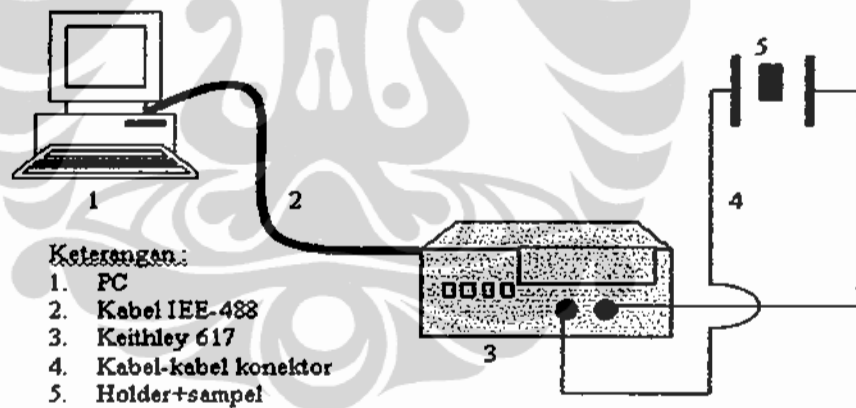
dimana c adalah konstanta dari faktor geometris yang nilainya antara 2 dan 4.

3.5.7. Uji Charging dan Discharging

Performance dari komposit LTAP akan diuji dengan pengujian charging dan discharging yang dilakukan berulang – ulang, sehingga beberapa karakteristik baterai akan didapatkan, antara lain tegangan, arus listrik dan life time[98]. Cara pengujian charging dan discharging dapat dilihat di Gambar 3.22 dan 3.23.



Gambar 3.22. Pengujian charging dari sel baterai lithium



Gambar 3.23. Pengujian discharging dari sel baterai lithium

BAB IV

HASIL PEMBUATAN GELAS KONDUKTIF

4.1. PENAMBAHAN Li_2O PADA *SODA LIME SILICA*

Soda lime silica yang berupa kaca jendela, sebagaimana dijelaskan pada bab sebelumnya, tidak mempunyai unsur ion Li, walaupun ion Li juga merupakan salah satu unsur pembentuk gelas sebagai ion modifikasi jaringan yang memutus jaringan oksigen dengan silikon sehingga menjadi struktur amorf. Ion Na dan Ca memang ada dalam kaca jendela sebagai pembentuk utamanya.

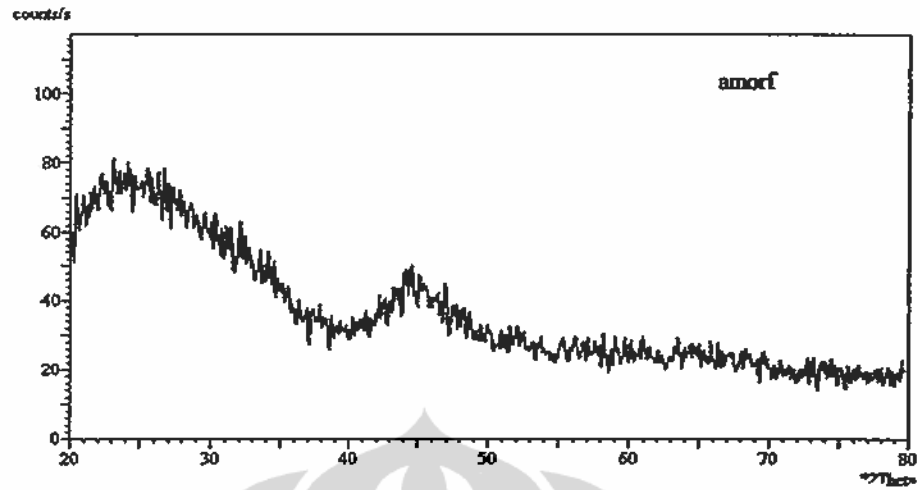
Soda lime silica ingin digunakan sebagai matrik dan perekat dalam komposit, dimana komposit yang terbentuk akan berfungsi sebagai elektrolit pada baterai lithium. Oleh karena itu *soda lime silica* harus dapat juga menghantarkan ion Li agar tidak terlalu menurunkan nilai konduktifitas ionik Li pada elektrolit. Konduktifitas *soda lime silica* berkisar pada 10^{-10} S/cm, namun konduktifitas ini adalah konduktifitas elektron, bukan konduktifitas ionik[84].

Penambahan ion Li dibutuhkan dalam *soda lime silica*. Penambahan ion Li dilakukan dengan mencampurkan dan mereaksikan Li_2O pada kondisi rekasi serbuk. Sehingga metoda yang digunakan adalah metoda metalurgi serbuk, sebagaimana diterangkan pada gambar sebelumnya. Sampel yang dihasilkan diamati dengan XRD, SEM, EIS, porositas dan densitas.

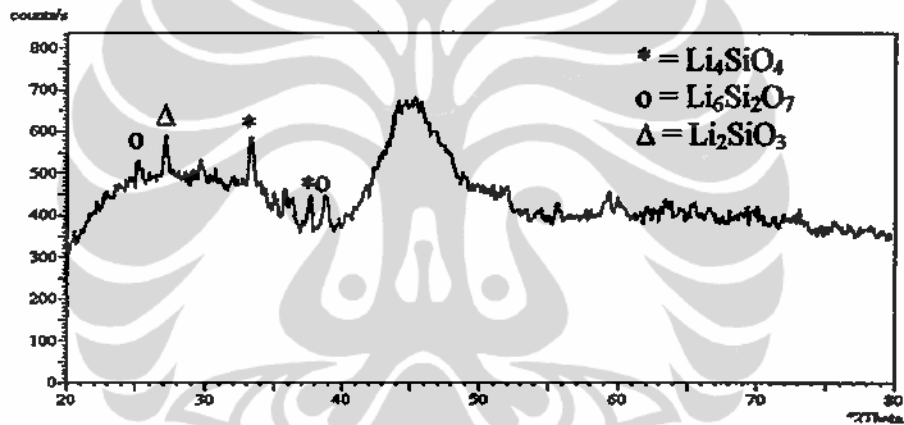
4.2. HASIL DAN ANALISA XRD

Pengamatan dengan menggunakan analisa XRD dilakukan pada sampel uji untuk mengetahui pengaruh dari penambahan Li_2O pada pembentukan struktur kristal dan beberapa fase atau material baru yang mungkin timbul. Analisa XRD dilakukan untuk sampel yang mengandung 0, 5, 7,5, 10, 12,5 dan 15%wt Li_2O .

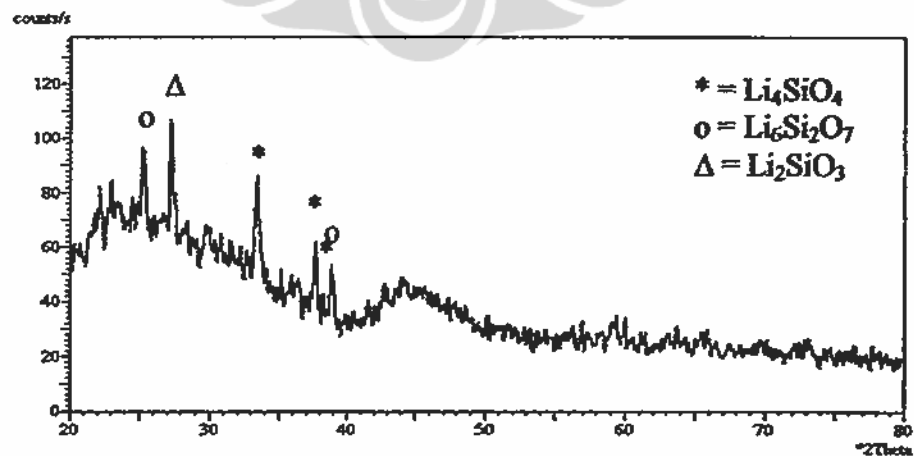
Hasil analisa XRD yang data selengkapnya terdapat di Lampiran Hasil XRD, dapat dilihat seperti pada gambar-gambar berikut:



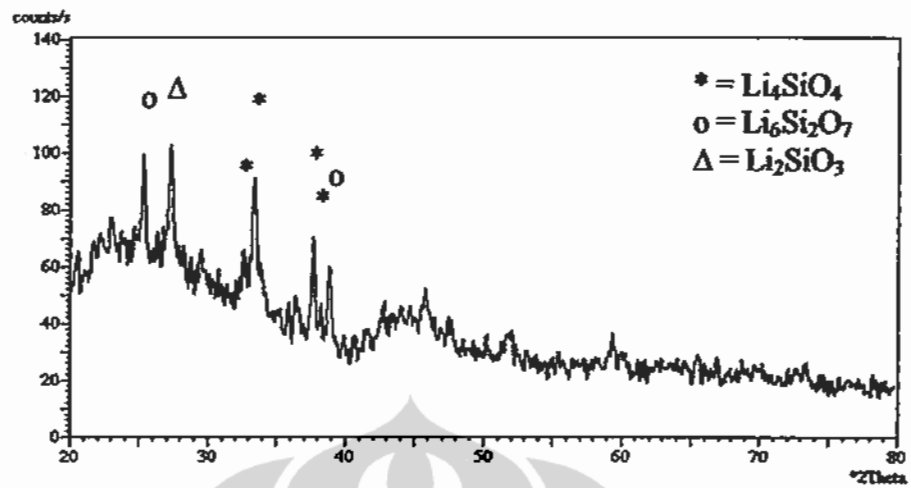
Gambar 4.1. Hasil analisa XRD sampel Gelas Konduktif tanpa doping Li_2O



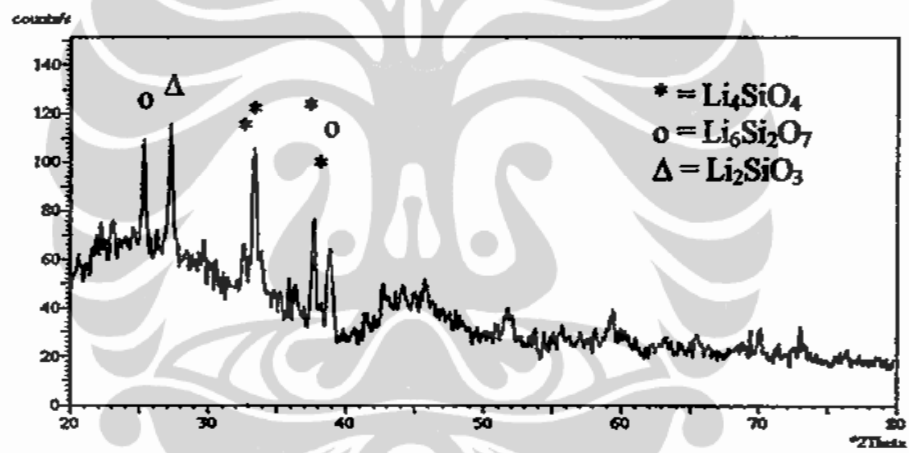
Gambar 4.2. Hasil analisa XRD untuk sampel gelas konduktif dengan penambahan 5%wt Li_2O



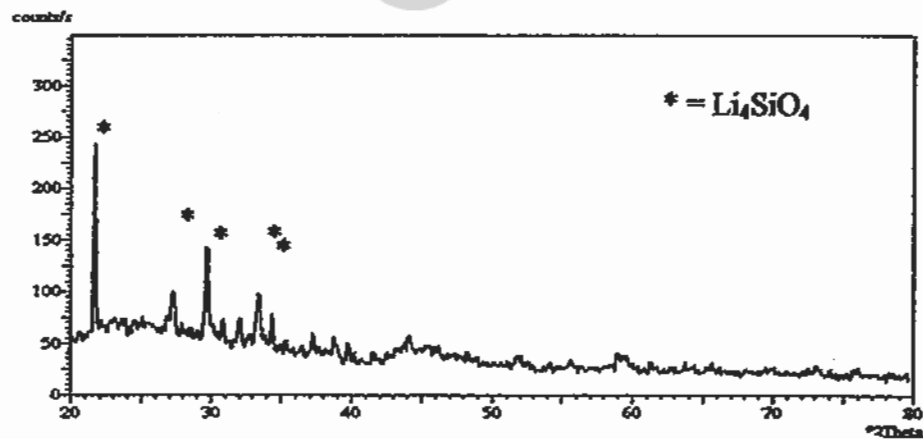
Gambar 4.3. Hasil analisa XRD untuk sampel Gelas Konduktif dengan penambahan 7,5%wt Li_2O



Gambar 4.4. Hasil analisa XRD untuk sampel Gelas Konduktif dengan penambahan 10%wt Li_2O .



Gambar 4.5. Hasil analisa data XRD untuk sampel Gelas Konduktif dengan penambahan 12,5%wt Li_2O

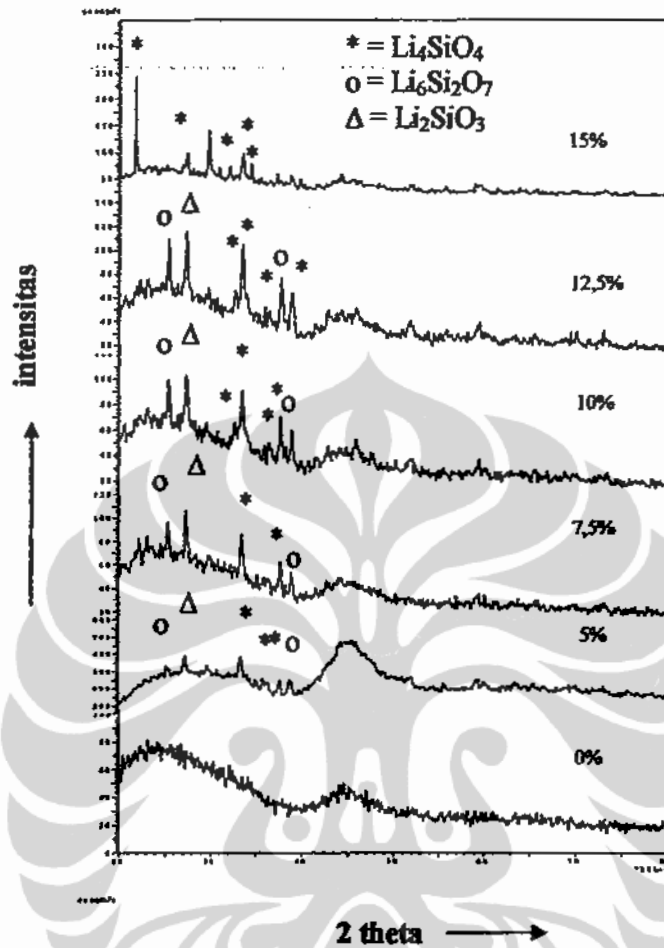


Gambar 4.6. Hasil analisa XRD untuk sampel Gelas Konduktif dengan penambahan 15%wt Li_2O

Hasil analisa XRD dari semua sampel dibandingkan pada JPDS dengan metoda Hanawalt. Puncak-puncak yang terbentuk pada gambar menunjukkan terjadinya perubahan fasa untuk setiap penambahan Li_2O . Sampel tanpa kandungan Li_2O masih memperlihatkan fasa gelas atau fasa amorf hal ini ditandai dengan puncak-puncak fasa setara dengan background. Sampel dengan kandungan 5%wt Li_2O mulai menunjukkan fasa kristalin seperti Gambar 4.2, akan tetapi pengidentifikasian fasa kristal sampel ini masih sulit dilakukan, hal ini disebabkan sebahagian besar dari gambar XRD masih berfasa amorf, dimana puncak-puncak dari fasa kristalnya tidak menunjukkan perbedaan yang relatif tinggi dibandingkan dengan background. Pada komposisi ini Li_2O mulai bereaksi dengan material gelas dan membentuk senyawa Lithium Silikat, antara lain : Li_4SiO_4 , Li_2SiO_3 dan $\text{Li}_6\text{Si}_2\text{O}_7$, hal yang sama juga ditunjukkan oleh sampel lainnya seperti Gambar 4.7, akan tetapi sampel dengan penambahan 15%wt Li_2O menunjukkan satu fasa kristal yang dominan yaitu kristal Li_4SiO_4 .

Analisa XRD menunjukkan tidak terbentuknya Lithium Hidrat karena pada saat sample diquenching dengan Nitrogen cair, uap air dari udara tidak dapat bereaksi dengan ion-Lithium sampel. Pada saat quenching seluruh uap nitrogen dapat menutupi bagian sampel hingga sampel mencapai suhu kamar, Keadaan ini sangat baik didalam pembuatan material elektrolit.

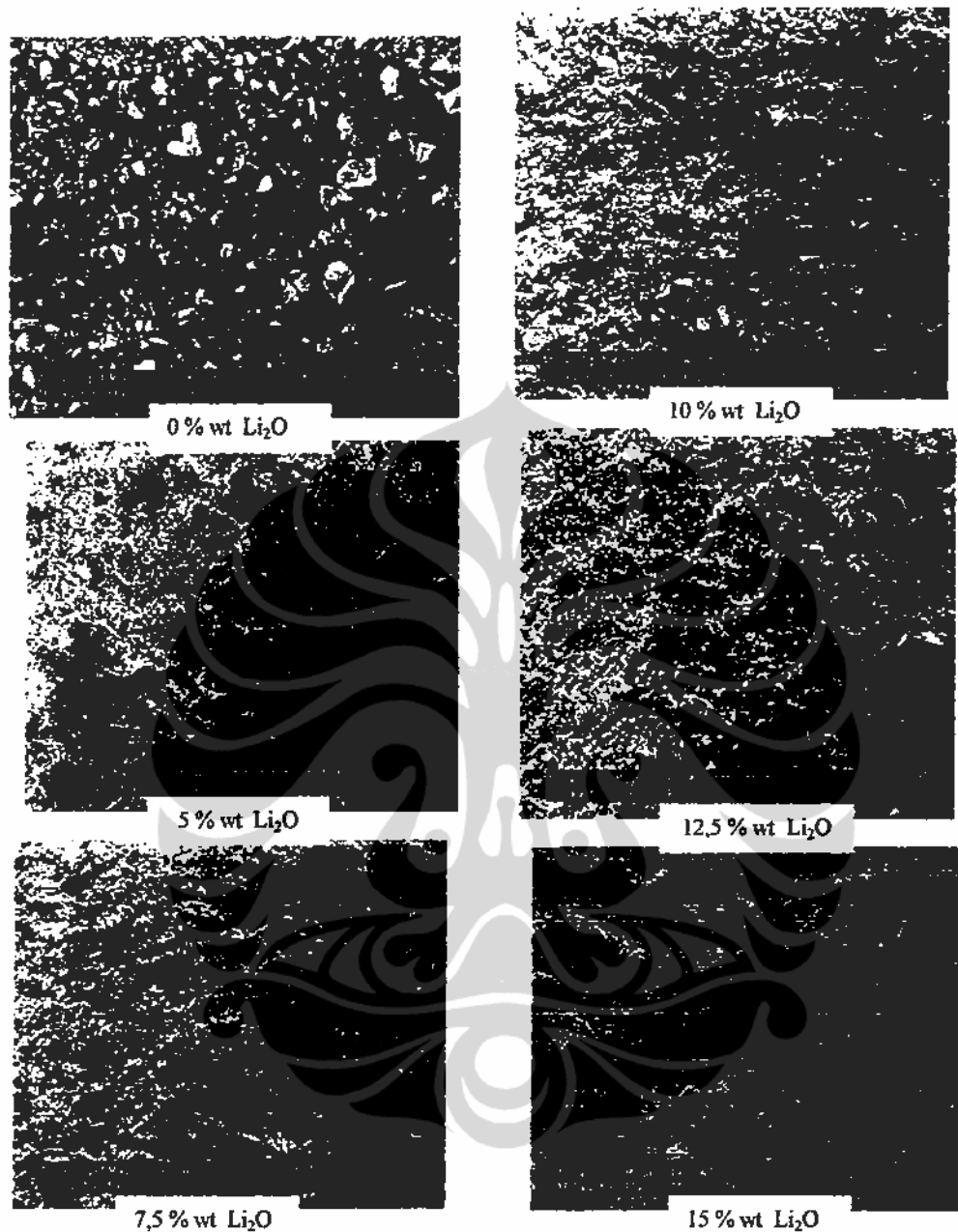
Konsep “perekat” pada semua sampel berdasarkan sifat viskositas gelas dapat bekerja dengan baik pada penelitian ini hal ini ditandai dengan analisa XRD yang menunjukkan banyaknya fasa amorf yang timbul pada masing-masing sample yang diuji, dan fasa *soda lime silica* tidak berubah menjadi fasa kristalin. Kaca Jendela sebagai bahan baku pembentukan sampel dapat bekerja dengan baik didalam proses sintering dan quenching untuk membentuk perekat pada fasa kristalin dan Li_2O dapat bereaksi dengan gelas dan membentuk beberapa fasa kristal.



Gambar 4.7. Analisa XRD untuk sampel gelas konduktif dengan variasi penambahan Li_2O .

4.3. HASIL DAN ANALISA SEM

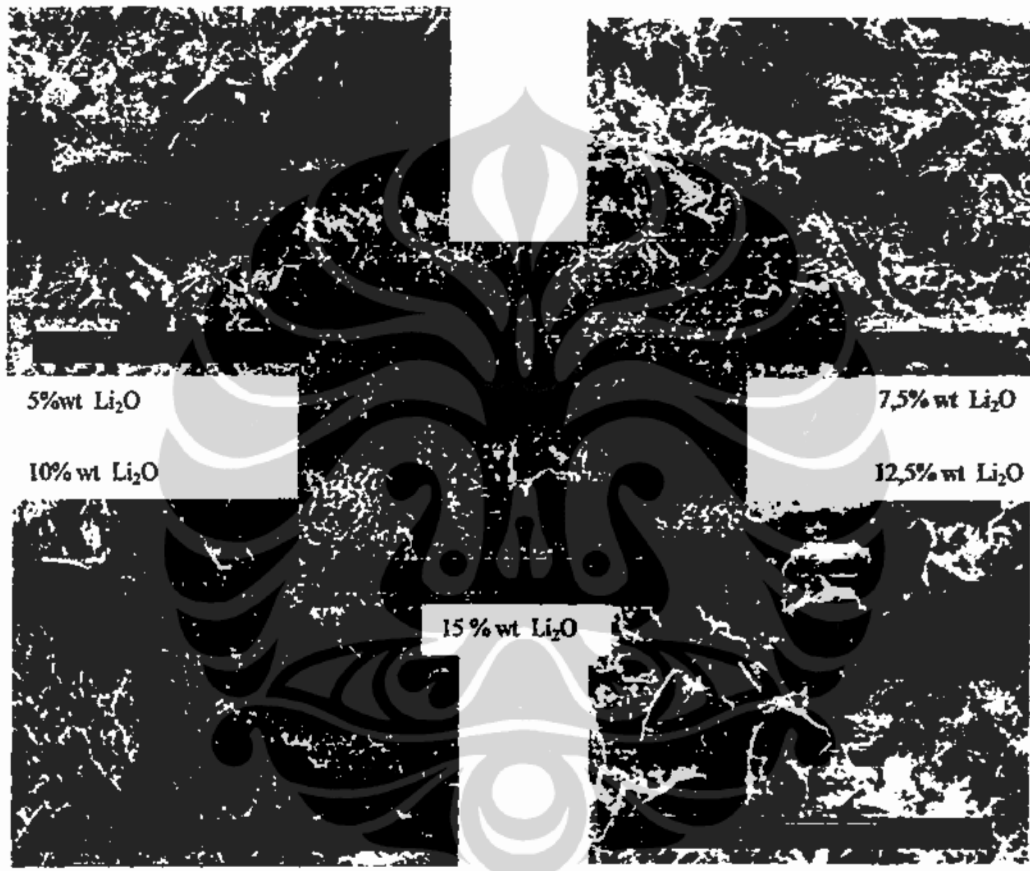
Analisa SEM dilakukan pada sampel dalam bentuk pellet. Variasi penambahan Li_2O pada sampel yang diuji adalah 0, 5, 7,5, 10, 12,5, dan 15%wt Li_2O . Analisa SEM dilakukan dengan 2 pembesaran, yaitu pembesaran sekitar 50x dan 500x.



Gambar 4.8. Hasil SEM pembesaran 50X dari produk gelas konduktif dengan variasi Li_2O .

Hasil SEM pada Gambar 4.8 digunakan untuk melihat produk gelas konduktif dengan variasi penambahan %wt Li_2O terhadap matriks gelas yang dalam hitungan timbulnya pori – pori atau porositas. Variasi penambahan Li_2O yang dilakukan dalam pembuatan produk gelas konduktif dengan matriks gelas yaitu: 0, 5, 7,5, 10, 12,5, dan 15%wt Li_2O . Variasi penambahan Li_2O yang

kualitas pori – pori yang terbaik adalah pada produk dengan penambahan 7,5%wt Li_2O , pada penambahan Li_2O ini terlihat pori – pori nya tidak begitu banyak dibandingkan produk dengan penambahan 5, 10, 12,5 maupun pada penambahan 15%wt Li_2O . Sedangkan pada penambahan 7,5%wt Li_2O ini terlihat bahwa produk kelihatannya lebih padu dan menyatu.



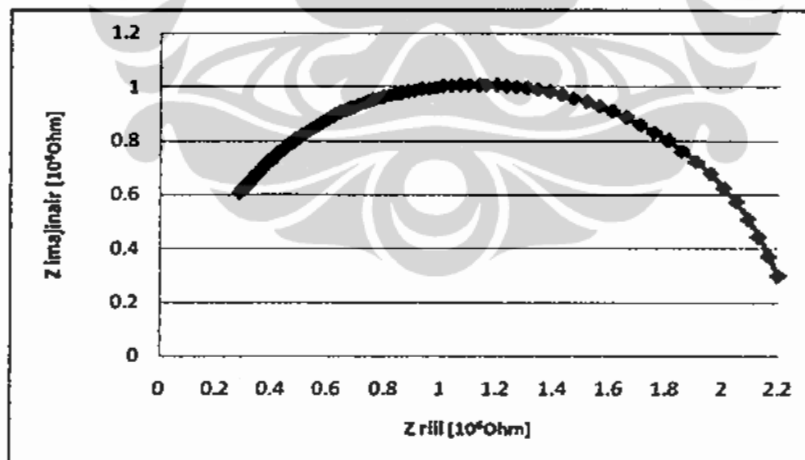
Gambar 4.9. Hasil SEM pembesaran 500X dari produk gelas konduktif dengan variasi wt Li_2O .

Gambar 4.9. memperlihatkan bahwa produk gelas konduktif dengan matriks gelas pada penambahan 5%wt Li_2O produk sudah mulai melembek dan permukaannya lebih merata, tetapi belum terlihat gumpalan-gumpalan gelas yang melunak. Pada penambahan 7,5%wt Li_2O produk mulai melunak dan membentuk gumpalan-gumpalan akan tetapi permukaan produk sangat tidak merata. Pada penambahan 10%wt Li_2O permukaan produk kurang merata. Akan tetapi produk

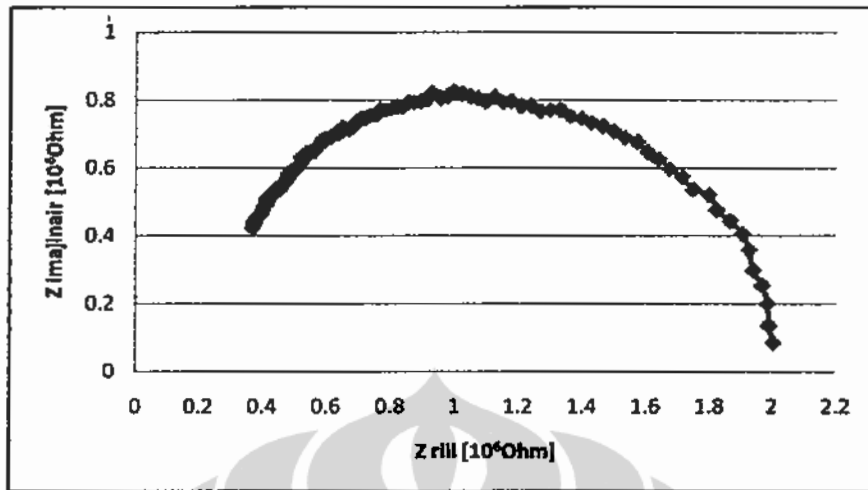
sudah lebih lunak dibandingkan dengan produk tanpa penambahan Li_2O . Pada penambahan 12,5%wt Li_2O produk juga lebih lunak dan permukaannya juga lebih merata dari produk-produk sebelumnya. Variasi penambahan Li_2O kedalam gelas yang dilakukan dalam pembuatan produk gelas konduktif diiringi juga dengan kualitas melunaknya produk. Sedangkan dalam hal keadaan permukaan, variasi penambahan Li_2O yang baik terlihat pada produk dengan penambahan 15%wt Li_2O dimana permukaannya kelihatan lebih rata, bahan gelas melunak lebih merata pada butiran serbuk Li_2O , sehingga butiran Li_2O .

4.4. HASIL DAN ANALISA KONDUKTIVITAS IONIK

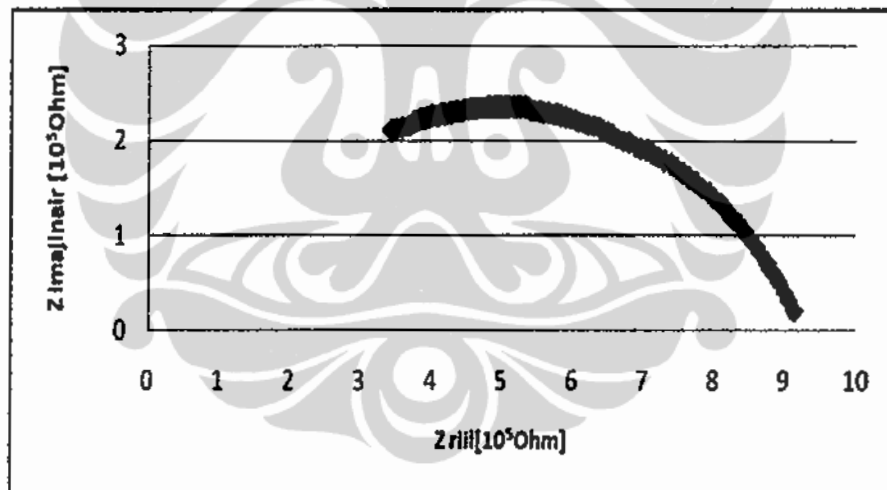
Pengukuran konduktivitas untuk sampel gelas konduktif dengan kandungan Li_2O 0, 5, 7,5, 10, 12,5, dan 15%wt Li_2O . Semua sampel diukur konduktivitasnya dengan metoda impedansi kompleks yang data selengkapnya terdapat di Lampiran Hasil Pengujian Konduktivitas. Hasil pengukuran impedansi kompleks dapat dilihat di beberapa gambar di bawah ini.



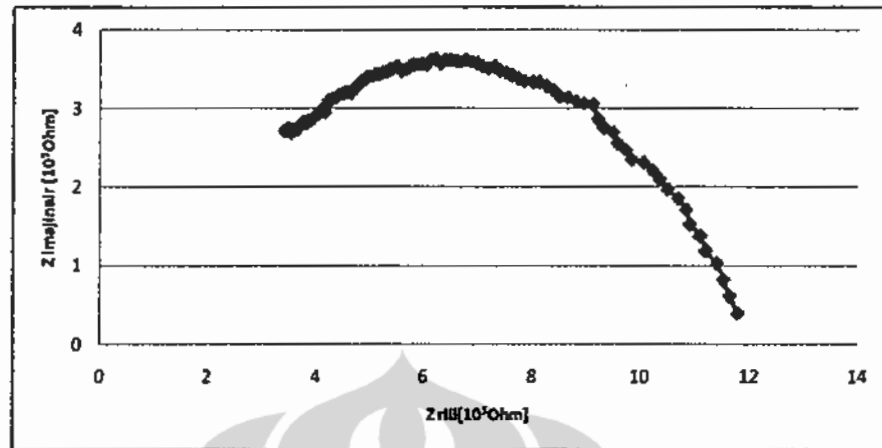
Gambar 4.10. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 0%wt Li_2O .



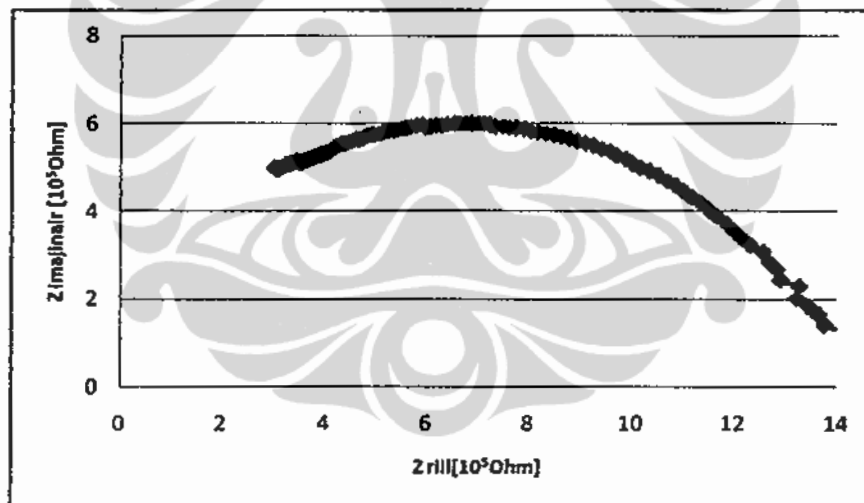
Gambar 4.11. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 5%wt Li_2O .



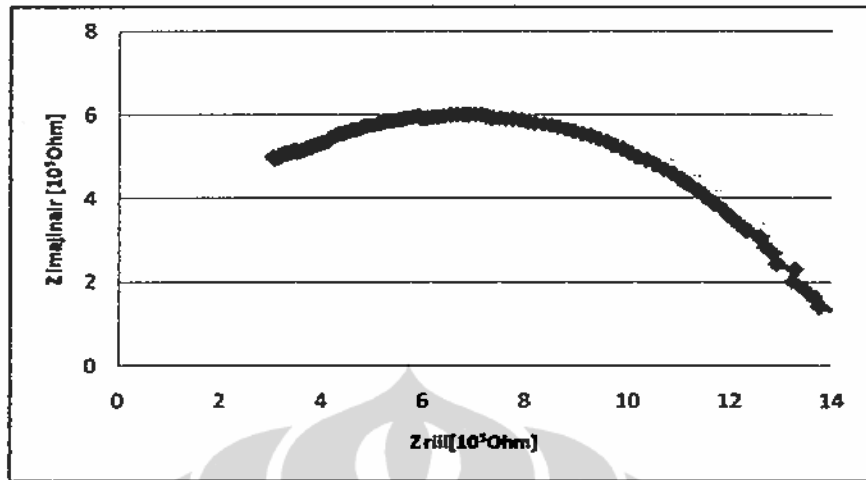
Gambar 4.12. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 7,5%wt Li_2O .



Gambar 4.13. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 10%wt Li₂O.

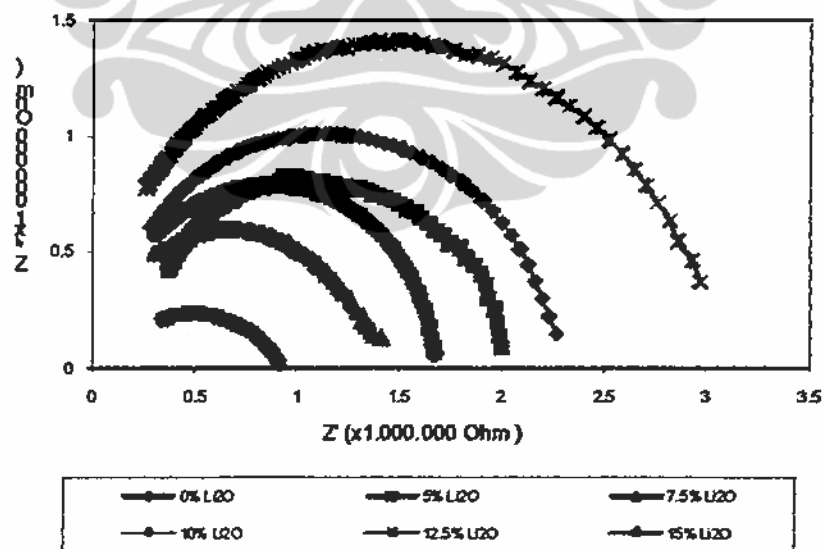


Gambar 4.14. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 12,5%wt Li₂O.



Gambar 4.15. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 15%wt Li_2O .

Beberapa gambar di atas dapat disatukan dalam satu gambar di Gambar 4.16, walaupun masing – masing belum dapat dibandingkan dikarenakan tebal sampel tidak sama.

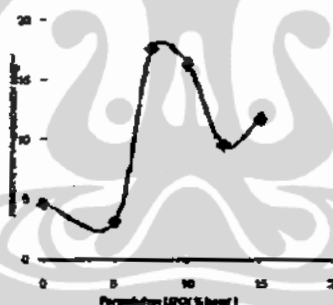


Gambar 4.16. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan variasi penambahan Li_2O .

Hasil pengukuran konduktivitas sampel diperoleh seperti pada Tabel IV.1. berikut.
Tabel IV.1. Hasil pengukuran konduktivitas sampel dengan kandungan Li_2O

No	Sampel (%wt Li_2O)	tebal (cm)	A (cm^2)	R (10^6Ohm)	σ (10^{-7}S/cm)
1	A (0%)	0,492	0,480	2,1984	4,6624
2	B (5%)	0,447	0,723	1,9375	3,1910
3	C (7,5%)	0,588	0,258	1,2924	17,577
4	D (10%)	0,471	0,336	0,86112	16,277
5	E (12,5%)	0,584	0,4148	2,9251	9,565
6	F (15%)	0,506	0,3890	1,1102	11,716

Hasil pengukuran menunjukkan bahwa material elektrolit dari sampel dapat melewati ion lithium dengan konduktivitas tinggi. Konduktivitas yang paling tinggi adalah sampel dengan kandungan 7,5%wt Li_2O yaitu $1,76 \times 10^{-6}$ S/cm seperti Gambar 4.17.



Gambar 4.17. Konduktivitas sampel dengan variasi penambahan Li_2O

Sampel dengan penambahan 10%wt Li_2O mempunyai tahanan yang paling rendah seperti Gambar 4.17, tetapi konduktivitas ioniknya lebih rendah daripada sampel dengan kandungan 7,5%wt Li_2O dikarenakan berbeda pada tebal sampel. Sampel tanpa kandungan Li_2O mempunyai konduktivitas lebih besar daripada sampel dengan penambahan 5%wt Li_2O , meskipun sampel ini tidak memiliki ion-lithium di dalam struktur kristalnya. Konduktivitas ionik dari bahan gelas digerakan oleh ion sodium (Na^+) yang merupakan ion modifier.

Penambahan Li_2O antara 5%wt dan 12,5%wt mempunyai pengaruh didalam perubahan fasanya, seperti Gambar 4.7, dengan optimasi konduktivitas pada penambahan 7,5%wt Li_2O . Sedangkan sampel dengan penambahan 15%wt Li_2O memiliki struktur kristal yang menunjukkan satu puncak yang dominan hal ini menunjukkan sampel mengalami kenaikan konduktivitas kembali pada sampel 15%wt, seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 4.16. di atas.

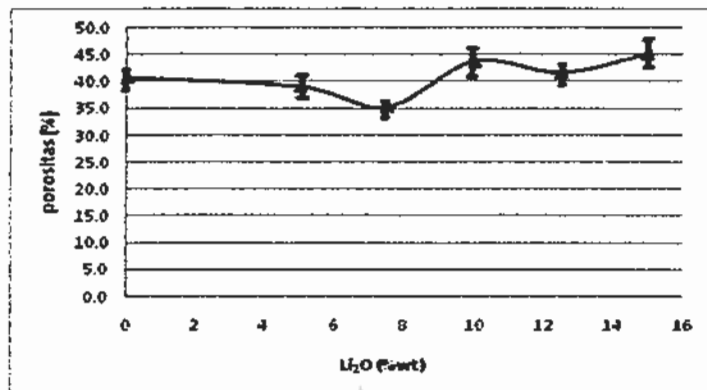
Gelas Soda Lime Silika mempunyai Resistivitas $5 \times 10^9 \text{ Ohm/cm}$ [43] , sehingga sesuai dari persamaan 7, menyatakan bahwa konduktivitas berbanding terbalik dengan resistivitasnya sehingga dari persamaan ini dapat diketahui konduktivitas Gelas *Soda lime silica* sekitar $2 \times 10^{-10} \text{ S/cm}$, bila konduktivitas sampel dibandingkan dengan konduktivitas referensi dari Gelas *Soda lime silica* maka konduktivitas sampel ini adalah 10^3 kali dari konduktivitas referensinya.

4.5. HASIL DAN ANALISA PENGUKURAN POROSITAS DAN DENSITAS.

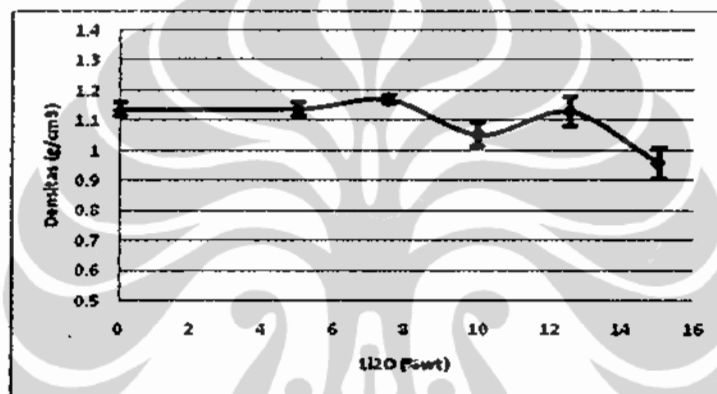
Pengukuran porositas dilakukan terhadap sampel berbentuk pellet dengan komposisi sampel yang diukur 0, 5, 7,5, 10, 12,5, dan 15%wt Li_2O . Pengukuran porositas terhadap sampel bertujuan untuk mengetahui optimasi porositas dan densitas sampel. Hasil pengukuran sampel yang data selengkapnya di Lampiran Hasil Pengukuran Porositas dan Densitas, dapat dilihat seperti pada Tabel IV.2 di bawah ini. Hasil pengukuran ini diperlihatkan dalam Gambar 4.18 dan 4.19.

Tabel IV.2. Hasil Pengukuran porositas dan densitas sampel gelas konduktif dengan variasi penambahan Li_2O

Sampel	Li_2O (%wt)	Porositas rata - rata (%)	Densitas rata - rata (gr/cm^3)
1	0	40.7690	1.1340
2	5	39.1303	1.1390
3	7.5	35.2435	1.1675
4	10	43.8840	1.0515
5	12,5	41.7474	1.1289
6	15	45.2077	0.9579



Gambar 4.18. Porositas sampel untuk variasi penambahan Li₂O



Gambar 4.19. Densitas Sampel dengan variasi penambahan Li₂O

Porositas sampel berkisar antara 35% sampai 45% dan densitas sampel antara 0,96 – 1,68 gr/cm³ seperti pada Tabel IV.2 porositas terendah dan densitas tertinggi adalah sampel dengan penambahan 7,5%wt Li₂O yaitu 35,24% dan 1,1675 gr/cm³. Porositas paling besar adalah sampel tanpa kandungan Li₂O oleh karena itu sampel ini lebih rapuh daripada sampel dengan kandungan Li₂O hal ini disebabkan fasa sampel adalah amorf, sampel ini juga mempunyai densitas terendah yaitu 0,96 gr/cm³.

Dalam perbandingan densitas terhadap densitas soda lime silika yaitu 2,44 gr/cm³ maka densitas sampel turun dengan berubahnya fasa dengan densitas sampel 2,25 gr/cm³ tanpa porositas. Penurunan densitas ini disebabkan perbedaan ukuran partikel fasa kristal dari lithium silikat.

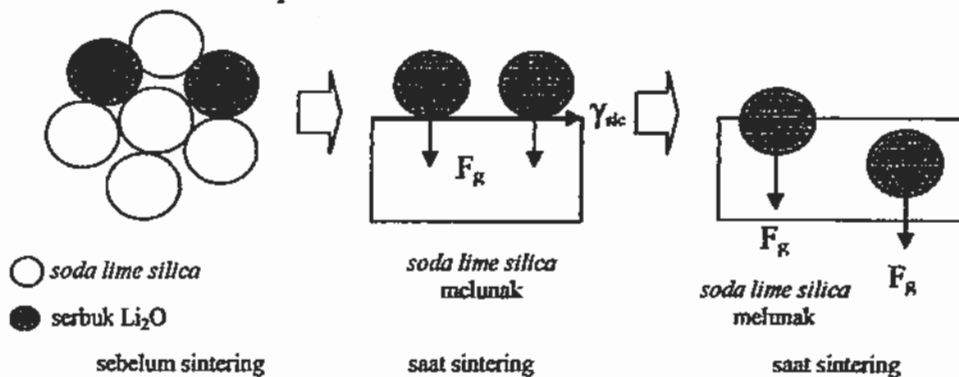
Hasil yang diperoleh dari pengukuran porositas dan densitas masih kurang memenuhi syarat didalam pembuatan material elektrolit, hal ini disebabkan ukuran

butiran dari bahan baku masih terlalu besar dimana ukuran butiran didalam penelitian ini adalah $80\mu\text{m}$ dengan ayakan 200 Mesh, untuk itu perlu dilakukan penghalusan yang lebih kecil terhadap bahan baku pembuatan sampel untuk menghasilkan ukuran butiran yang lebih kecil lagi.

4.6. PEMBAHASAN HASIL

Hasil penelitian pembuatan gelas konduktif telah dipublikasikan [99,100]. Hasil penelitian di atas menunjukkan bahwa Li_2O dapat bereaksi dengan *soda lime silica* dengan membentuk berbagai senyawa lithium silica. Sebagian besar Li_2O masuk ke dalam struktur amorf *soda lime silica*, sehingga menaikkan konduktivitas sampel sampai 10^{-6} S/cm dari sekitar 10^{-10} S/cm. Dengan demikian pembuatan gelas konduktif berhasil dilakukan dan *soda lime silica* dapat membantu dalam pembuatan komposit elektrolit.

Mekanisme interaksi Li_2O dan *soda lime silica* terjadi menurut interaksi tegangan permukaan di keduanya. Teori pembasahan ataupun pembentukan nukleasi menjelaskan tentang interaksi tegangan permukaan dari beberapa benda pada saat terjadi *solidification* (pembekuan) [101,102]. Pada saat sinterring 600°C panas banyak mengalir ke serbuk *soda lime silica*, karena *soda lime silica* mempunyai titik perubahan fase lebih rendah, yaitu suhu transisi gelas sekitar 550°C . *Soda lime silica* melunak dan tegangan permukaan *soda lime silica* menurun, sehingga gaya gravitasi serbuk Li_2O menjadi lebih besar dari tegangan permukaan *soda lime silica*. Serbuk Li_2O memasuki *soda lime silica* yang melunak. Proses ini dapat dilihat di Gambar 4.20.



Gambar 4.20. Proses infiltrasi serbuk Li_2O dalam *soda lime silica* yang melunak

Ion Li melakukan pemutusan rantai ikatan silica dalam *soda lime silica*, sebagaimana fungsinya sebagai *ion modified network*. Ruang kosong di dalam *soda lime silica* semakin banyak. Hal ini membuat ion Li leluasa bergerak sebagai ion konduktif. Pada saat *quenching* dengan nitrogen cair terjadi proses presipitasi dari reaksi ion Li dan ikatan silica yang terputus. Mereka mengelompok secara cepat dalam berbagai bentuk presipitasi. Sehingga beberapa ikatan lithium silica muncul dan terdeteksi dalam analisa XRD.

Penambahan Li_2O dalam *soda lime silica* mempunyai nilai optimum pada 7,5% berat. Peningkatan konduktivitas gelas bisa mencapai 10000 dari bahan aslinya ($\sigma_{7,5\%} = 1,76 \cdot 10^{-6} \text{ S.cm}^{-1}$). Porositas dan densitas masih tergolong rendah. Porositas berada pada kisaran 40% dan densitas di bawah 2 gr/cm^3 .

Soda lime silica terbukti tidak mengalami kristalisasi dan tetap amorf. Parameter proses pada suhu pembakaran $600 \text{ }^\circ\text{C}$ dan *quenching* di dalam nitrogen cair pada suhu sekitar -60°C dapat memberikan hasil pelunakan bahan gelas, sehingga *soda lime silica* dapat berfungsi sebagai perekat, dan dapat digunakan sebagai matriks.

BAB V

HASIL PEMBUATAN KOMPOSIT

5.1. PEMBUATAN KOMPOSIT DENGAN FILLER LTAP

Pembuatan lembaran keramik elektrolit secara langsung dari bahan LTAP (Lithium Titanium Alumunium Posfat) sangat susah dilakukan, apabila lembaran yang akan dihasilkan berukuran besar. Beberapa peneliti telah mencoba sebagaimana digambarkan pada bab pendahuluan, termasuk juga penulis yang telah mendaftarkan metodenya dalam paten Indonesia, namun hanya bisa pada ukuran kecil sampai 5cm x 5cm [23].

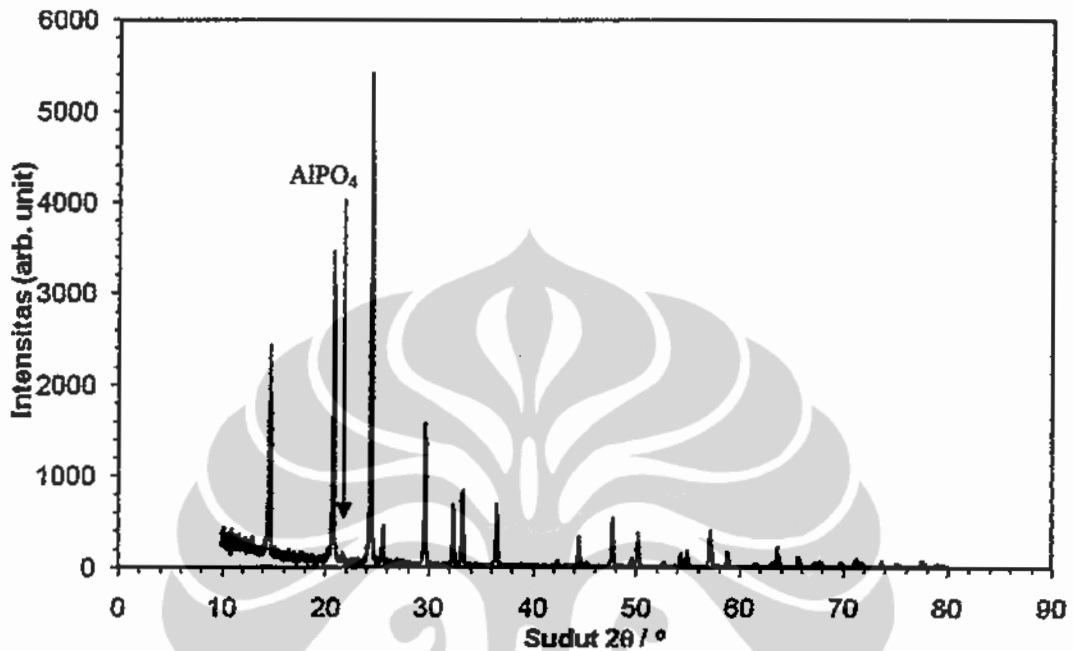
Soda lime silica dimanfaatkan sebagai matrik dan sekaligus sebagai perekat bagi serbuk LTAP agar dapat membantu memperluas lembaran. Ada beberapa syarat tentunya harus dipenuhi, antara lain LTAP tidak boleh bereaksi dengan *soda lime silica* dan perubahan struktur amorf *soda lime silica* tidak boleh terjadi agar bisa berfungsi sebagai perekat. Oleh karena itu pendinginan sampel dilakukan secara cepat pada perbedaan suhu yang cukup jauh dalam rangka pembentukan fasa amorf *soda lime silica*. Proses pendinginan cepat (*quenching*) dengan nitrogen cair akan dipengaruhi oleh kehadiran LTAP sebagai bahan *filler*.

Penelitian pembuatan komposit mengikuti alur diagram pembuatan komposit di bab sebelumnya. Metoda metalurgi serbuk tetap diterapkan dalam pembuatan ini seperti pada pembuatan gelas konduktif. Pembuatan serbuk LTAP perlu dilakukan terlebih dahulu dan keberhasilan pembuatan LTAP sangat memegang peranan penting.

5.2. PEMBUATAN SERBUK LTAP

Pengamatan dengan menggunakan analisa XRD yang telah dilakukan pada sampel bahan uji untuk mengetahui fasa yang terbentuk dari pencampuran beberapa bahan. Persiapan serbuk LTAP perlu dilakukan lebih dahulu. Serbuk LTAP yang sudah dibuat dengan metoda metalurgi serbuk dianalisa dahulu dengan XRD untuk mengetahui fasa nasicon yang terbentuk. Hasil analisa XRD

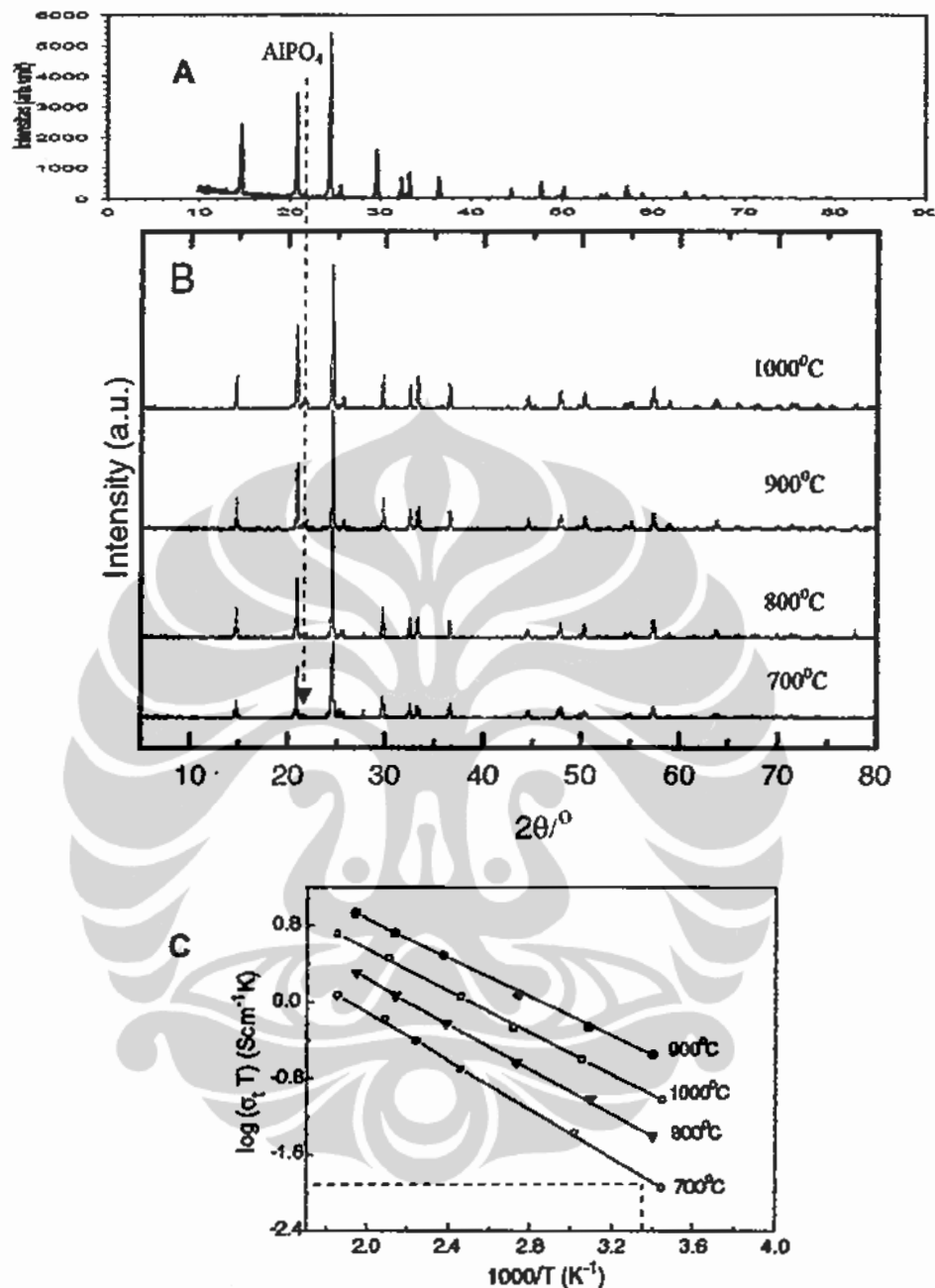
yang data selengkapnya di Lampiran Hasil XRD dapat dilihat seperti pada Gambar 5.1.



Gambar 5.1. XRD patron dari komposit LTAP

Sebagian besar patron XRD dari sampel menunjukkan struktur kristal Lithium Titanium Phosfat (LTP). Ada satu puncak yang kecil di dekat $2\theta = 20^\circ$ menunjukkan kehadiran aluminium bersenyawa dengan fosfat sebagaimana patron umumnya LTAP. Sehingga proses pembuatan dengan parameter yang digunakan dapat menghasilkan LTAP.

Kondisi patron ini sama dengan patron LTAP yang dihasilkan oleh beberapa peneliti di luar negeri, seperti di Gambar 5.2. Puncak – puncak yang muncul mempunyai sudut dan patron tinggi intensitas yang hampir sama. Namun puncak yang menunjukkan keberadaan AlPO_4 tidak nampak jelas atau belum mempunyai tinggi yang sama seperti di patron referensi. Kondisi XRD patron ini sesuai dengan patron referensi dengan temperatur *heat treatment* 800°C .



Gambar 5.2. XRD patron serbuk LTAP (A) dibandingkan dengan referensi (B) dari LTAP dari proses heat treatment fase gelas dan hasil pengujian konduktifitasnya (C) [103]

Pengujian konduktifitas dari Gambar 5.2.C. untuk suhu *heat treatment* 700°C pada pengujian di temperatur 27°C ($T = 300^\circ\text{K}$) yang mendekati suhu ruangan laboratorium di Indonesia memberikan nilai :

$$\log(\sigma.T) \approx -2$$

sehingga $\sigma.T = 10^{-2}$ dan $\sigma = 10^{-2}/T$

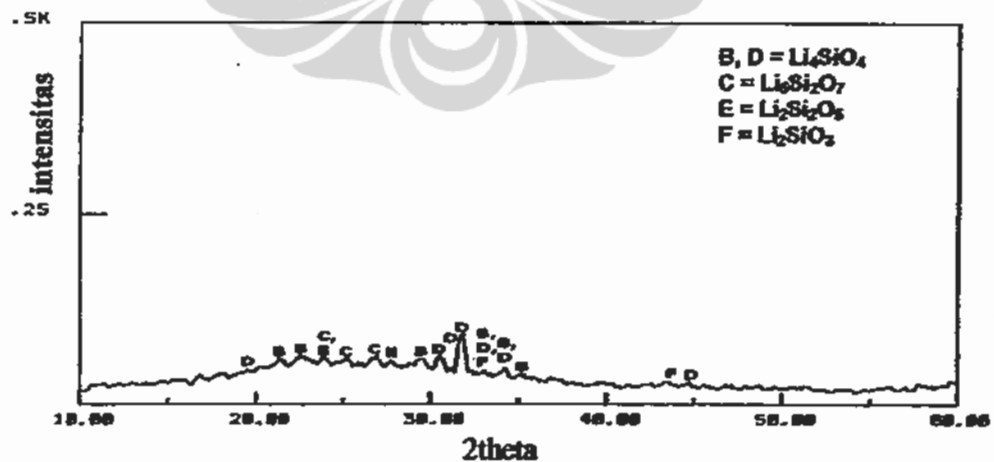
$$\sigma = 3,33 \times 10^{-5} \text{ S/cm}$$

Dalam penelitian ini tidak dilakukan pengujian konduktivitas serbuk LTAP. Jika berdasarkan kecenderungan XRD patron mendekati pada hasil referensi, maka konduktivitas dapat diambil pendekatan sebesar $3,32 \times 10^{-5} \text{ S/cm}$. Namun pengaruh besar serbuk sangat berpengaruh terhadap nilai konduktivitas, dimana ukuran serbuk pada nano memberikan konduktivitas yang sangat berbeda dengan ukuran mikro. Hal ini disebabkan kontak permukaan dan banyak pori akan berbeda yang menghasilkan konduktivitas berbeda.

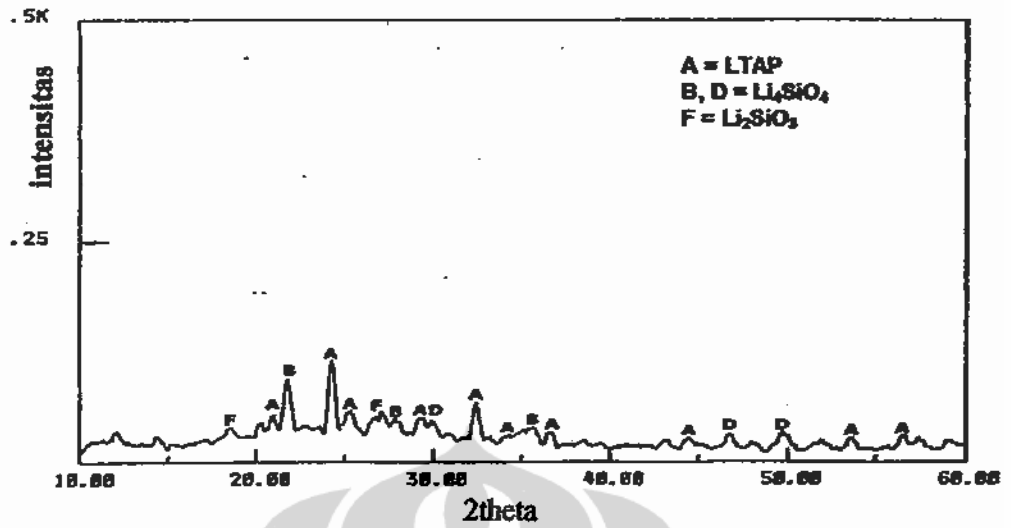
5.3. KOMPOSISI LTAP DI BAWAH 50%wt

5.3.1. Hasil dan Analisa XRD

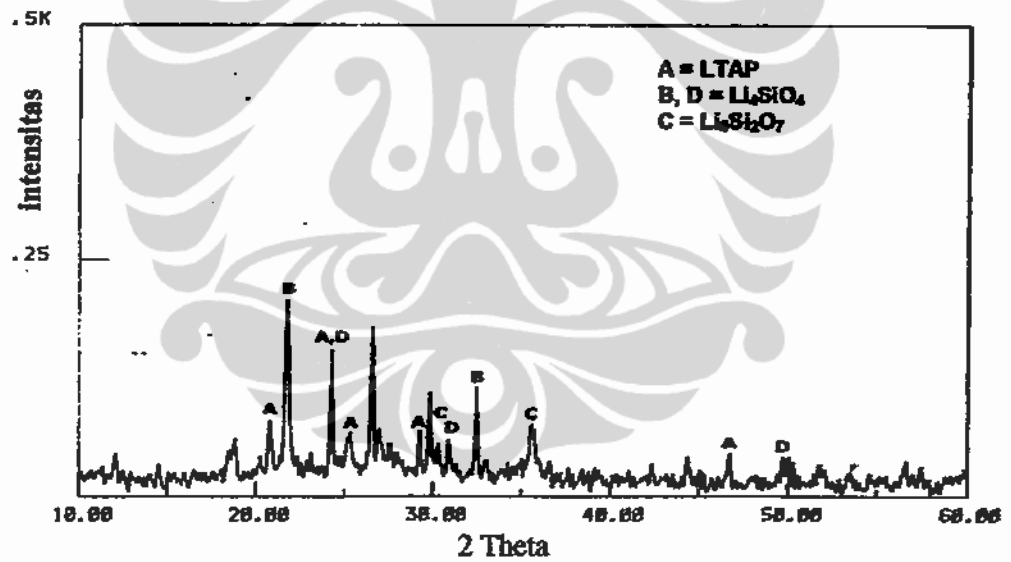
Pembuatan sampel dimulai pada pencampuran filler sampai 50%wt LTAP untuk mengetahui pengaruh suhu *quenching* pada fasa yang terbentuk. Suhu *quenching* yang digunakan pada pembuatan komposit dengan suhu *quenching* ketika pembuatan matrik dengan penambahan lithium oksida, yaitu -60°C . Hasil XRD terdapat datanya di Lampiran Hasil XRD. Fasa yang timbul dapat dilihat di gambar di bawah ini.



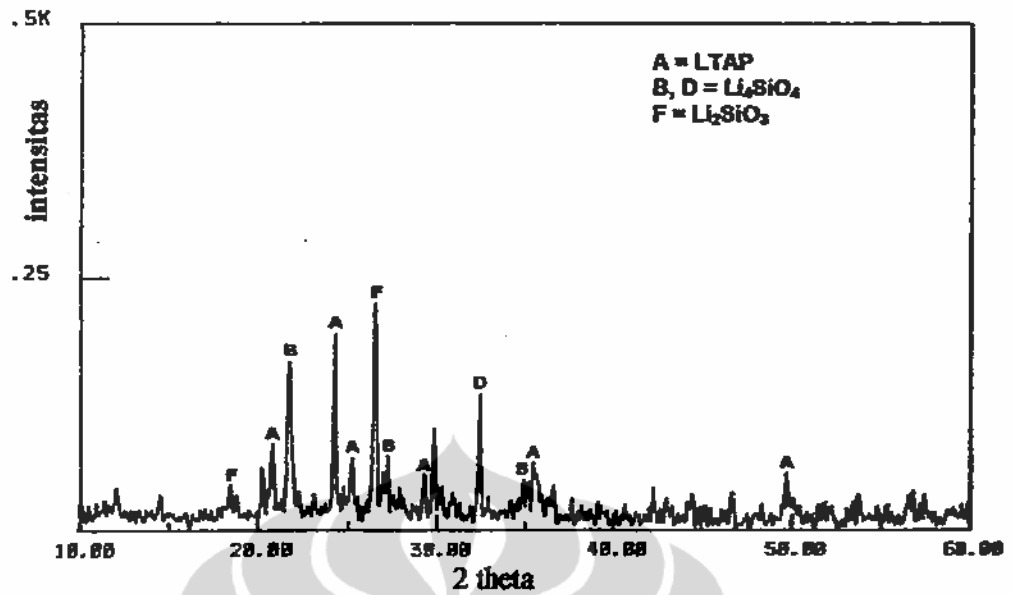
Gambar 5.3. XRD patron dari komposit LTAP A (0%wt penambahan LTAP)



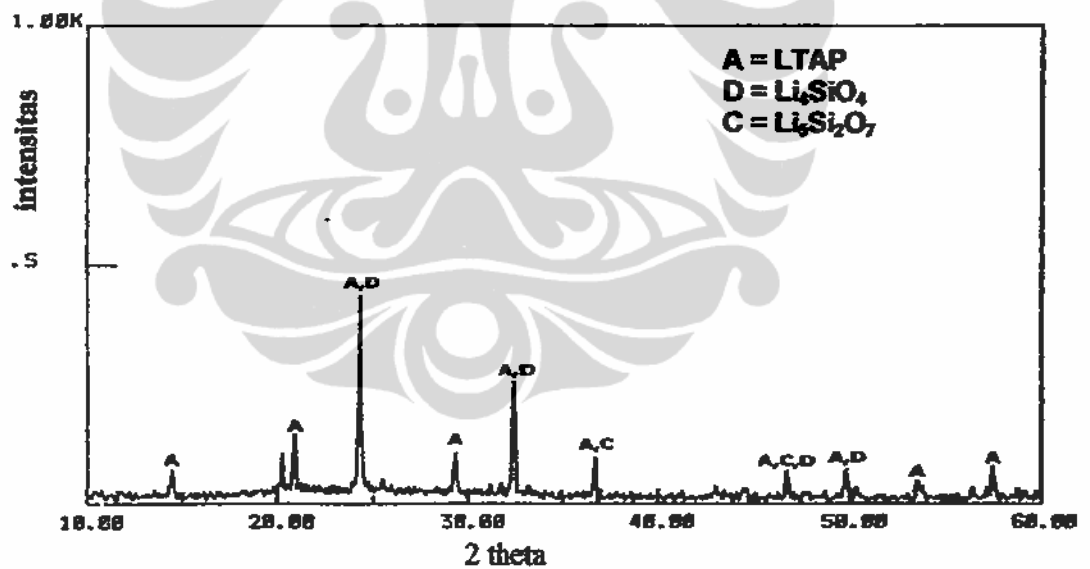
Gambar 5.4. XRD patron dari komposit LTAP B (25%wt penambahan LTAP)



Gambar 5.5. XRD patron dari komposit LTAP C (30%wt penambahan LTAP)

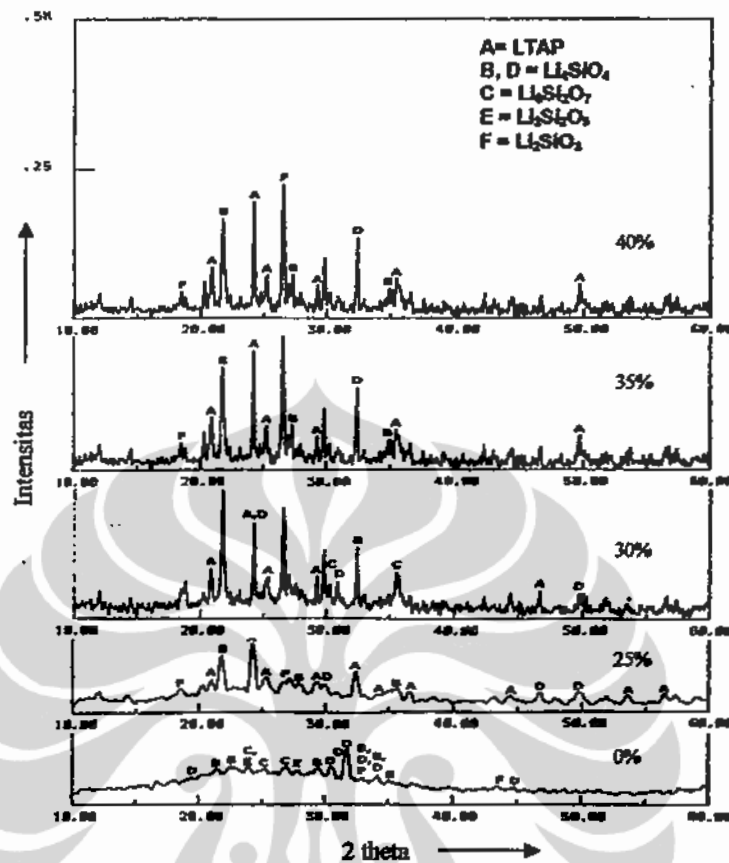


Gambar 5.6. XRD patron dari komposit LTAP D (35%wt penambahan LTAP)



Gambar 5.7. XRD patron dari komposit LTAP E (40%wt penambahan LTAP)

Beberapa gambar XRD patron di atas digabung menjadi satu pada Gambar 5.8. dalam rangka membandingkan dan mengamati fase – fase yang timbul.



Gambar 5.8. Gabungan patron XRD dari komposit LTAP

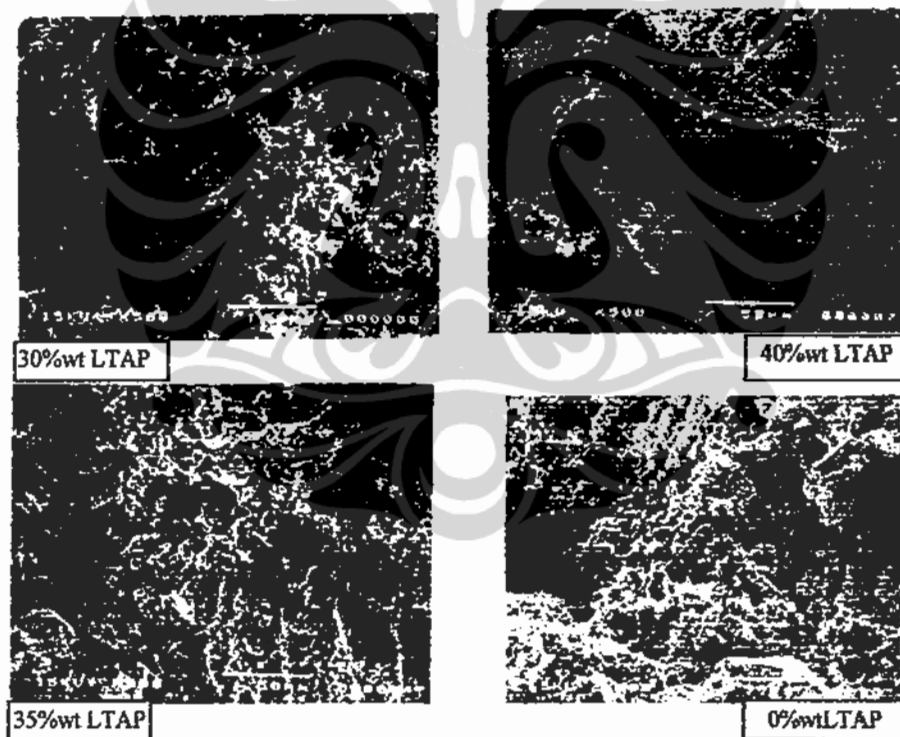
Dilihat dari hasil patron-patron XRD diatas diperoleh bahwa variasi LTAP memberikan variatif fasa yang muncul. Fasa lithium silikat berupa Li_4SiO_4 , $\text{Li}_5\text{Si}_2\text{O}_7$, $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ dan Li_2SiO_3 telah muncul dalam patron XRD. Semakin banyak LTAP lithium silikat dari jenis Li_4SiO_4 , $\text{Li}_5\text{Si}_2\text{O}_7$ dengan unsur lithium yang banyak lebih dominan. Lithium hidroksida tidak nampak dalam patron, hal ini menunjukkan situasi *quenching* dalam nitrogen cair cukup melindungi sampel dari reaksi dengan uap air.

Pengaruh dominasi komposisi *soda lime silica* sangat nampak dengan munculnya background yang terlihat jelas dari patron XRD di atas. *Soda lime silica* menjadi kembali amorf melalui metoda *quenching* di bawah nol dengan media nitrogen cair. Sedangkan *soda lime silica* dalam bentuk kristal tidak nampak dalam patron.

Sedangkan puncak – puncaknya didominasi oleh puncak LTAP. Dengan demikian LTAP tidak mengalami reaksi dengan *soda lime silica*. Jika reaksi terjadi, maka senyawa yang terbentuk biasanya NTP (Natrium Titanium Posfat atau NTAP (Natrium Titanium Alumunium Posfat) sebagaimana pernah terjadi dalam proses pendinginan normal di udara.

5.3.2. Hasil dan Analisa SEM

Hasil karakteristik SEM (*Scanning Electron Microscope*) dengan pembesaran 500x dari bahan komposit ditunjukkan dalam Gambar 5.9.



Gambar 5.9. Hasil SEM pada permukaan dengan variasi komposisi LTAP

Dari Gambar 5.9 hasil foto SEM dengan pembesaran 500 kali, banyak butiran kecil terlihat saling menyambung satu dengan yang lain. Hasil SEM di Gambar 5.9. dibandingkan dengan hasil SEM di Gambar 4.9. sebelumnya sangat berbeda. Gambar 4.9. menunjukkan pelunakan *soda lime silica* sangat nampak,

karena serbuk selain *soda lime silica* masih sedikit. Pada Gambar 5.9. terlihat partikel besar dilingkupi oleh partikel kecil yang terlihat menyatu. Dengan demikian *soda lime silica* dapat berfungsi sebagai perekat, walaupun fungsi perekat belum dapat melingkupi butiran besar. Semakin besar butiran yang ada akan semakin sulit dilingkupi oleh butiran kecil, sebagaimana nampak butiran besar di komposisi 30%wt LTAP.

5.3.3. Hasil dan Analisa Porositas dan Densitas

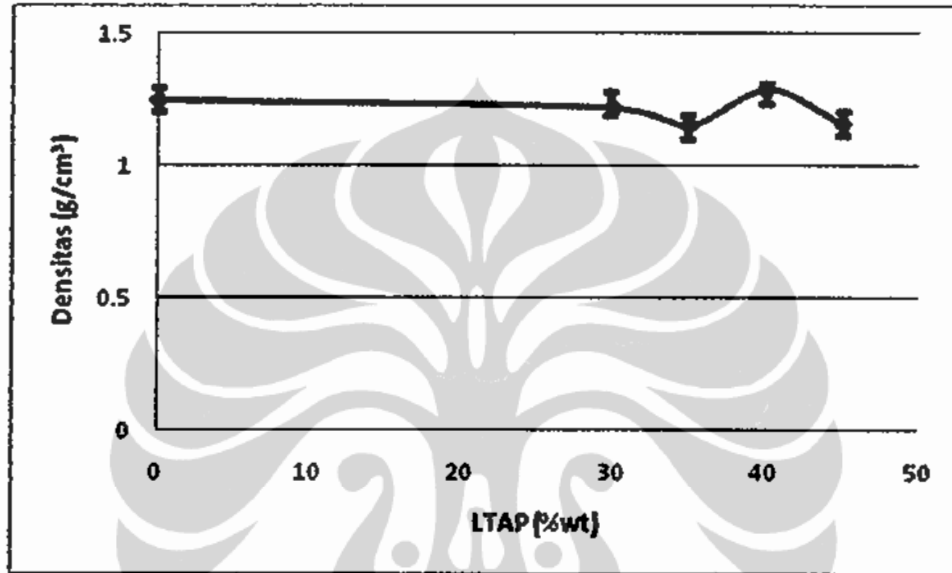
Pengukuran densitas dan porositas dilakukan terhadap sampel berbentuk pelet dengan komposisi sampel yang diukur sesuai komposisinya. Pengukuran densitas dan porositas terhadap sampel bertujuan untuk mengetahui optimasi porositas dan densitas sampel. Hasil pengukuran sampel yang data selengkapnya terdapat di Lampiran Hasil Pengukuran Porositas dan Densitas, dapat dilihat seperti pada Tabel V.1 dibawah ini.

Tabel V.1. Hasil Pengukuran porositas dan densitas sampel komposit

Sampel	LTAP (%wt)	Porositas Rata-rata (%)	densitas rata-rata (gr/cm ³)
1	0	40.7644	1.2452
2	25	43.1697	1.2204
3	30	44.6969	1.1524
4	35	45.5621	1.2890
5	40	49.9720	1.1558

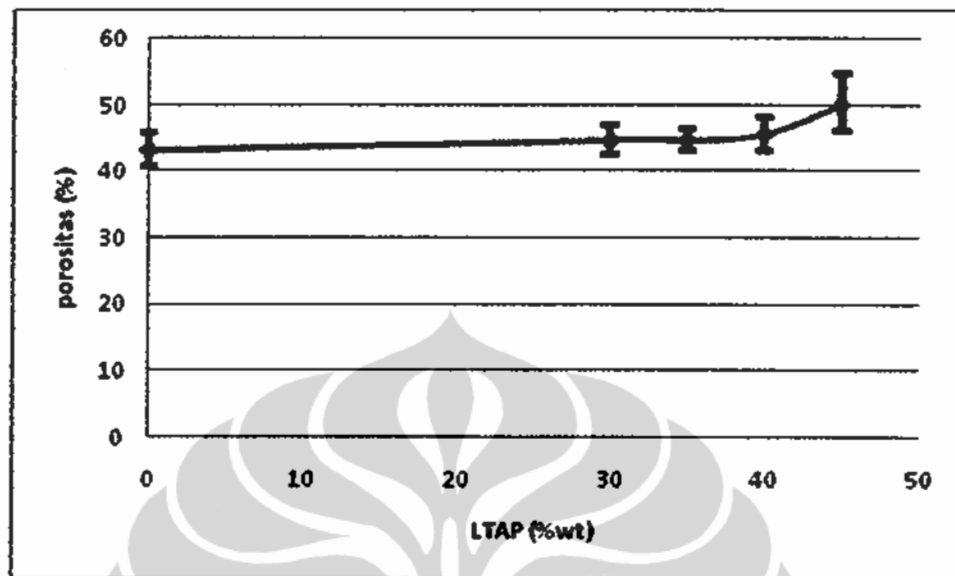
Pengukuran densitas dan porositas menggunakan metoda Archimedes dengan data hasil pengukuran yang dapat dilihat pada tabel diatas. Hasil pengukuran densitas pada Tabel V.1, menunjukkan nilai yang cukup rendah, rata-rata dibawah 1,2 gr/cm³, dibandingkan densitas pada bahan gelas 2,49 gr/cm³. Kepadatan dari bahan elektrolit sangat rendah. Grafik dari hasil pengukuran

densitas dapat dilihat pada Gambar 5.10, garis grafik menunjukkan kecenderungan turun meskipun pada sampel D (penambahan 45 %wt LTAP) mengalami kenaikan, tetapi menurun pada sampel B, C, dan E namun tidak signifikan. Kecendrungan naik pada sampel D (45%wt LTAP), dimungkinkan ukuran partikel yang sangat bervariasi dan tidak diatur pada saat awal penelitian.



Gambar 5.10. Grafik densitas sampel dengan penambahan LTAP .

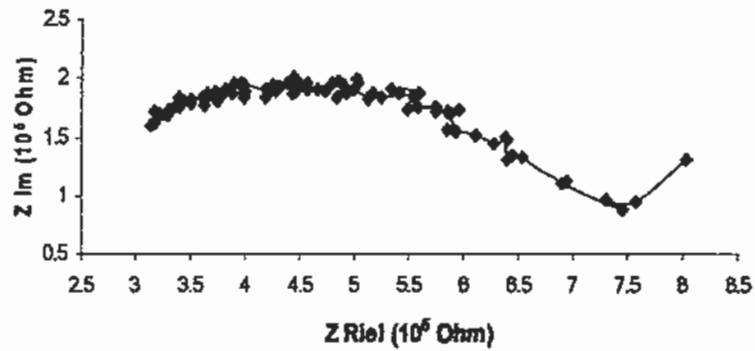
Porositas sampel komposit hampir mempunyai nilai yang sama berkisar pada 40% sampai 50%, sebagaimana terlihat di Gambar 5.11. Besarnya porositas sangat dipengaruhi oleh media methanol yang digunakan pada saat pencetakan. Metoda pencetakan secara sederhana tanpa adanya tekanan juga memberikan ruang untuk membuat porositas besar.



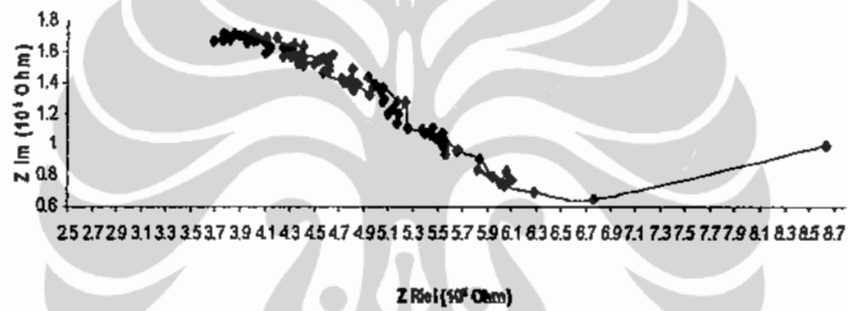
Gambar 5.11. Grafik porositas sampel dengan penambahan LTAP .

5.3.4. Hasil dan Analisa Pengukuran Konduktifitas Ionik

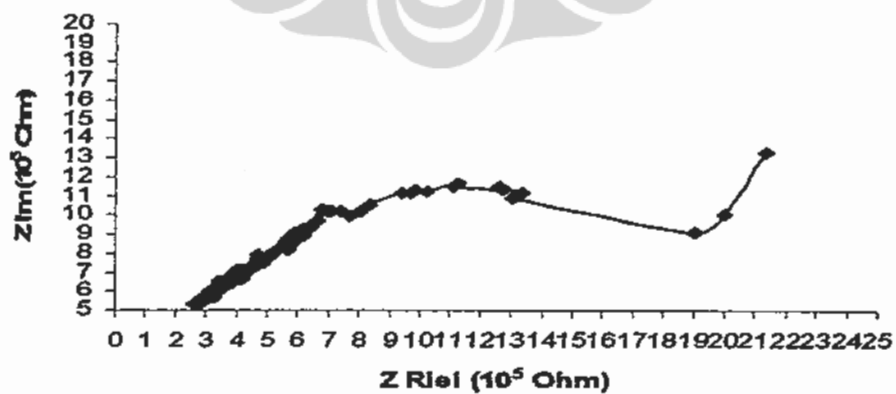
Pengukuran konduktifitas ionik terhadap sampel dilakukan dengan menggunakan teknik impedansi kompleks spektroskopi dan perangkat yang digunakan berupa *Frequency Respon Analyzer (FRA) Solartron 1260*. Sifat konduktifitas ionik dari masing-masing sampel diperoleh dengan mengukur tahanan (*resistansi*) bahan pada suhu kamar dengan metoda impedansi kompleks. Gejala warbrug yang diharapkan bagi bahan elektrolit sudah mulai nampak pada ujung grafik sebagai gejala gerakan ionik, seperti diperlihatkan dalam gambar di bawah ini. Data hasil pengukuran dapat dilihat di Lampiran Hasil Pengujian Konduktifitas.



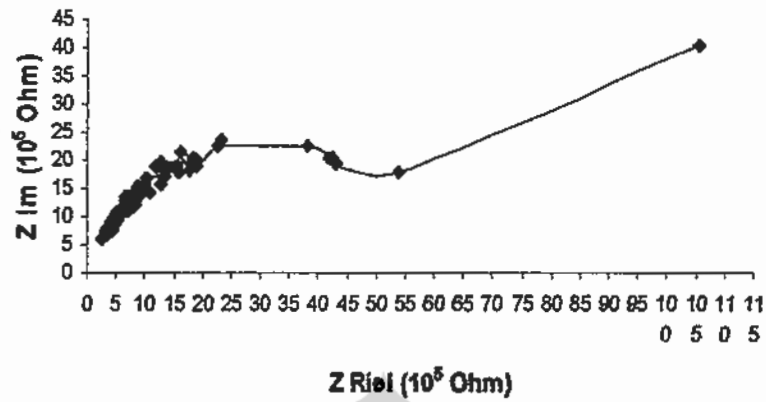
Gambar 5.12. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 0%wt LTAP.



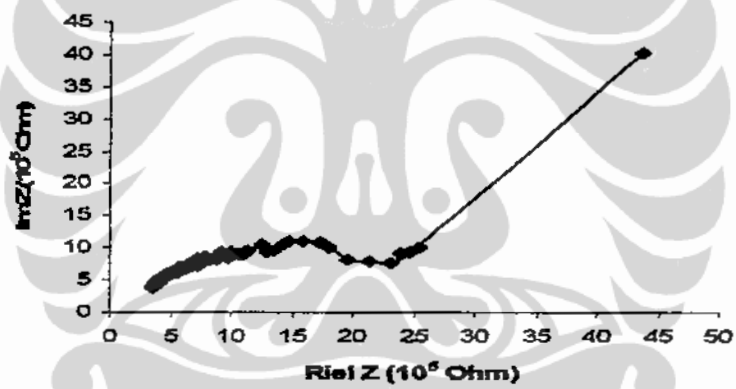
Gambar 5.13. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 25%wt LTAP.



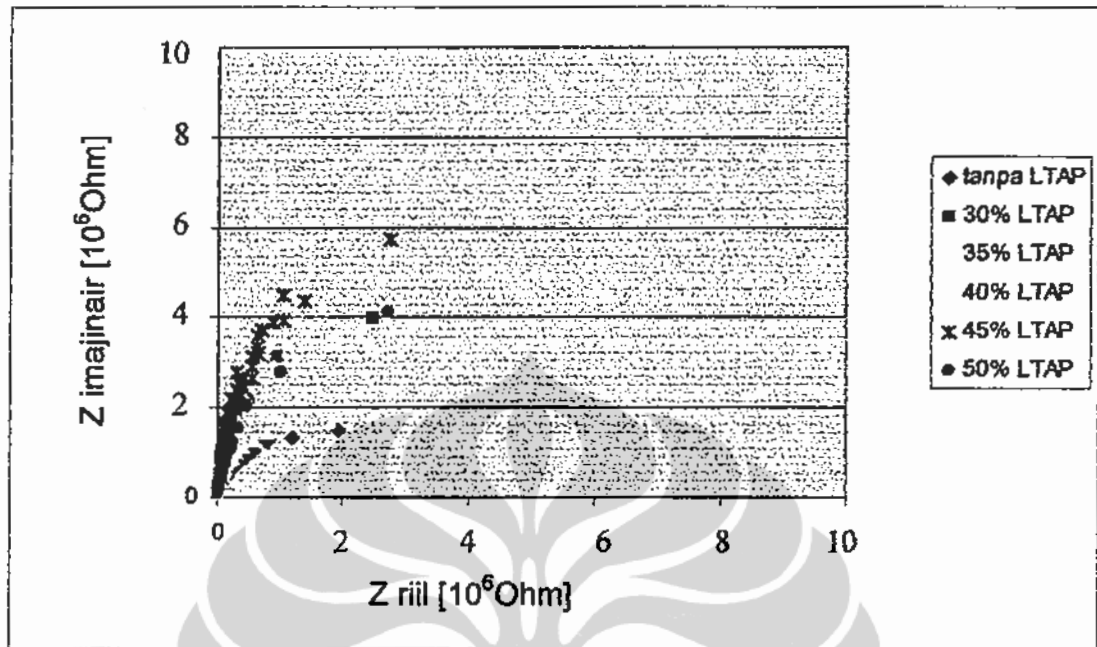
Gambar 5.14. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 30%wt LTAP.



Gambar 5.15. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 35%wt LTAP.



Gambar 5.16. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 40%wt LTAP.



Gambar 5.17. Kurva impedansi kompleks untuk semua sampel

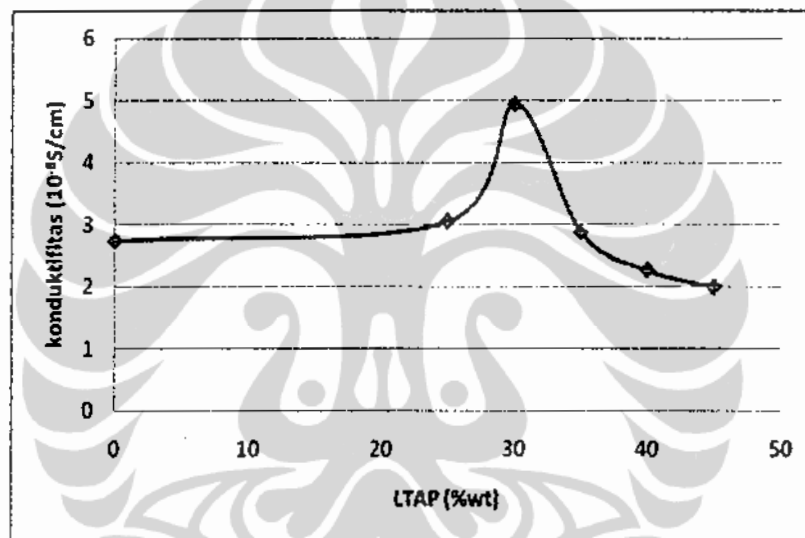
Ekstrapolasi ke sumbu x (Z') dari setengah lingkaran akan didapat harga impedansi real atau resistor. Hasil ekstrapolasi ini digunakan sebagai bahan perhitungan konduktifitas sesuai dengan persamaan (3.5.) Hasil perhitungan konduktifitas dapat dilihat di Tabel V.2.

Tabel V.2. Nilai konduktifitas ionik

No.	Bahan (%wt LTAP)	l (cm)	r (cm)	A (cm^2)	R (10^6 Ohm)	σ (10^{-8} S/cm)
1	0	0.49	0.3775	0.4474	40	2.7376
2	25	0.425	0.3175	0.3165	44	3.0515
3	30	0.475	0.3	0.2826	34	4.9435
4	35	0.415	0.32	0.3215	45	2.8681
5	40	0.43	0.3175	0.3165	60	2.2641
6	45	0.325	0.34	0.3629	45	1.9896

Hasil pengukuran konduktifitas diperoleh bahwa bahan gelas kaca + 7,5%wt Li_2O dengan penambahan 35%wt LTAP memiliki konduktifitas ionik yang paling tinggi sebesar 4.94×10^{-8} S/cm, sedangkan pada konsentrasi lebih dari 35%wt LTAP mengalami penurunan kembali nilai konduktifitasnya seperti diperlihatkan pada Tabel V.2.

Hubungan antara konduktifitas ionik dan konsentrasi LTAP ditunjukkan pada Gambar 5.18.



Grafik 5.18. Grafik hubungan konduktifitas ionik dan konsentrasi LTAP

Dari Gambar 5.18 diketahui bahwa bahan elektrolit baterai lithium dengan gelas kaca + 7,5%wt Li_2O dengan penambahan konsentrasi LTAP sebesar 30%wt dapat menaikkan konduktifitas ionik sampai mencapai 2 kali lipat dari hasil bahan elektrolit baterai lithium dengan gelas kaca + 7,5%wt Li_2O tanpa LTAP.

Apabila nilai konduktifitas ionik yang telah diperoleh dibandingkan dengan dengan bahan LTAP yang memiliki konduktifitas sebesar $2,94 \times 10^{-7}$ S/cm maka bahan elektrolit baterai lithium dengan menggunakan matriks gelas kaca + 7,5%wt Li_2O dan penambahan 45%wt LTAP ini mengalami penurunan nilai konduktifitas sebesar 6 kali dari konduktifitas bahan LTAP, sedangkan bila dibandingkan dengan gelas kaca yang memiliki konduktifitas ionik sebesar

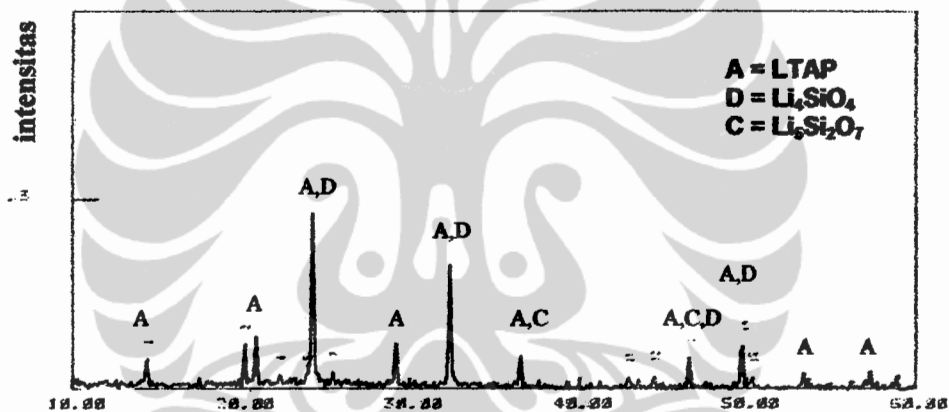
2×10^{-10} S/cm, maka bahan komposit dengan gelas kaca + 7,5%wt Li_2O dengan penambahan 30%wt LTAP ini memiliki nilai konduktivitas 50 kali dari konduktivitas gelas kaca.

5.4. KOMPOSISI LTAP DI ATAS 50%wt

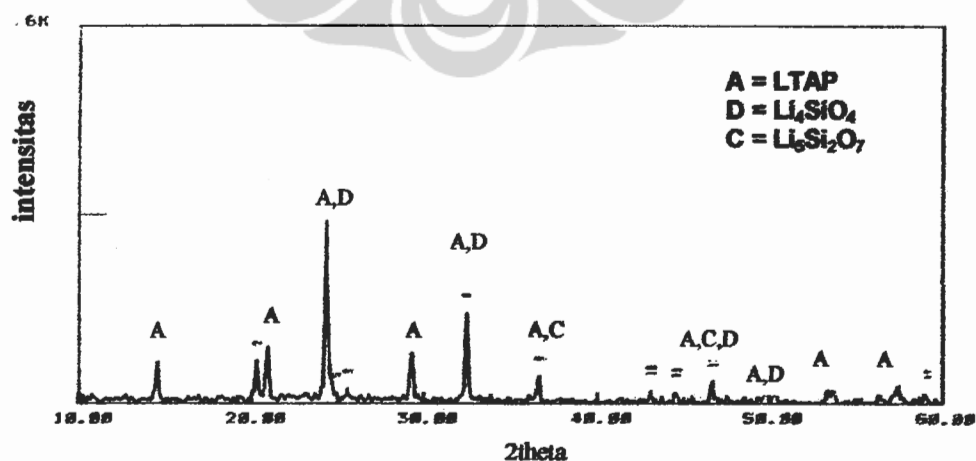
5.4.1. Analisa XRD

Pembuatan lembaran komposit elektrolit ternyata tidak bisa dibuat pada suhu *quenching* -60°C . Sampel sangat rapuh, kemungkinan banyak *soda lime silica* menjadi kristal. Sehingga suhu *quenching* diturunkan lagi sampai -100°C .

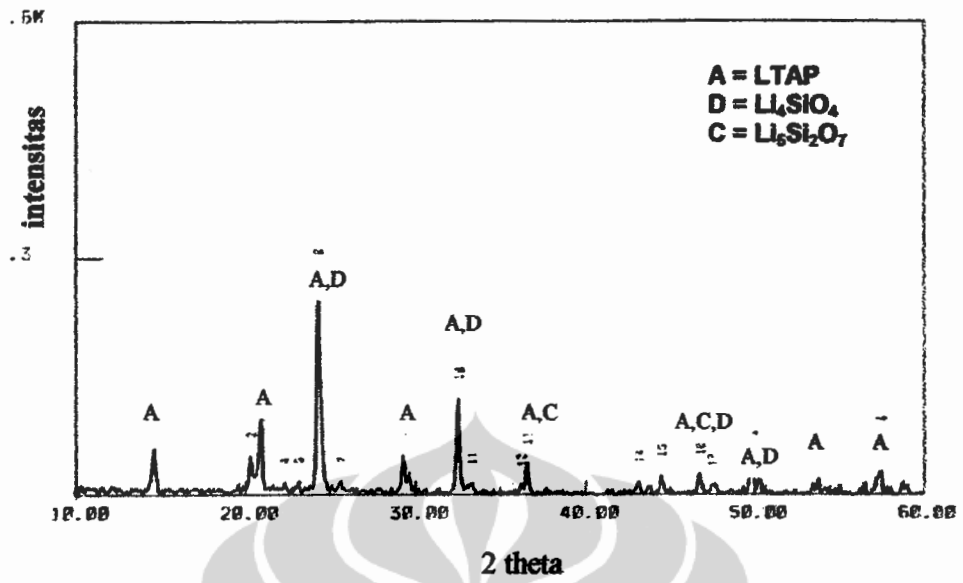
Hasil analisa XRD yang data selengkapnya di Lampiran Hasil XRD dapat dilihat dari hasil patron yang terdapat pada beberapa gambar di bawah ini.



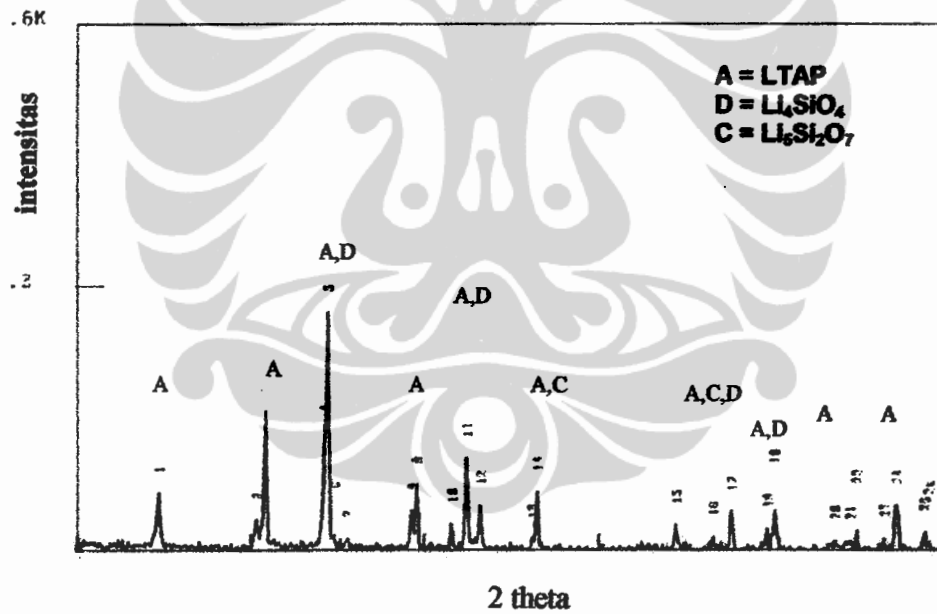
Gambar 5.19. XRD patron dari komposit elektrolit dengan 50%wt LTAP.



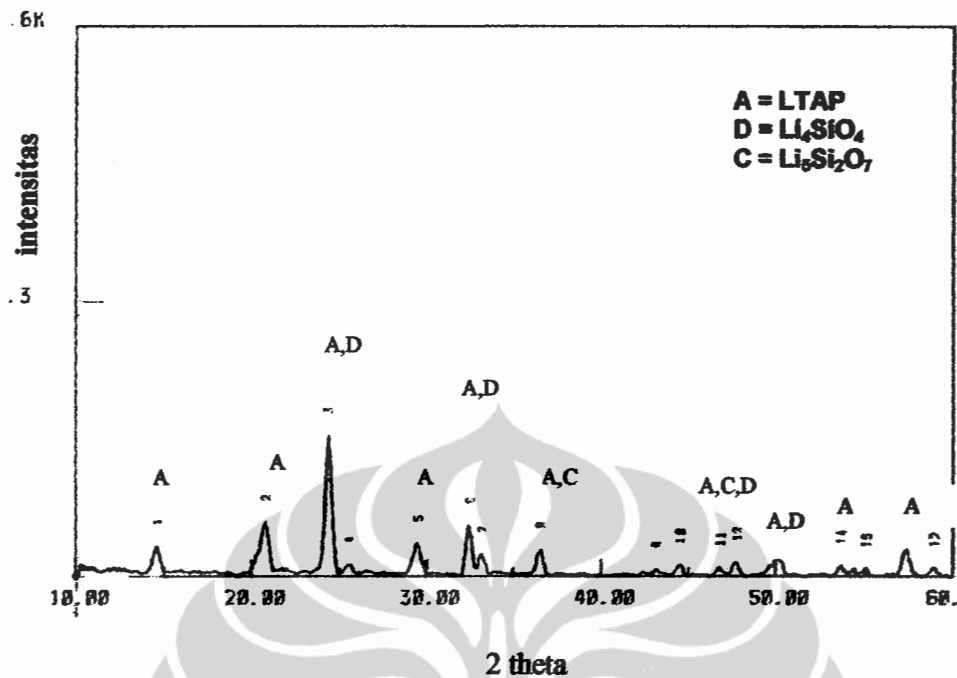
Gambar 5.20. XRD patron dari komposit elektrolit dengan 60%wt LTAP.



Gambar 5.21. XRD patron dari komposit elektrolit dengan 70%wt LTAP.

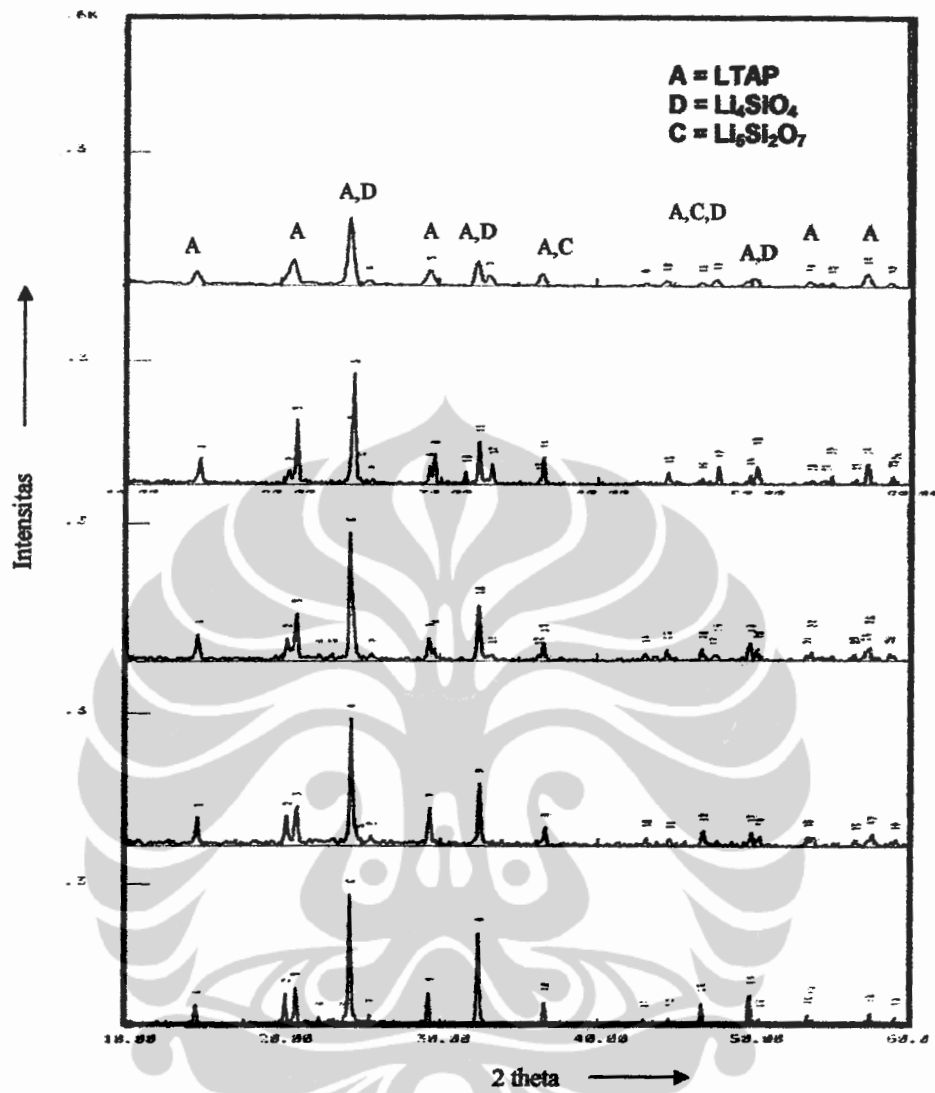


Gambar 5.22. XRD patron dari komposit elektrolit dengan 75%wt LTAP.



Gambar 5.23. XRD patron dari komposit elektrolit dengan 80%wt LTAP.

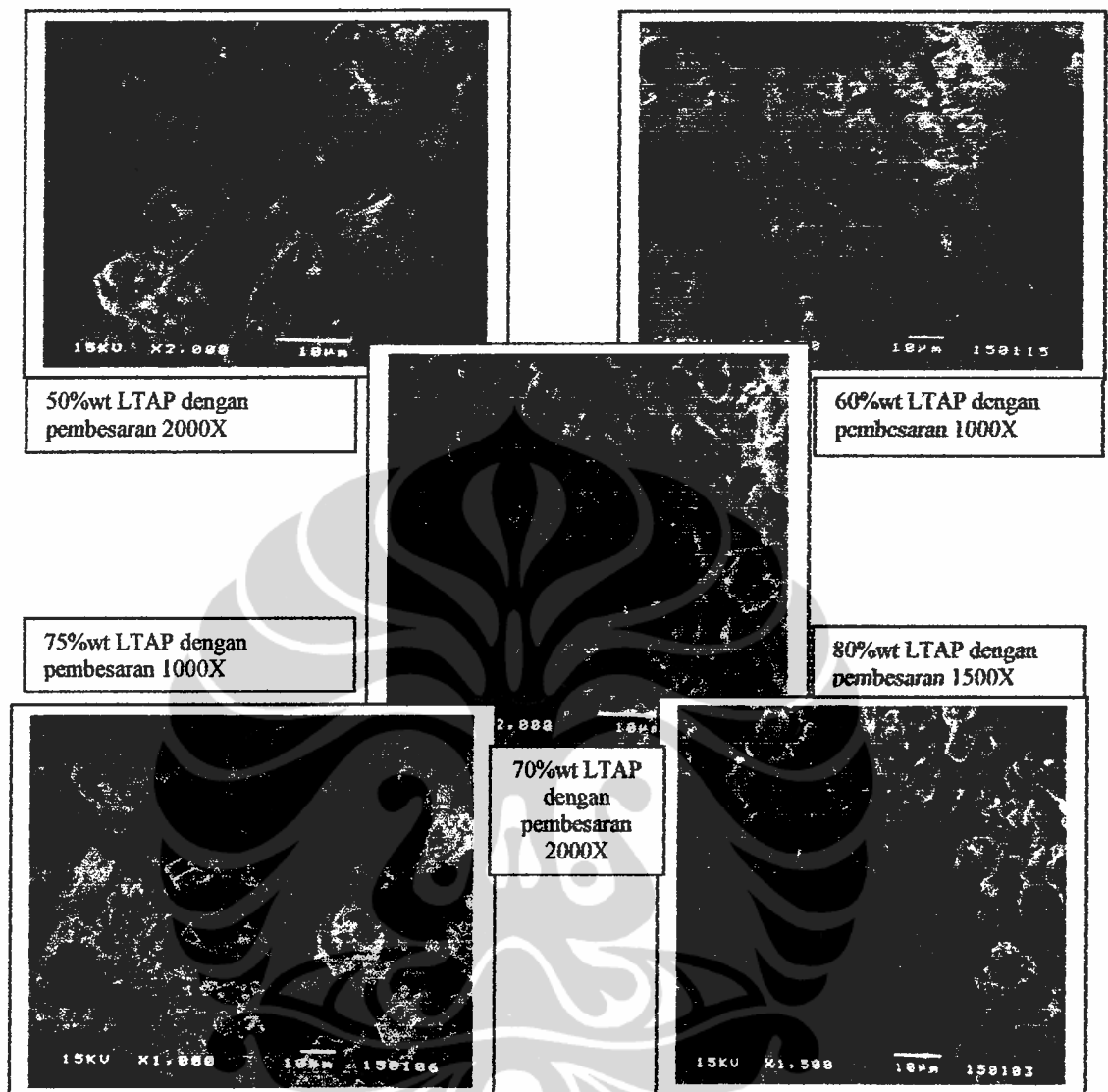
Patron XRD dari gambar di atas menunjukkan kesamaan dengan patron XRD dari gambar patron sebelumnya dengan komposisi 40%wt LTAP. Hal ini menggambarkan dominasi LTAP pada sampel semakin nampak, dengan semakin banyaknya penambahan LTAP. Bahan yang timbul dalam XRD tetap yaitu LTAP, Li_4SiO_4 dan $\text{Li}_6\text{Si}_2\text{O}_7$. Hasil XRD menunjukkan juga tidak terjadi *ion exchange* antara ion *sodium* Na dari *soda lime silica* dengan ion Li dari LTAP, karena sodium titanium alumunium posfat (NTAP) tidak muncul di XRD patron. Kristalisasi *soda lime silica* juga terjadi. Dengan demikian pendinginan secara cepat pada suhu di bawah -100°C sudah cukup menekan *soda lime silica* untuk tetap menjadi amorf.



Gambar 5.24. XRD patron dari penambahan LTAP

5.4.2. Analisa SEM

Hasil analisa SEM dapat dilihat di Gambar 5.25. Variasi komposisi LTAP mempengaruhi bentuk interaksi antara matrik *soda lime silica* dan filler LTAP.



Gambar 5.25. Foto SEM dari sampel dengan variasi komposisi LTAP

Foto SEM di Gambar 5.25. menunjukkan interaksi antara *soda lime silica* sebagai perekat dan LTAP sebagai filler sudah terjadi. Namun pori dan kepadatan terlihat bervariasi dan tidak mengikuti suatu fenomena akibat peningkatan penambahan filler LTAP. Komposisi 60%wt dan 70%wt LTAP mempunyai kepadatan cukup baik dibandingkan dengan yang lain. Komposisi 50%wt LTAP terlihat sangat longgar dan mempunyai pori yang banyak, sedangkan sampel ini mempunyai banyak *soda lime silica*. Keadaan ini bisa terjadi dalam penyebaran serbuk *soda lime silica* yang tidak merata dan besar serbuk tidak sama dengan penyebarannya tidak merata. Besar serbuk pada komposisi 50%wt dan 75%wt

LTAP terlihat lebih besar dibandingkan yang lain. Sehingga ketika *soda lime silica* melunak dan menyelimuti serbuk yang lebih besar maka ruangan kosong akan timbul dengan kondisi lebih longgar. Sehingga penghalusan serbuk perlu dicari sampai kondisi optimal.

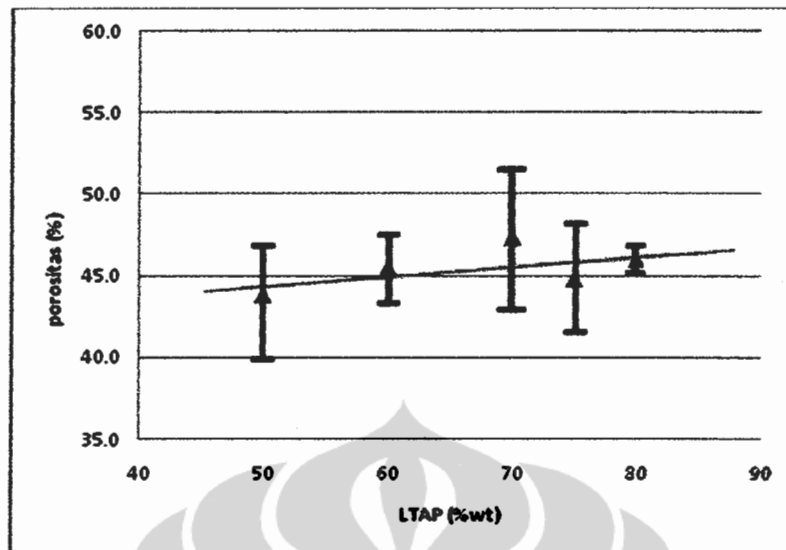
5.4.3. Analisa Densitas dan Porositas

Pengujian densitas dan porositas sangat sulit dilakukan dengan media aceton, sehingga semua direndam lebih dulu dalam aceton. Hasil pengujian yang data selengkapnya terdapat di Lampiran Hasil Pengukuran Porositas dan Densitas, dapat dibaca di Tabel V.3.

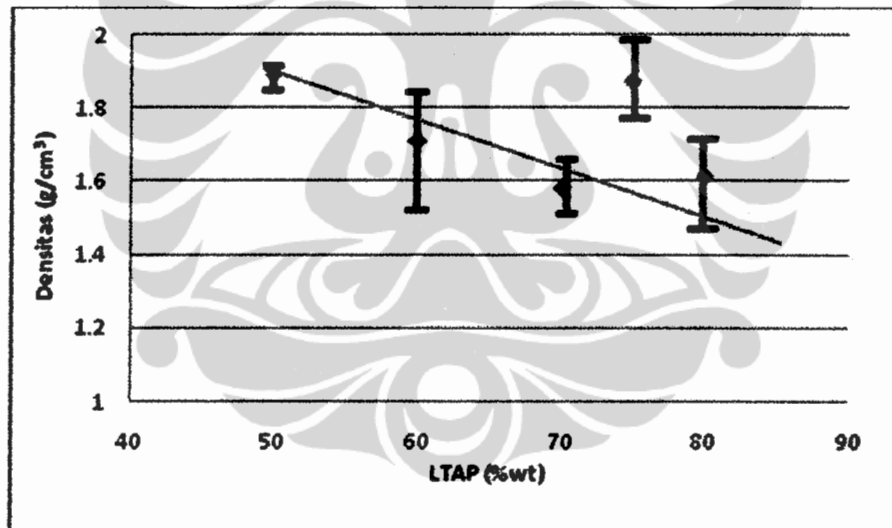
Tabel V.3. Hasil pengukuran uji densitas dan porositas dengan variasi penambahan LTAP

No	Sampel LTAP (%wt)	Porositas Rata-rata (%)	Densitas Rata – rata (g/cm ³)
1	50	43.7954	1.8918
2	60	45.5006	1.7084
3	70	47.3144	1.5796
4	75	44.7885	1.874
5	80	45.9499	1.613

Hasil perhitungan di Tabel V.3. dapat dibuatkan grafik densitas dan porositas terhadap penambahan LTAP, sebagaimana di Gambar 5.26 dan Gambar 5.27.



Gambar 5.26. Grafik porositas sampel dengan penambahan LTAP .



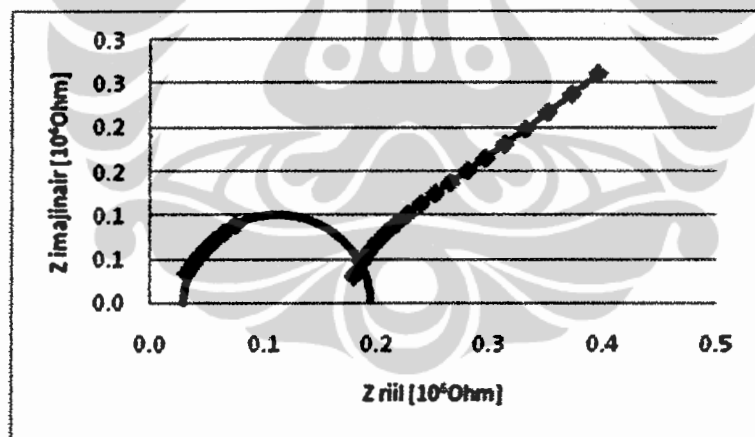
Gambar 5.27. Grafik densitas sampel dengan penambahan LTAP .

Penggambaran porositas dapat diamati dengan kasar pada hasil foto SEM. Porositas meningkat pada penambahan LTAP. Pada komposisi LTAP 80%wt porositas semakin lebar di permukaan dan terlihat semakin banyak. Komposisi LTAP 75%wt dapat diambil sebagai komposisi optimum dalam penambahan LTAP, dimana LTAP diharapkan sebagai filler menjadi unsur utama dalam pembuatan komposit elektrolit untuk membuat baterai padat lithium.

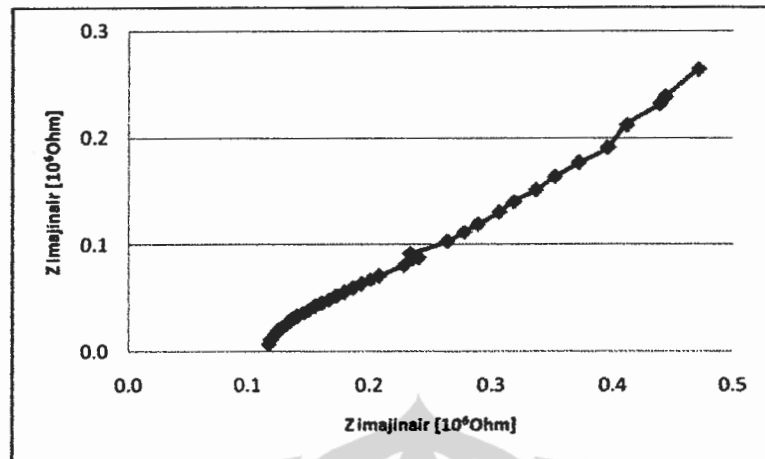
Porositas mempunyai nilai hampir sama, yaitu berkisar pada 40% sampai 50%. Densitas sampel juga masih di bawah 2 gr/cm^3 . Kembali lagi pengaruh besar partikel serta homogenitas besarannya sangat berpengaruh. Di lain sisi media pencetakan juga menambah besar porositas. Pori pada pembuatan bahan komposit keramik tidak akan dapat dihilang, walaupun ukuran partikel sampai pada terkecil.

5.4.4. Pengukuran Konduktifitas

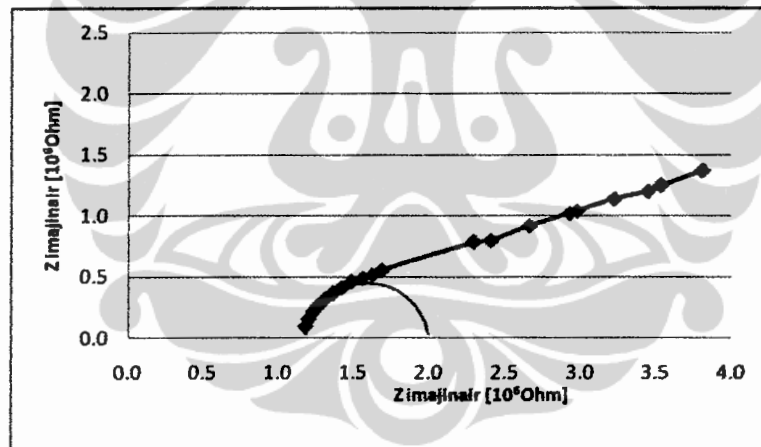
Pengujian konduktifitas dilakukan pengukuran impedansi kompleks dari masing – masing sampel. Pengujian ini dilakukan dengan alat Autolab yang merupakan jenis alat EIS seperti Solartron 1260. Pengujian dilakukan pada frekuensi antara 1 sampai 10^5 Hz . Hasil – hasil pengujian yang data selengkapnya di Lampiran Hasil Pengujian Konduktifitas, dapat dilihat di gambar grafik di bawah ini.



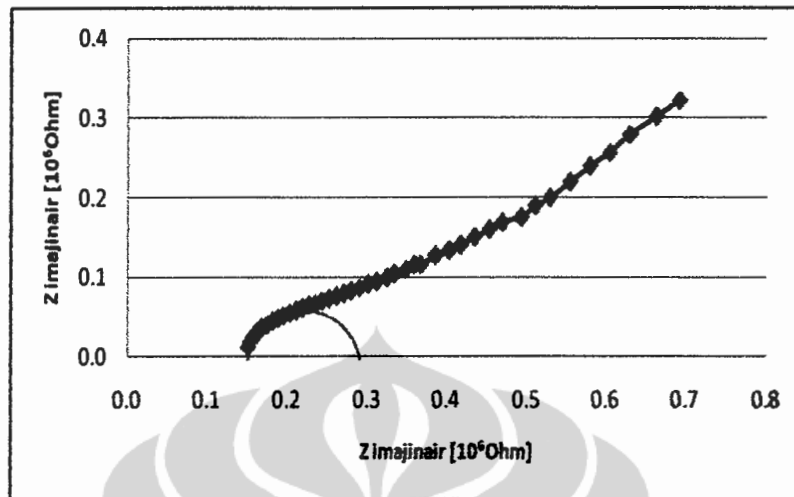
Gambar 5.28. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi 50%wt LTAP.



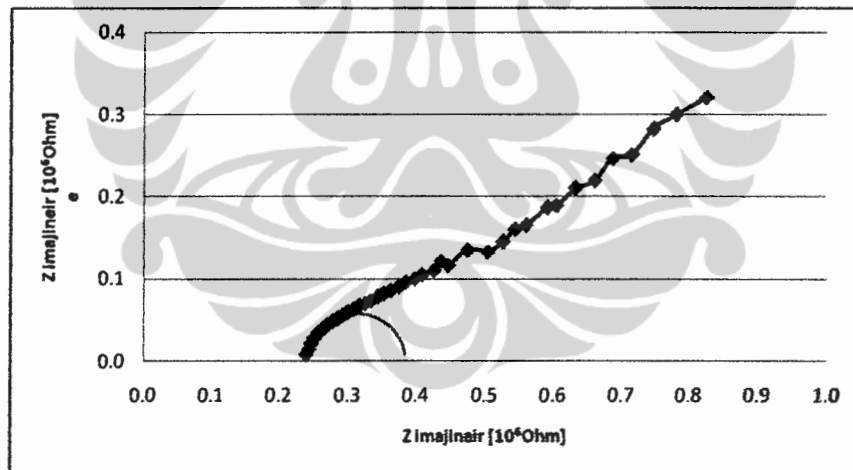
Gambar 5.29. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi 60%wt LTAP.



Gambar 5.30. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi 70%wt LTAP.



Gambar 5.31. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi 75%wt LTAP.



Gambar 5.32. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi 80%wt LTAP.

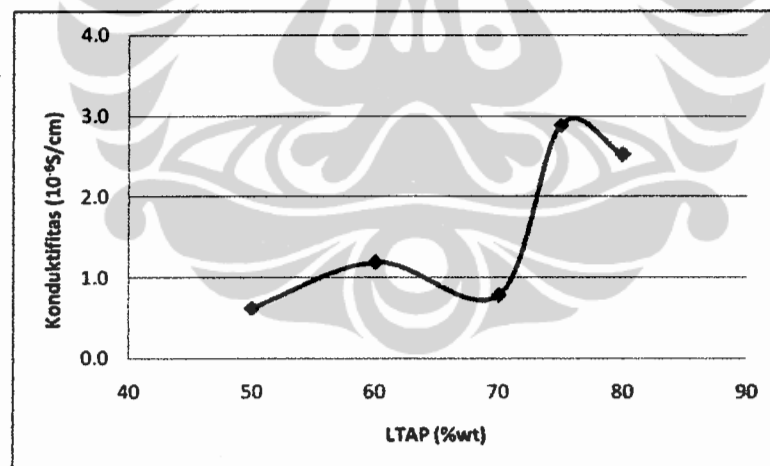
Pengaruh penambahan LTAP pada bentuk grafik impedansi sangat terlihat, dimana garis Warburg cenderung semakin tegak. Hal ini dihasilkan dari pengaruh porositas yang banyak dan ditambah besar serbuk yang besar, sehingga kontak permukaan antar serbuk semakin kecil dan jauh. Ekstrapolasi setengah lingkaran

memberikan nilai impedansi riil, yang dikenal dengan resistor pada arus DC. Perhitungan konduktifitas dapat diamati di Tabel V.4.

Tabel V.4. Hasil pengukuran impedansi dan perhitungan konduktifitas ionik

No	Komposisi %wt LTAP	Tebal rata-rata (mm)	A cm ²	R 10 ⁵ Ohm	σ 10 ⁻⁶ S/cm
1	50	3.54	9	1.9	0.2072
2	60	3.57	3	0.9	1.3210
3	70	3.97	9	17	0.0260
4	75	4.32	1	1.5	2.8822
5	80	4.03	1	1.6	2.5188

Grafik antara konduktifitas dan penambahan LTAP dapat dilihat di Gambar 5.33. yang merupakan hasil perhitungan di Tabel V.4.



Gambar 5.33. Konduktifitas ionic terhadap penambahan LTAP

Keberadaan LTAP semakin nampak pada peningkatan secara umum dari konduktifitas komposit. Komposisi penambahan 75%wt LTAP mempunyai nilai konduktifitas tertinggi, yaitu $2,88 \times 10^{-6}$ S/cm. Namun nilai ini sangat bergantung pada besar partikel dari serbuk LTAP.

5.5. PEMBAHASAN

Pembuatan komposit dengan penambahan LTAP dalam *soda lime silica* memberikan efek pada proses *quenching*, dimana proses *quenching* harus dilakukan lebih rendah akibat perbedaan material antara filler dan matrik. Pendinginan cepat dilakukan pada suhu di bawah -100°C agar dapat meredam terjadi kristalisasi dari *soda lime silica*. Hal ini menunjukkan 40°C lebih rendah dari hanya bahan matrik. Kondisi pendinginan dalam lingkungan nitrogen cair masih efektif untuk menghindari terjadinya reaksi lithium dengan uap air yang terlihat pada ketidakhadiran LiOH pada XRD patron. Hasil penelitian telah dipublikasikan [104,105,106,107]

LTAP tidak melakukan reaksi dengan *soda lime silica*, dimana natrium titanium aluminium posfat tidak terbentuk di XRD patron. Sehingga LTAP masih dapat berfungsi sebagai bahan elektrolit. Serbuk LTAP yang semakin banyak mengakibatkan fungsi perekat *soda lime silica* semakin nampak terbatas. Besar butiran dari serbuk LTAP semakin memberikan memperkecil peran *soda lime silica*. Keadaan ini dapat diperbaiki dengan memperkecil besar butiran LTAP, sehingga *soda lime silica* dapat menjangkau fungsi perekat di seluruh butiran LTAP. Mekanisme fungsi perekat *soda lime silica* mengikuti proses pembasahan atau proses solidification sebagaimana dibahas pada bab sebelumnya.

Pengaruh LTAP semakin nampak pada bentuk grafik impedansi. Gejala Warburg semakin tegak dengan banyaknya LTAP, namun gejala Warburg memberikan harapan bahwa komposit keramik ini dapat digunakan sebagai bahan elektrolit. Porositas dan densitas yang kurang memenuhi syarat harus ditingkatkan menuju semakin besar peluang menjadi bahan elektrolit.

BAB VI

HASIL PENINGKATAN SIFAT KOMPOSIT

6.1. PENINGKATAN SIFAT KOMPOSIT

Beberapa hasil sebelumnya telah menunjukkan pengaruh besar serbuk LTAP terhadap beberapa sifat komposit, dimana porositas menjadi tinggi dan kontak permukaan semakin rendah. Hal ini akan berakibat pada beberapa sifat yang lain, seperti konduktifitas dan kekuatan mekanik komposit. Oleh karena itu beberapa langkah perlu diambil untuk meningkatkan sifat – sifat komposit dalam mendukung fungsinya sebagai elektrolit padat baterai lithium.

Peningkatan sifat komposit dilakukan dengan 2 langkah, yaitu

1. melakukan pengecilan besar butiran dengan bervariasi waktu penghalusan (*milling*) di Ball Mill
2. melakukan penambahan LiBr yang diharapkan sebagai penambah bahan perekat dan garam lithium dalam peningkatan konduktifitas..

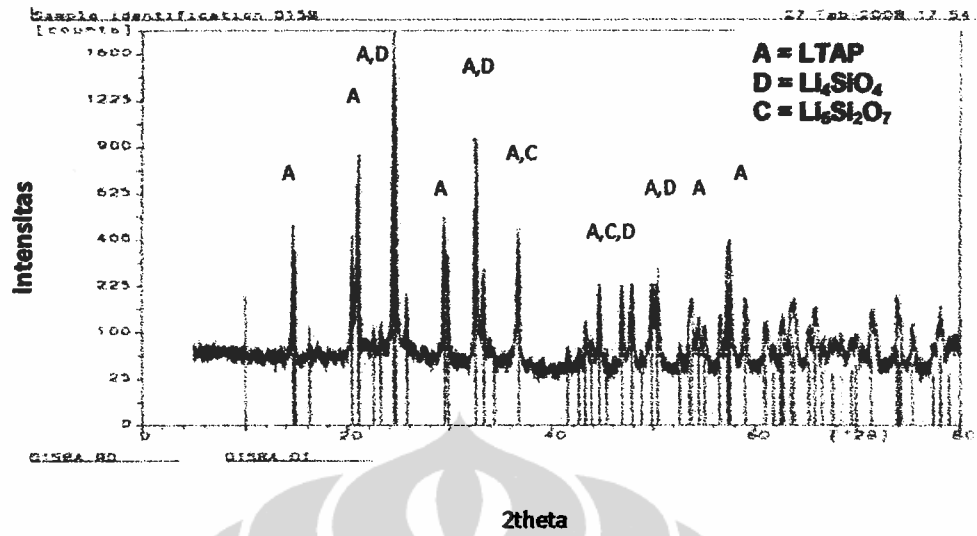
Adapun hasil dari penelitian ini dapat ulas di paragraf selanjutnya.

6.2. VARIASI WAKTU PENGHALUSAN

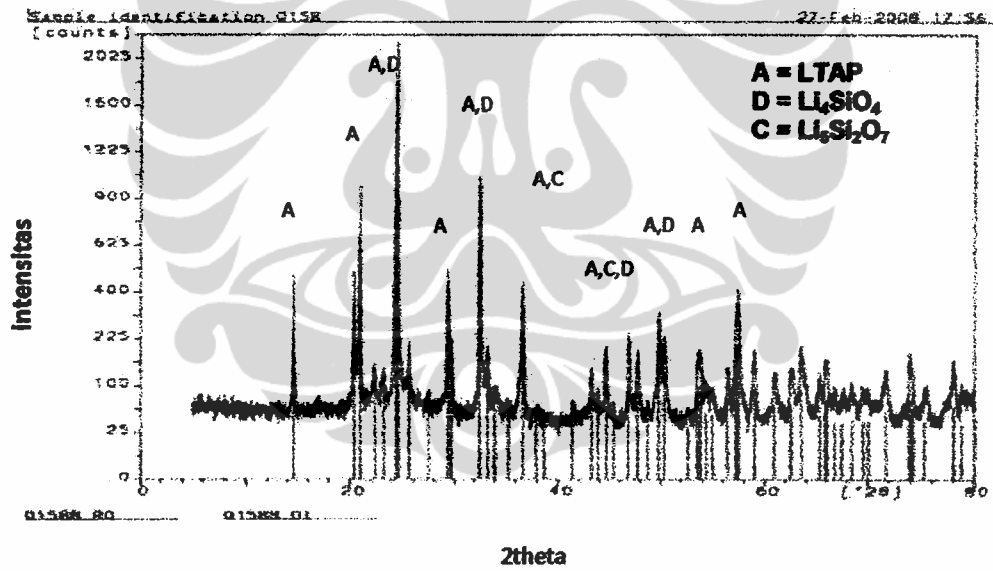
Penghalusan butiran serbuk campuran dilakukan dengan metoda *milling* sebagaimana dijelaskan di Bab III. Variasi waktu *milling* adalah 0, 12, 24, 36 dan 48 jam. Hasil dari *milling* dicetak dengan menggunakan press hidraulik dan kemudian disinter untuk menghasilkan lembaran komposit. Sampel diamati, diukur dan analisa dengan XRD, SEM – EDX, mikro hardness, konduktifitas ionik, porositas dan densitas. Hasil penelitian ini telah dipublikasikan [108].

6.2.1. Hasil dan Analisa XRD

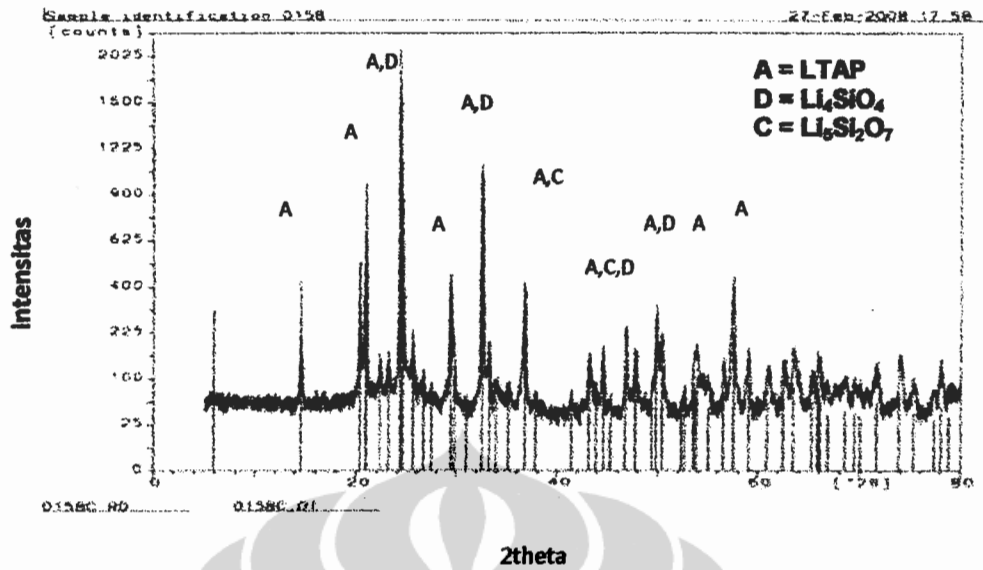
Pengamatan struktur dengan XRD dilakukan untuk melihat adanya perubahan fasa atau munculnya material baru. Beberapa hasil XRD dapat dilihat di bawah ini, sedangkan data selengkapnya dapat dilihat di Lampiran Hasil XRD.



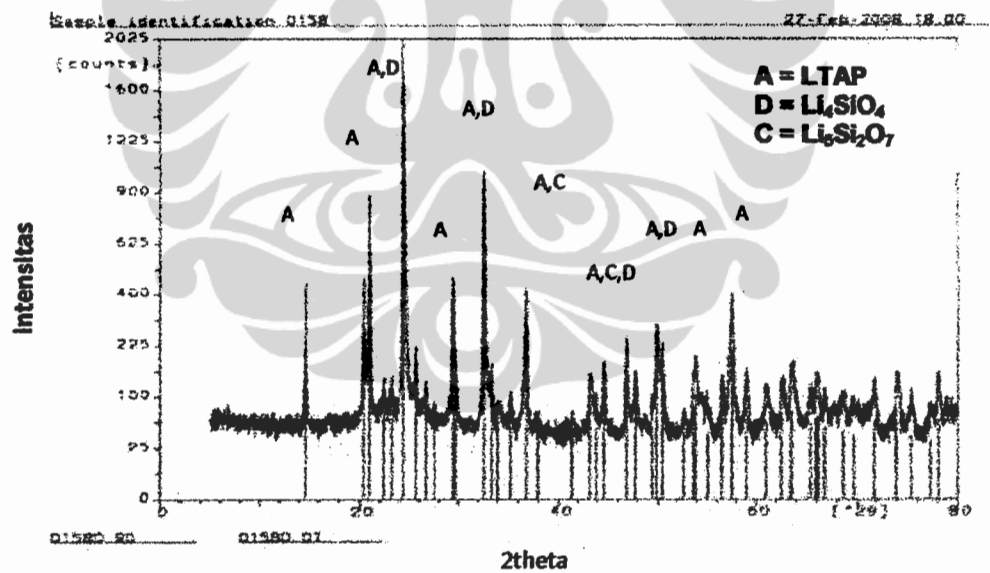
Gambar 6.1. XRD patron dari sampel dengan tanpa penghalusan



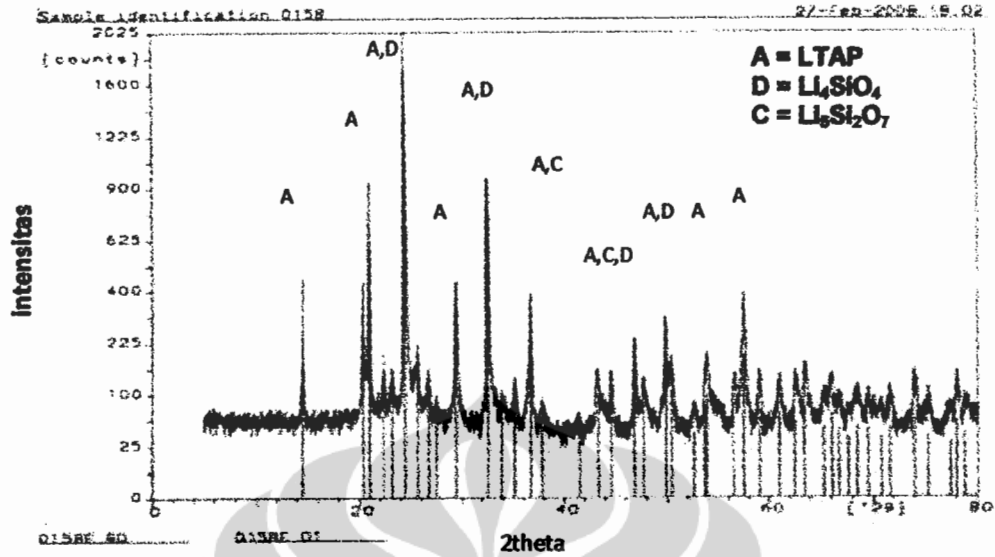
Gambar 6.2. XRD patron dari sampel dengan penghalusan 12 jam



Gambar 6.3. XRD patron dari sampel dengan penghalusan 24 jam

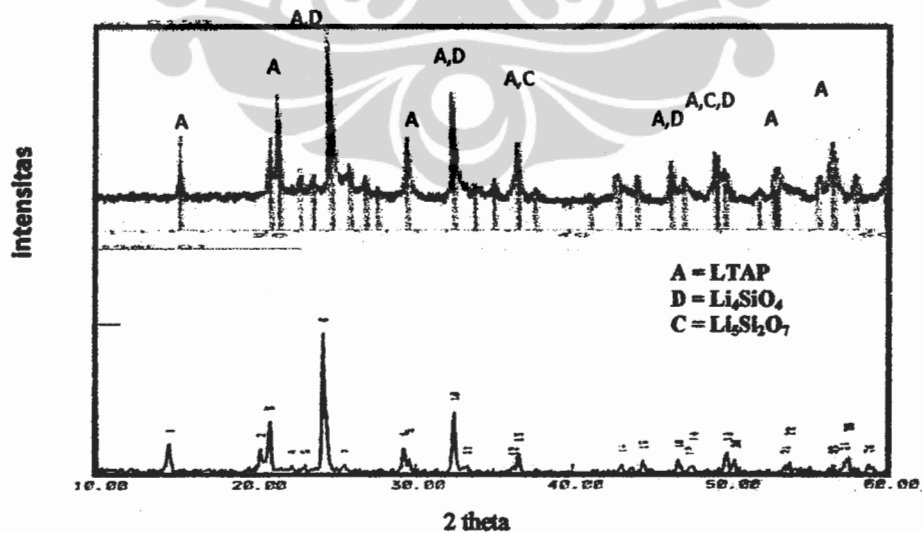


Gambar 6.4. XRD patron dari sampel dengan penghalusan 36 jam

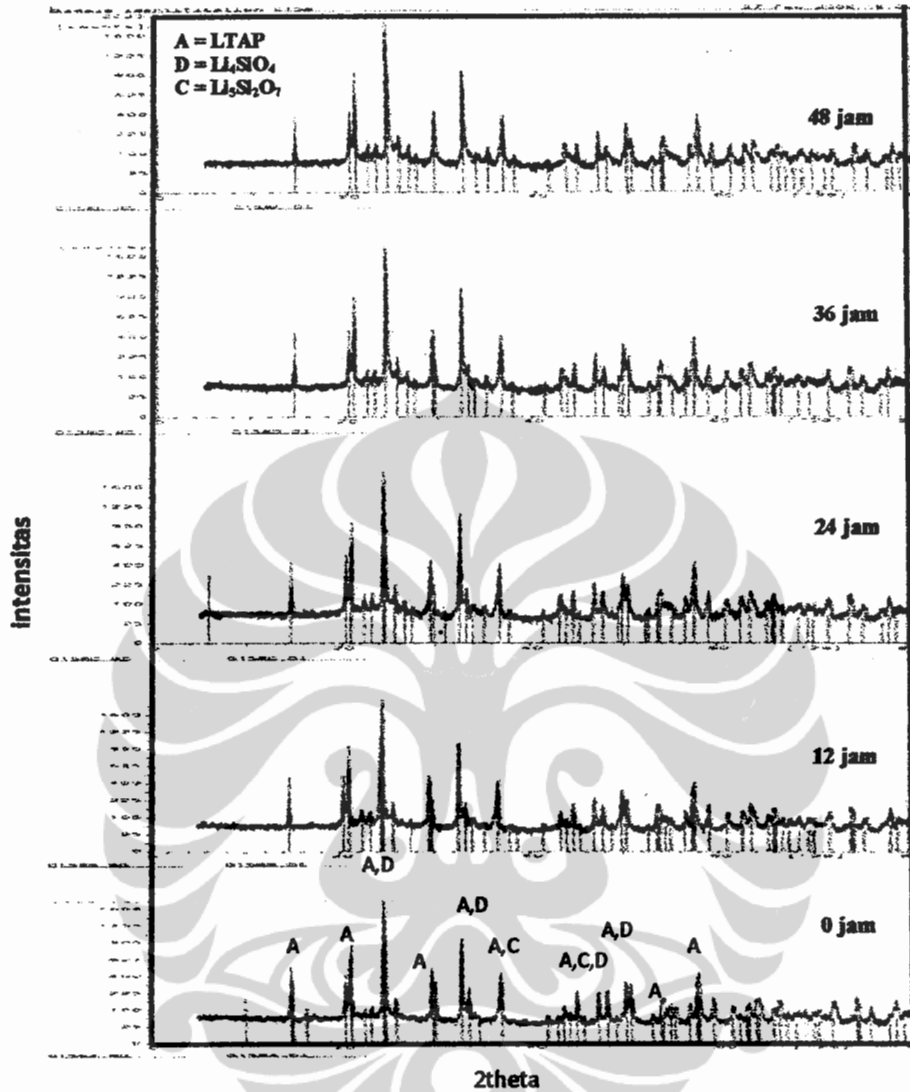


Gambar 6.5. XRD patron dari sampel dengan penghalusan 48 jam

Hasil XRD patron di atas mempunyai kemiripan dengan hasil XRD patron dari sampel dengan penambahan 70%wt dan 75%wt LTAP, dimana komposisi seluruh sampel memang berada pada 75%wt LTAP. Perbandingan ini dapat diamati di Gambar 6.6. yang merupakan perpaduan Gambar 5.21. dan Gambar 6.3.



Gambar 6.6. Perbandingan XRD patron



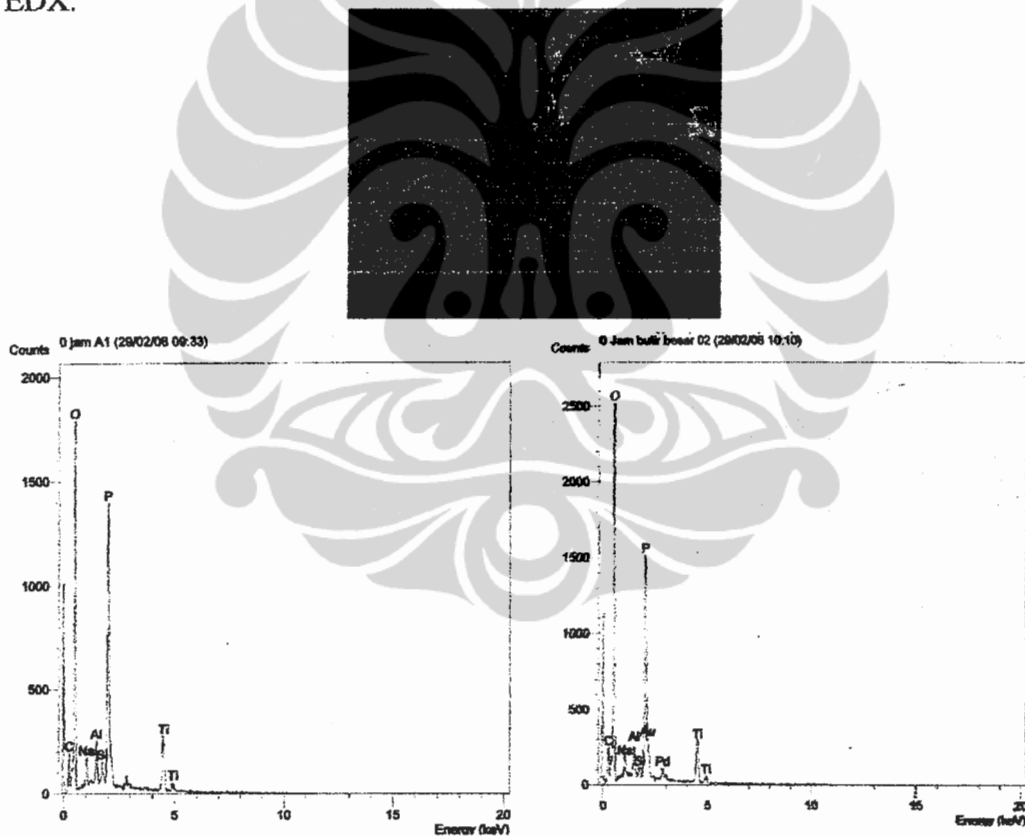
Gambar 6.7. XRD patron dari sampel dengan tanpa penghalusan

Pada Gambar 6.7. XRD patron dari variasi lama penghalusan tidak menunjukkan perubahan puncak – puncak yang signifikan. Ada beberapa puncak kecil memang muncul. Hasil perbandingan XRD patron di Gambar 6.6. mengidentifikasi material yang muncul adalah LTAP yang paling dominan dengan persentase material paling banyak, dan sebagian kecil dari material

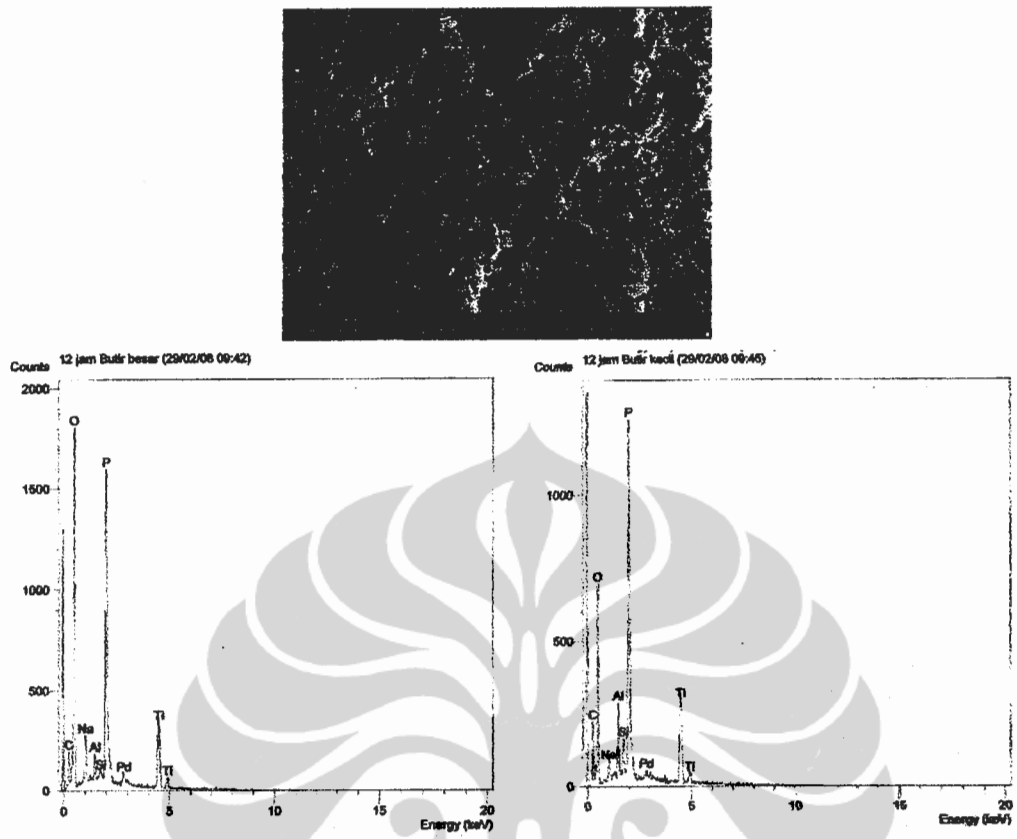
Li_4SiO_4 dan $\text{Li}_5\text{Si}_2\text{O}_7$ yang merupakan hasil reaksi antara Li_2O dengan silikat dari soda lime silica.

6.2.2. Hasil dan Analisa SEM dan EDX

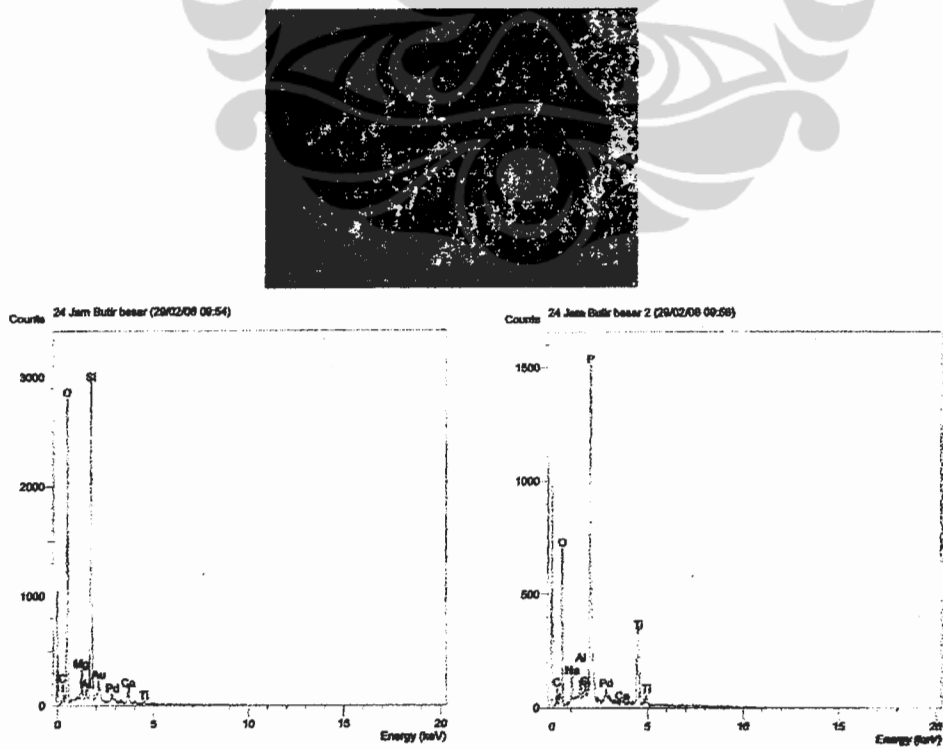
Variasi lama penghalusan digunakan untuk memperkecil ukuran serbuk, terutama LTAP, karena LTAP pada pembuatan komposit tidak mengalami perubahan bentuk dan reaksi. Sedangkan LTAP mempunyai peran penting dalam pembuatan elektrolit ini. Hasil penghalusan dapat dilihat pada gambar foto SEM dan identifikasi EDX di bawah ini yang selengkapnya terdapat di Lampiran Hasil EDX.



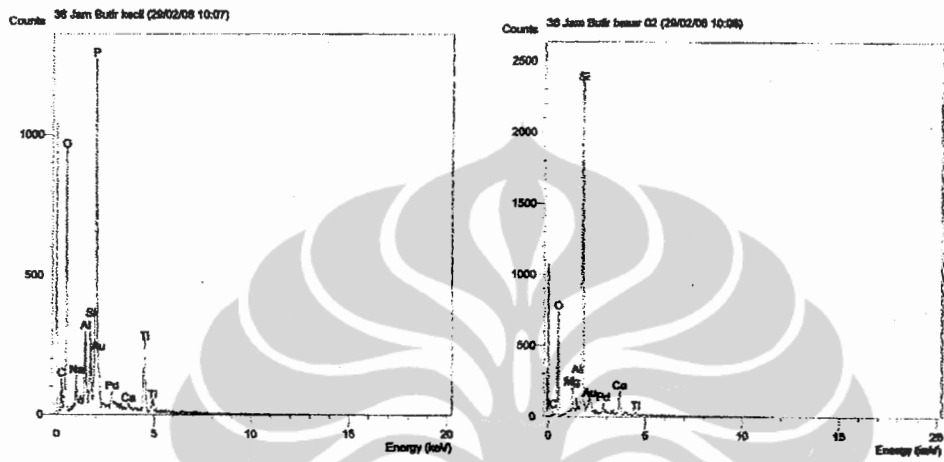
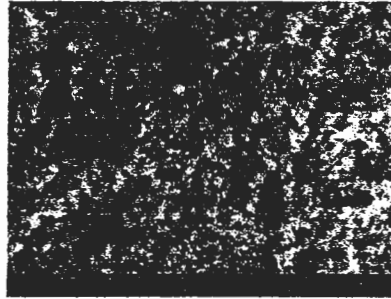
Gambar 6.8. SEM dan EDX sampel tanpa penghalusan



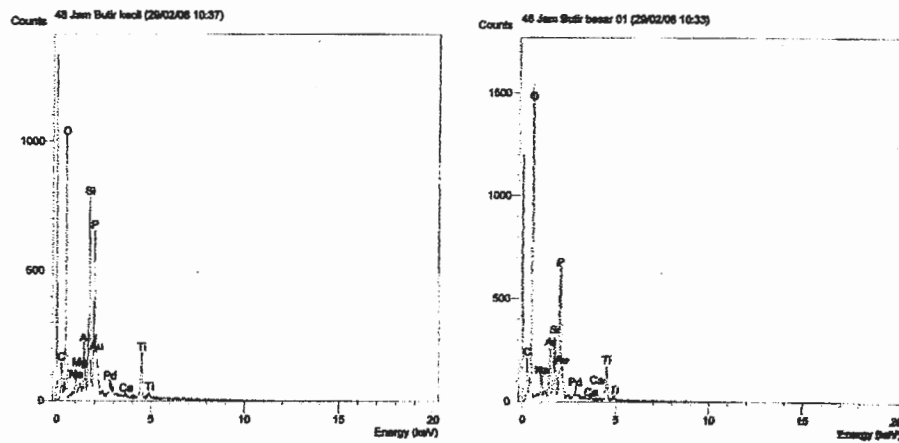
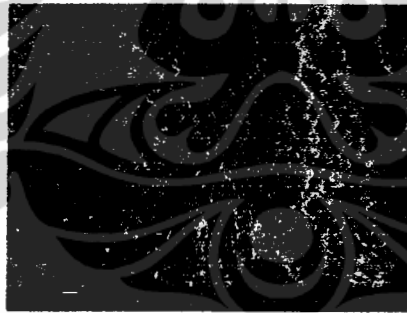
Gambar 6.9. SEM dan EDX sampel dengan penghalusan selama 12 jam



Gambar 6.10. SEM sampel dengan penghalusan 24 jam



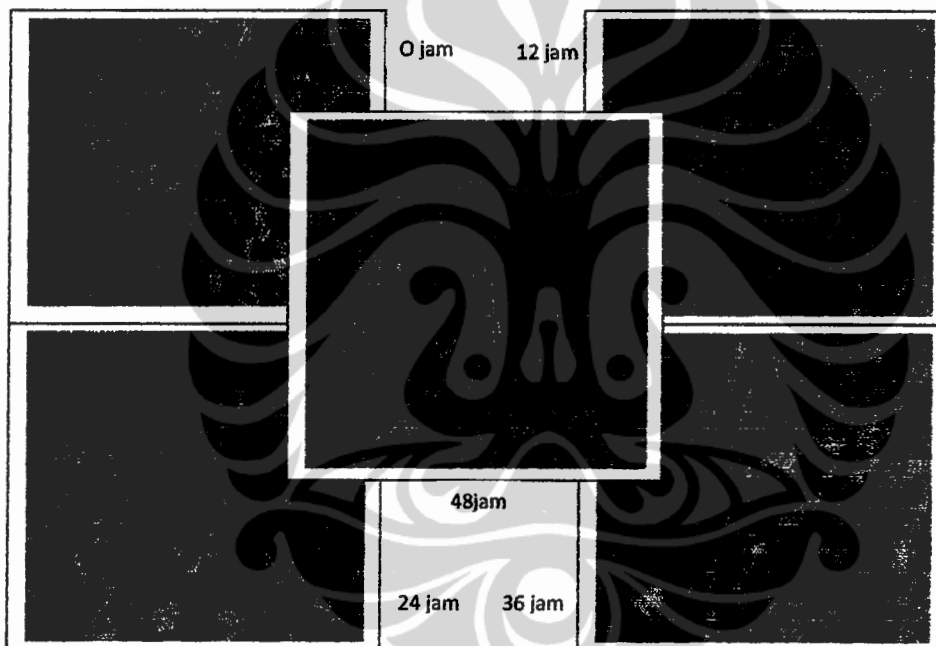
Gambar 6.11. SEM sampel dengan penghalusan 36 jam



Gambar 6.12. SEM sampel dengan penghalusan 48 jam

Hasil analisa EDX menunjukkan proses homogenisasi dari fungsi perekatan soda lime silica. Semakin lama proses penghalusan dengan semakin kecil ukuran serbuk LTAP, maka soda lime silica dapat menjangkau hampir semua butiran. Sehingga soda lime silica dapat menyelimuti seluruh butiran LTAP pada penghalusan selama 48 jam. Foto permukaan sampel dengan 48 jam lama penghalusan terlihat rapat dan terhung satu dengan yang lain.

Hasil foto SEM menunjukkan perbedaan yang menyolok dari hasil penghalusan selama 48 jam dengan yang lain. Kalau gambar foto SEM dibesarkan seperti di Gambar 6.13, maka perbedaan itu terlihat jelas.

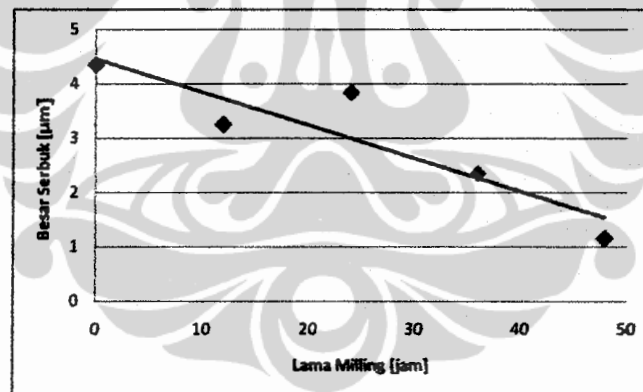


Gambar 6.13. Hasil foto SEM yang diperbesar secara sama

Ukuran serbuk pada penghalusan selama 48 jam terlihat kecil dan hampir merata. Butiran juga terlihat terhubung cukup rapat satu dengan yang lain. Pada penghalusan yang lain efek lama peghalusan hampir tidak terlihat. Variasi ukuran serbuk hampir sama. Hasil pengukuran besar serbuk yang data selengkapnya di Lampiran Hasil SEM dan EDX ditunjukkan di Tabel VI.1 dan Gambar 6.14.

Tabel VI.1. Besar serbuk menurut lama milling

Sampel	Lama Milling (jam)	Besar serbuk (μm)
1	0	4,35
2	12	3,25
3	24	3,84
4	36	2,35
5	48	1,15



Gambar 6.14. Besar serbuk menurut variasi lama penghalusan

Hasil foto SEM dan analisa EDX ini dapat memberikan ilustrasi model kerja soda lime silica dalam melakukan fungsinya sebagai perekat. Pada butiran – butiran besar dan tidak teratur bentuknya, soda lime silica merekatkan diri dengan hanya sekedar menempel. Hal ini terbukti ketika butiran di analisa EDX senyawa yang terdeteksi hanya LTAP. Tidak sedikit juga butiran serbuk soda lime silica tidak menempel di permukaan yang luas.

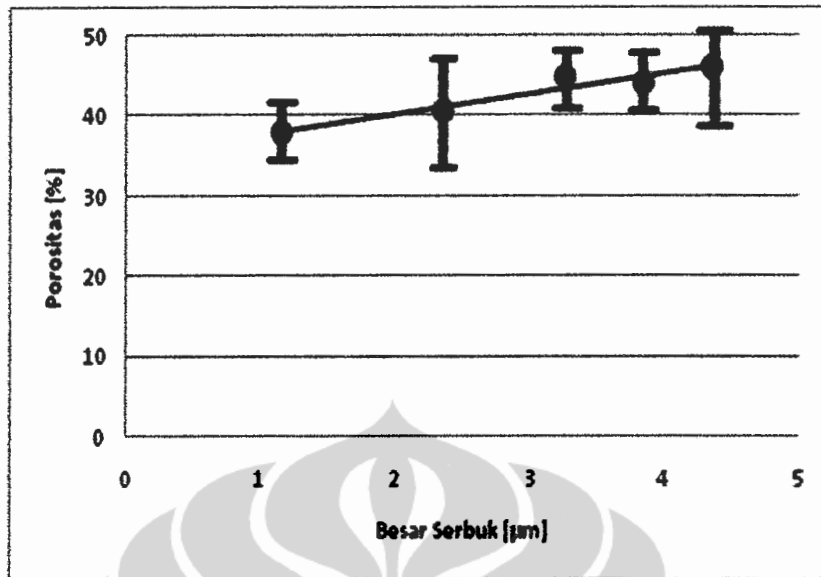
6.2.3. Hasil dan Analisa Pengukuran Porositas dan Densitas

Variasi lama penghalusan diharapkan dapat memperkecil ukuran butir dan memberikan efek pada porositas dan densitas. Hasil pengujian dan perhitungan dari porositas dan densitas yang data selengkapnya terdapat di Lampiran Hasil Pengukuran Porositas dan Densitas, dapat dilihat di Tabel VI.2.

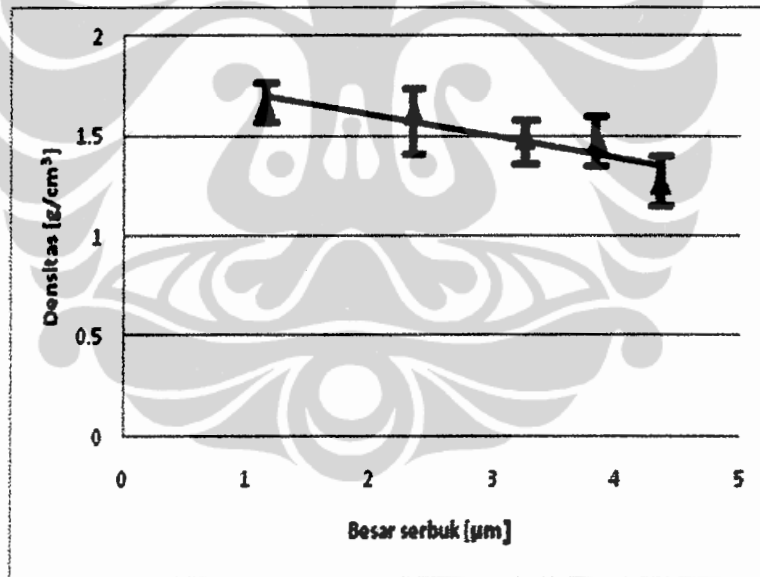
Tabel VI.2. Hasil pengukuran dan perhitungan porositas dan densitas

Sampel	Besar serbuk (μm)	Porositas rata-rata (%)	Densitas rata-rata (gr/cm^3)
1	4,35	46.1785	1.2701
2	3,25	45.0247	1.4961
3	3,84	44.0861	1.4789
4	2,35	40.6346	1.6196
5	1,15	37.9005	1.6539

Hasil perhitungan di Tabel VI.1 dapat digambar dengan grafik untuk melihat kecenderungan pengaruh dari variasi lama penghalusan. Grafik hubungan antara porositas dan densitas terhadap lama waktu penghalusan terdapat di Gambar 6.15 dan Gambar 6.16.



Gambar 6.15. Porositas terhadap besar serbuk



Gambar 6.16. Densitas terhadap besar serbuk

Porositas di Gambar 6.15 menunjukkan penurunan, namun penurunannya tidak terjadi dengan drastis. Pengaruh penghalusan dengan Ball Mill yang kecil kurang memberikan dampak yang kuat terhadap pengecilan butiran serbuk LTAP. Serbuk LTAP sangat keras, sehingga Ball Mill membutuhkan milling jar atau bola

- bola milling perlu diganti dengan yang lebih besar untuk memberikan perbandingan berat dan volume yang kuat.

Densitas menunjukkan kenaikan yang juga tidak terlalu kuat. Media methanol masih tetap digunakan dalam penelitian ini, sehingga pemampatan serbuk terhalangi oleh cairan metanol. Walaupun pencetakan disertai pemampatan dengan *hydroulis press*.

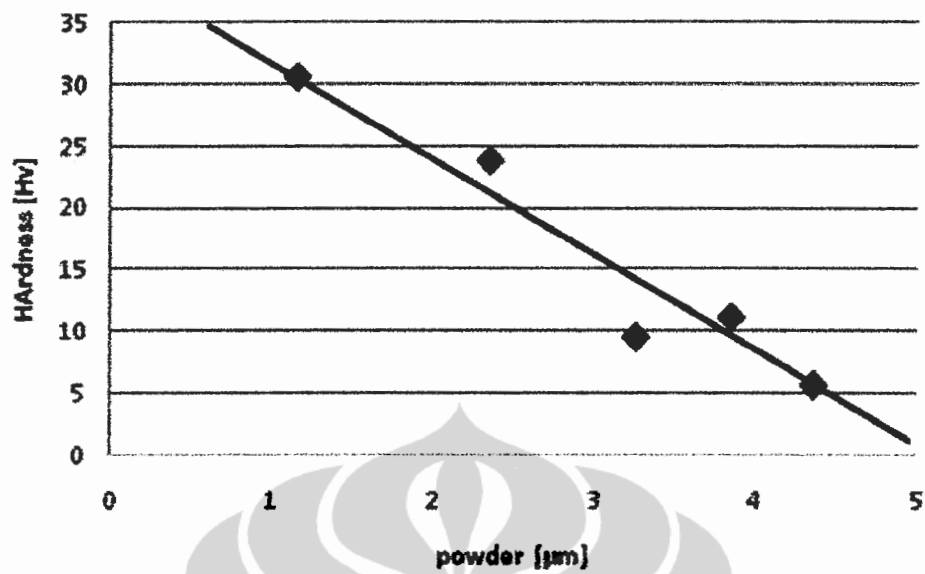
6.2.4. Hasil dan Analisa Pengujian Mikro Hardness

Pengaruh penghalusan dapat diperhatikan pada hasil pengujian mikro hardness. Metoda pengujian dilakukan dengan metoda vikers. Hasil uji kekerasan ini dikorelasikan dengan kekuatan tarik sampel. Hasil uji kekerasan dan perhitungan kekuatan tarik dapat dibaca di Tabel VI.3 yang selengkapnya di Lampiran Hasil Pengujian Kekerasan.

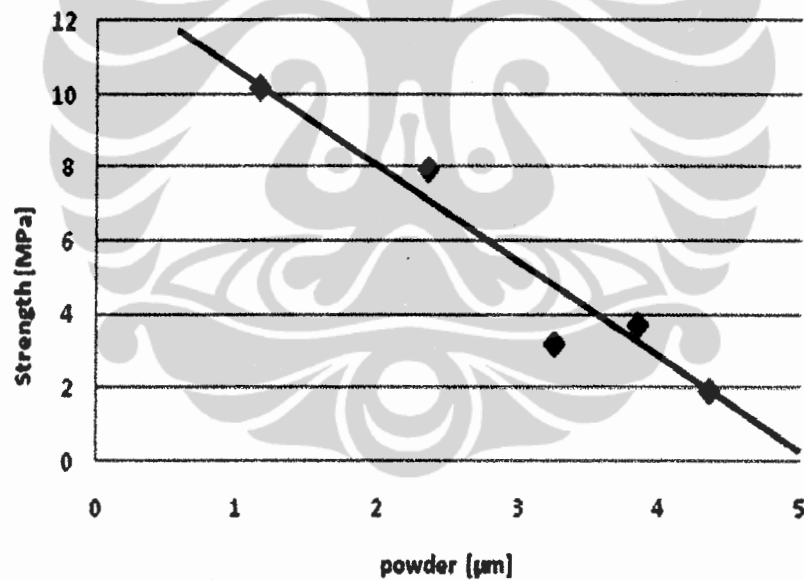
Tabel VI.3. Hasil pengujian kekerasan Hv dengan variasi lama milling

Sampel	Besar Serbuk µm	Hv rata-rata MPa	σ_y MPa
A	4,35	5.6702	1.8901
B	3,25	9.5424	3.1808
C	3,84	11.1274	3.7091
D	2,35	23.8410	7.9470
E	1,15	30.5664	10.1888

Hasil uji dan perhitungan di Tabel VI.3. dibuatkan grafik seperti di Gambar 6.17 dan Gambar 6.18.



Gambar 6.17. Kekerasan fungsi dari besar serbuk



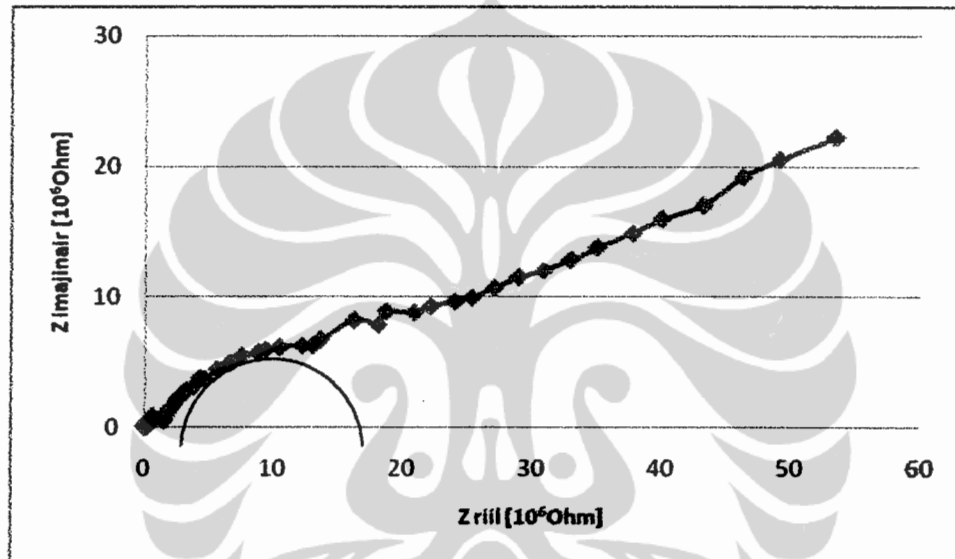
Gambar 6.18. Kekuatan tarik terhadap besar serbuk

Kekerasan cenderung meningkat dengan semakin lama waktu penghalusan. Pada 48 jam penghalusan nilai kekerasan dan kekuatan tarik terlihat melonjak. Hal ini sesuai dengan kecilnya dan rapatnya serbuk pada foto SEM.

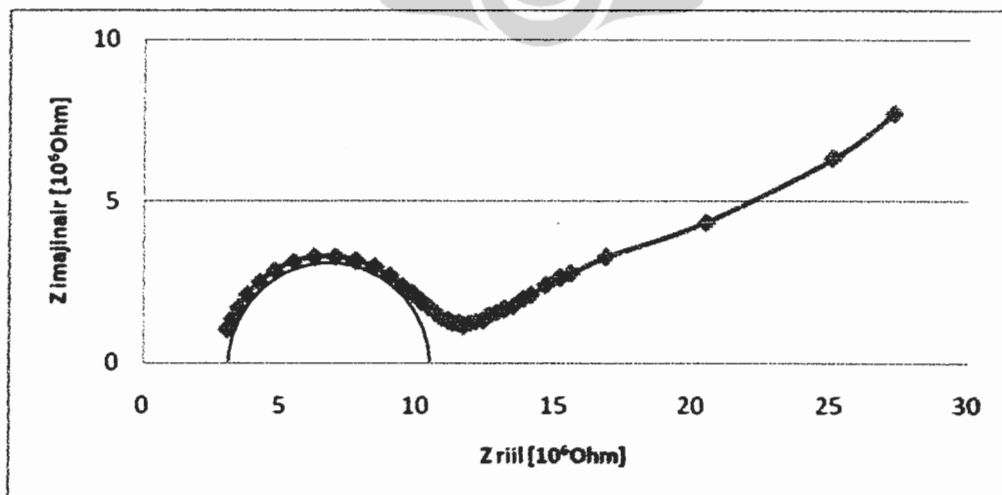
Peningkatan nilai kekerasan dan kekuatan tarik terjadi hampir 2,5 kali dari sampel yang tidak dihaluskan.

6.2.5. Hasil dan Analisa Pengukuran Konduktifitas Ionik

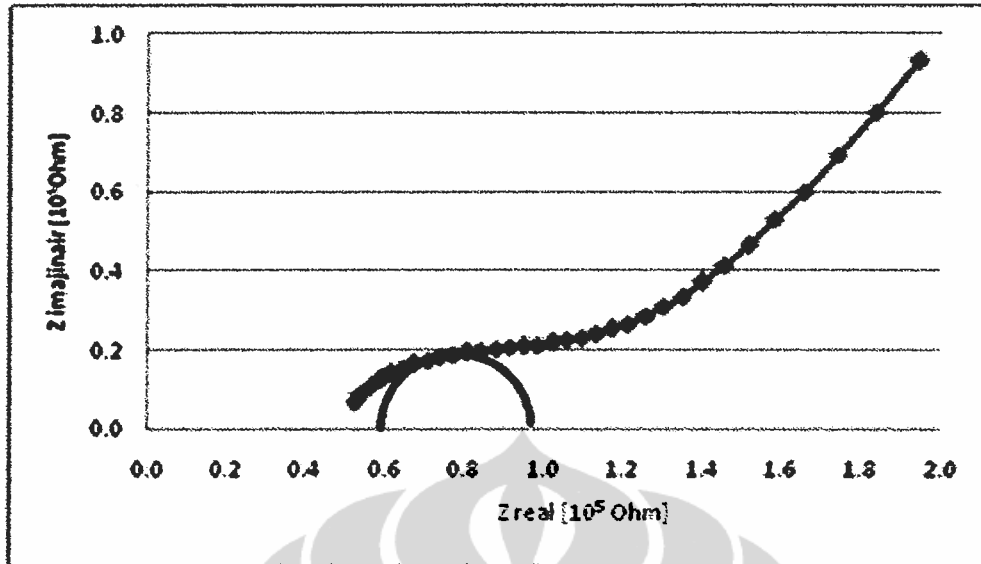
Pengujian EIS dilakukan di AMREC – SIRIM dengan menggunakan alat Autolab. Adapun hasilnya dapat dilihat di bawah ini yang selengkapnya terdapat di Lampiran Hasil Pengujian Konduktifitas.



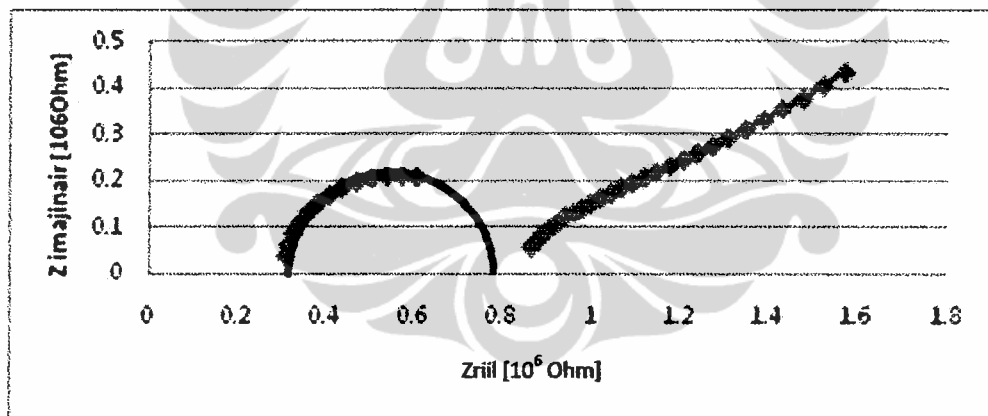
Gambar 6.19. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan tanpa penghalusan.



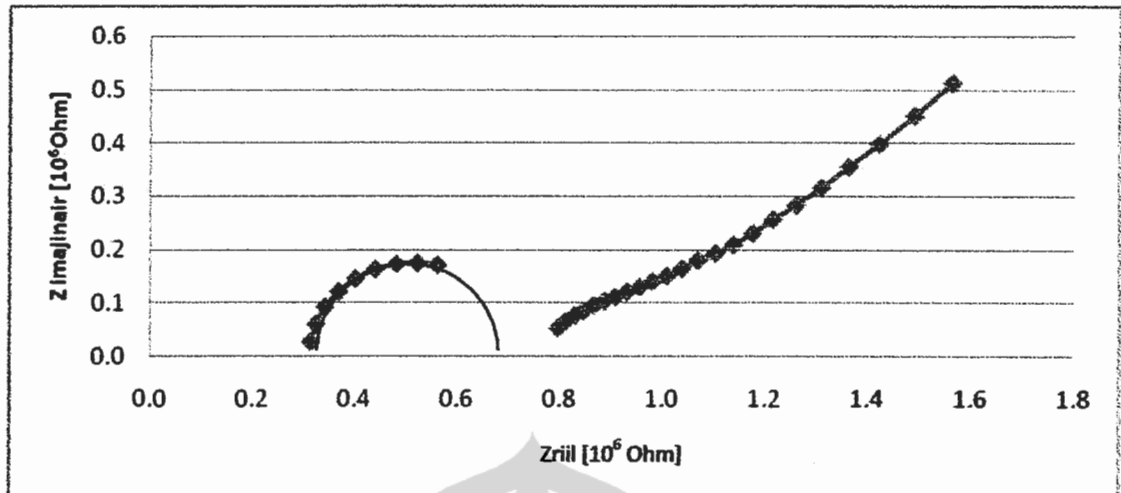
Gambar 6.20. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan lama penghalusan 12 jam.



Gambar 6.21. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan lama penghalusan 24 jam



Gambar 6.22. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan lama penghalusan 36 jam



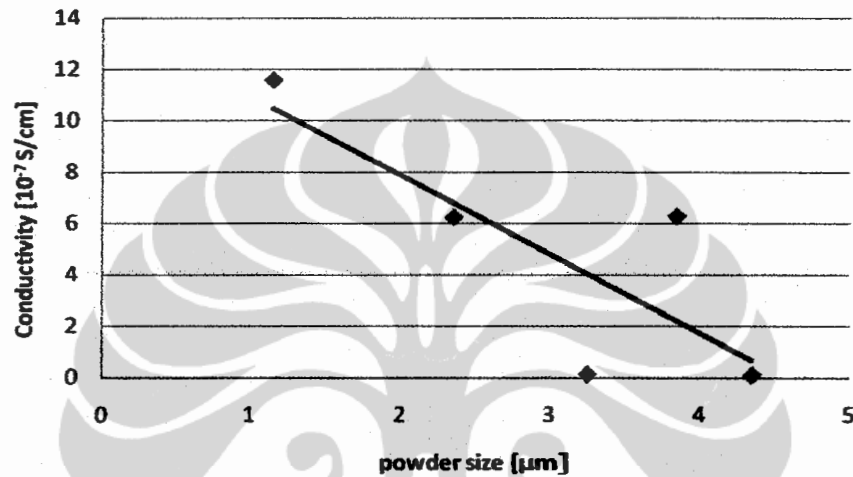
Gambar 6.23. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan lama penghalusan 48 jam

Pada gambar – gambar plot impedansi di atas bentuk grafik menunjukkan bahwa garis *warburg* tidak cenderung tegak. Hal ini melihatkan kurangnya pengaruh uap air di pori – pori. Sehingga plot grafiknya pun menjadi bagus dan mudah ditentukan konduktifitasnya. Perhitungan konduktifitas sampel dapat dibaca di Tabel VI.4.

Tabel VI.4. Hasil pengujian impedansi kompleks dan perhitungan konduktifitas ionik sampel dengan variasi lama milling

sampel	Besar Serbuk μm	Tebal rata-rata (mm)	A (cm^2)	R 10^5 Ohm	σ 10^{-7} S/cm
1	4,35	2.67	3.00	120	0.074
2	3,25	2.48	3.00	75	0.110
3	3,84	2.81	9.00	0,5	6.254
4	2,35	2.80	1.00	4,5	6.217
5	1,15	3.47	1.00	3	11.559

Grafik konduktifitas terhadap variasi lama penghalusan di Gambar 6.24. menunjukkan peningkatan nilai seiring dengan semakin lamanya waktu penghalusan. Keadaan ini seiring dengan semakin kecil ukuran serbuk, karena semakin kecil ukuran serbuk dapat meningkatkan kontak permukaan. Sehingga arus migrasi ion lithium menjadi lebih mudah. Konduktifitasnya menjadi lebih tinggi.



Gambar 6.24. Konduktifitas sampel dengan variasi lama milling

Namun nilai konduktifitas sampel dengan lama penghalusan 48 jam yang setara dengan besar serbuk tidak dapat melebihi orde 10^{-6} . Nilai ini mendekati angka konduktifitas gelas konduktif di dalam bab hasil pembuatan gelas konduktif. Serbuk LTAP secara keseluruhan terselimuti oleh soda lime silica pada sampel dengan besar sekitar $1\mu\text{m}$. Sehingga soda lime silica membentuk lapisan intermediate di antara dua serbuk LTAP. Gerak ion lithium dari LTAP harus melalui lapisan intermediate ini. Dengan demikian konduktifitas ionik Li sangat ditentukan oleh kecepatan gerak Li di dalam soda lime silica.

6.3. PENAMBAHAN LiBr

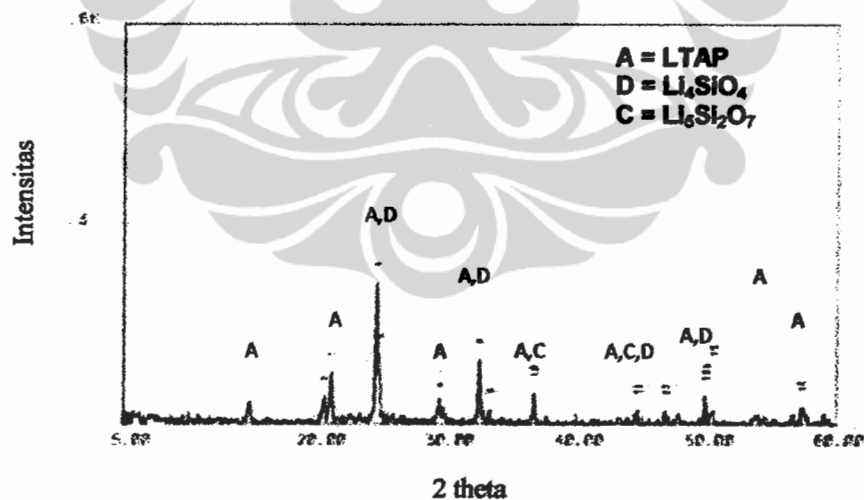
Penambahan serbuk LiBr yang mempunyai titik leleh di bawah 600°C diharapkan menjadi bahan perekat tambahan bagi soda lime silica. LiBr juga

merupakan garam lithium yang dapat berfungsi sebagai elektrolit. Sehingga LiBr diharapkan dapat meningkatkan sifat mekanik dan sifat elektrik komposit.

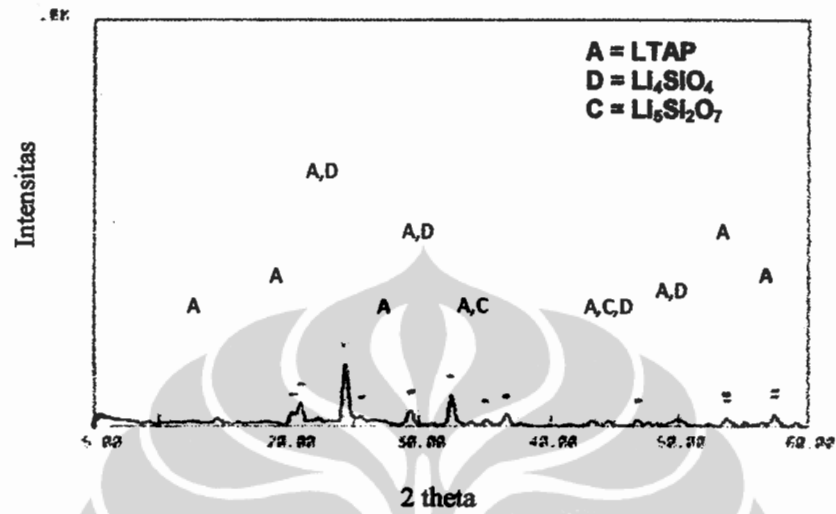
Metoda penambahan dan pembuatan sampel mengikuti alur diagram pembuatan di bab sebelumnya., dimana variasi penambahan LiBr adalah 0, 2,5, 5, 7,5 dan 10%wt. Bahan komposit setelah dihaluskan dicetak dengan menggunakan press hydroulik dan kemudian disinter untuk menghasilkan lembaran komposit. Sampel diamati, diukur dan analisa dengan XRD, SEM – EDX, mikro hardness, konduktifitas ionik, porositas dan densitas.

6.3.1. Hasil dan Analisa XRD

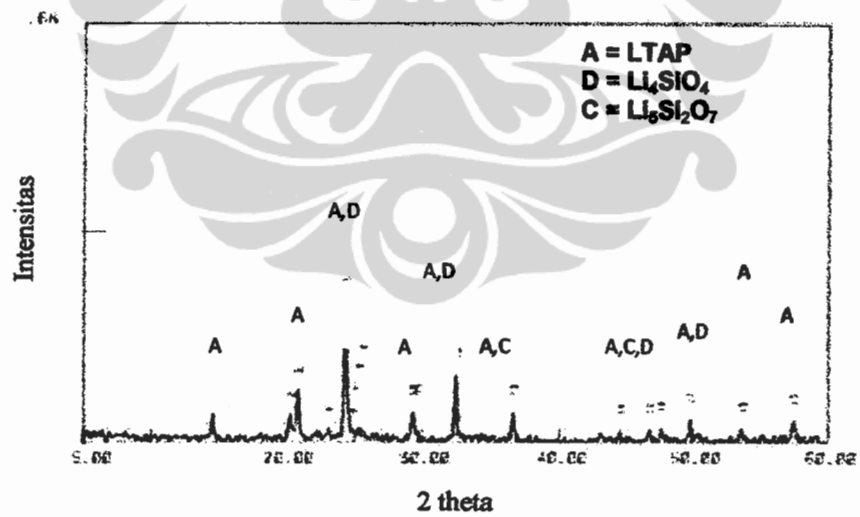
Pengamatan XRD digunakan untuk melihat pengaruh keberadaan LiBr dalam proses pembuatan komposit. Perubahan fasa dan munculnya material akibat reaksi dapat dicermati dengan XRD patron ini. Hasil pengujian XRD dapat dilihat melalui gambar – gambar di berikut ini yang selengkapnya terdapat di Lampiran Hasil XRD.



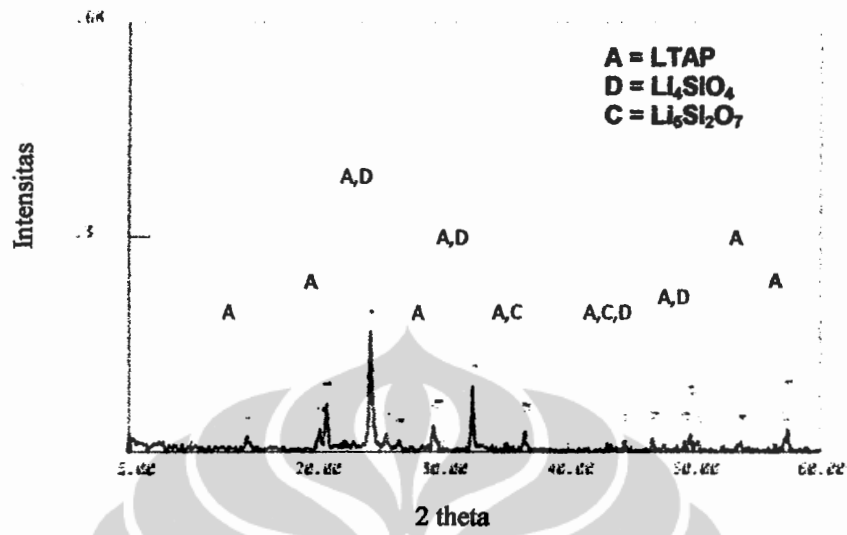
Gambar 6.25. XRD patron dari sampel dengan tanpa penambahan LiBr



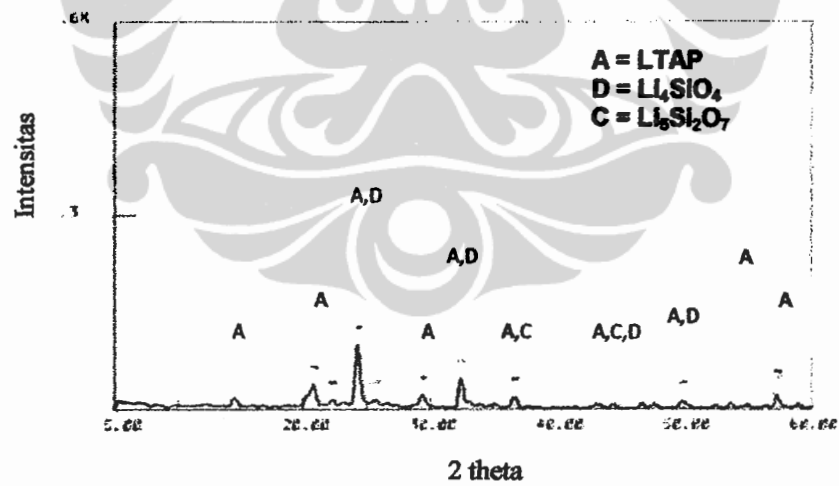
Gambar 6.26. XRD patron dari sampel dengan penambahan 2,5%wt LiBr



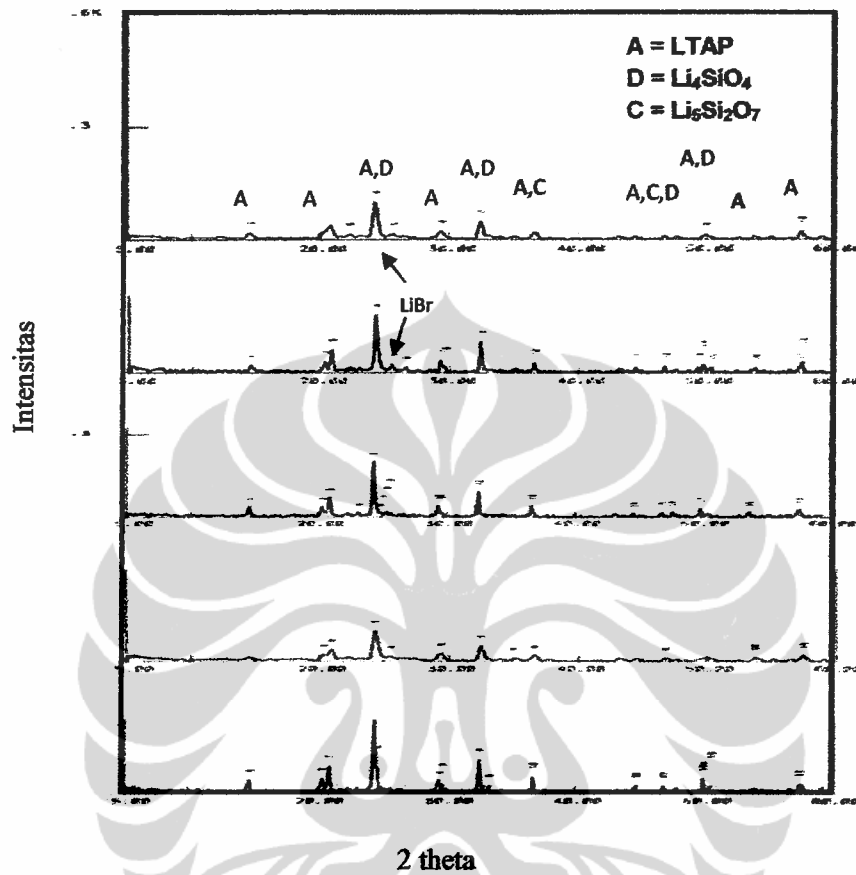
Gambar 6.27. XRD patron dari sampel dengan penambahan 5%wt LiBr



Gambar 6.28. XRD patron dari sampel dengan penambahan 7,5%wt LiBr



Gambar 6.29. XRD patron dari sampel dengan tanpa penambahan 10%wt LiBr



Gambar 6.30. Gabungan XRD patron dari sampel dengan variasi penambahan LiBr

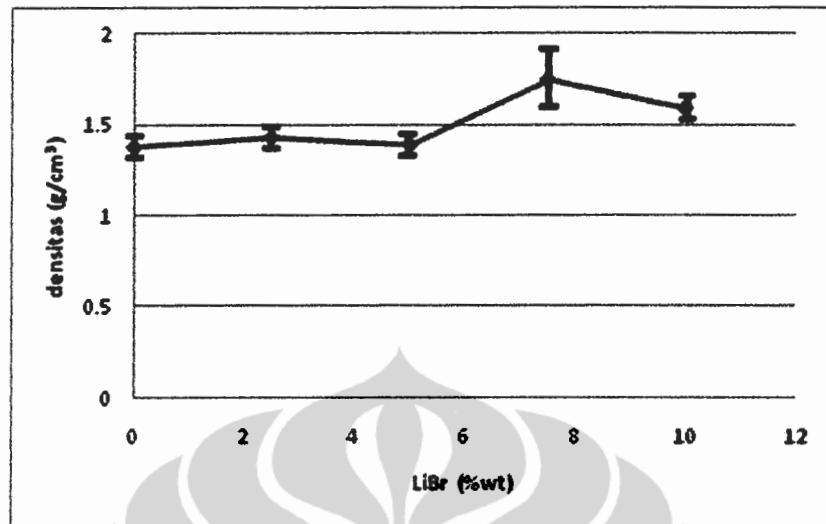
Pada Gambar 6.30. yang merupakan gabungan dari beberapa XRD patron di atas, dua puncak LiBr belum muncul ketika sampel tanpa LiBr dan mempunyai intensitas semakin naik dengan penambahan LiBr. Namun pada penambahan 10%wt LiBr dua puncak ini kembali menghilang. Sehingga XRD patronnya mempunyai kesamaan dengan XRD patron tanpa penambahan LiBr. Penambahan puncak baru juga tidak ditemukan dalam XRD patron. LiBr bereaksi dengan soda lime silica seperti Li_2O pada pembuatan gelas konduktif.

6.3.2. Hasil dan Analisa Pengukuran Porositas dan Densitas

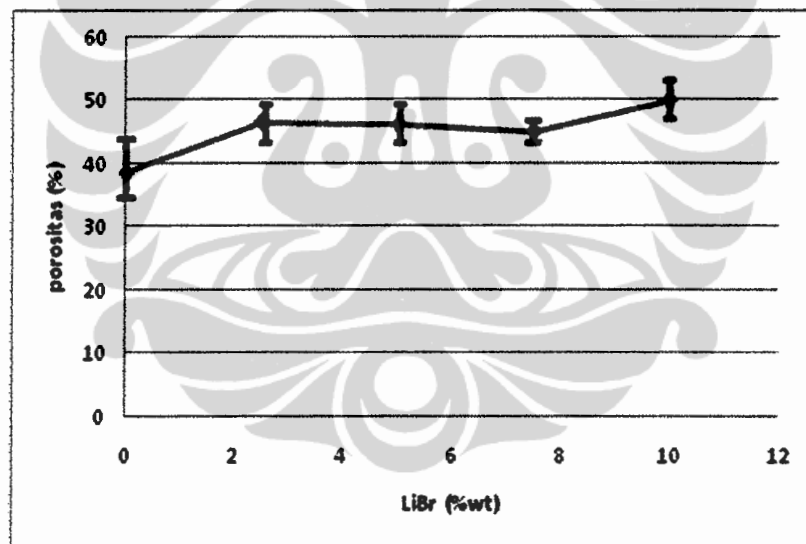
Pengukuran porositas dan densitas juga dilakukan dalam bagian penelitian ini. Adapun hasilnya dapat diamati di Tabel VI.5. Grafik porositas dan densitas yang dibuat berdasarkan data pada Tabel VI.5. berada pada Gambar 6.31 dan 6.32. Data selengkapnya beserta cara perhitungannya terdapat di Lampiran Hasil Pengukuran Porositas dan Densitas.

Tabel VI.5 . Hasil pengujian porositas dan densitas dari sampel dengan penambahan LiBr.

Sampel	LiBr (%wt)	Porositas rata - rata (%)	densitas rata - rata (g/cm³)
F	0	38.4953	1.3766
G	2,5	46.5590	1.4297
H	5	46.1695	1.3910
I	7,5	45.0323	1.7456
J	10	49.9510	1.5905



Gambar 6.31. Densitas terhadap pengaruh variasi penambahan LiBr



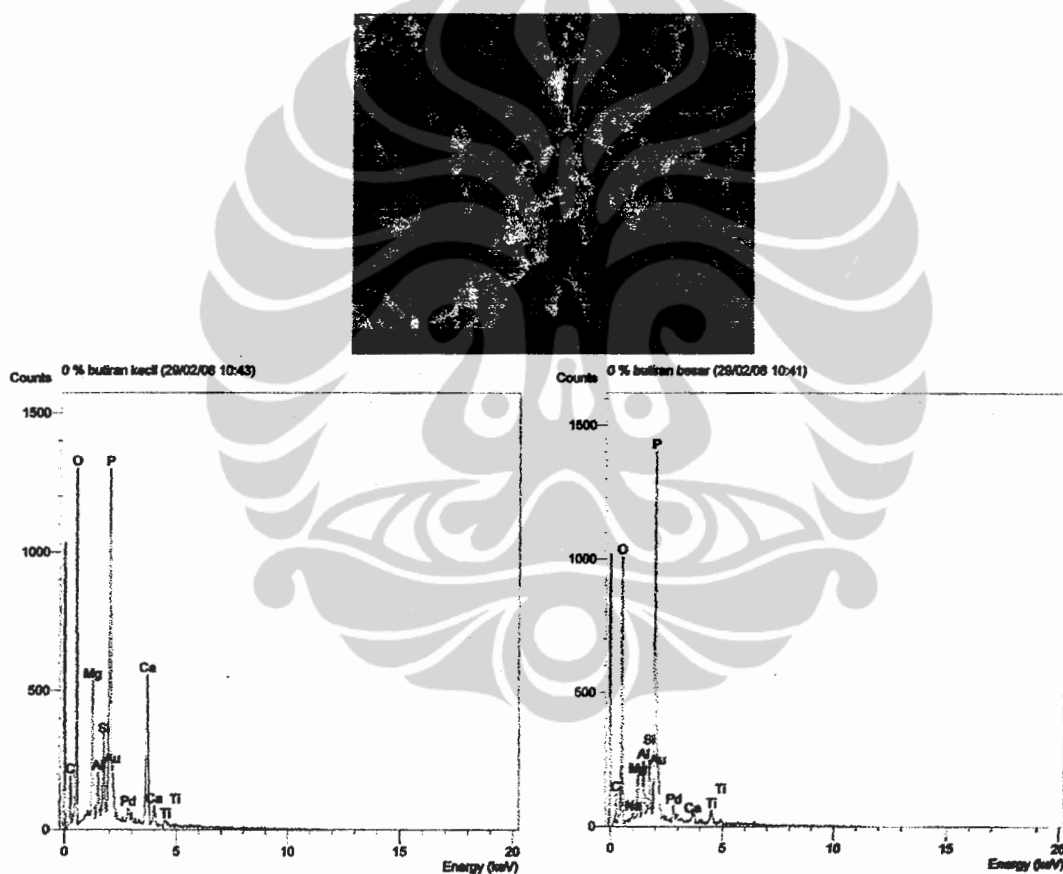
Gambar 6.32. Porositas terhadap pengaruh variasi penambahan LiBr

Porositas di penelitian ini mempunyai kecenderungan tetap, yaitu berkisar pada 40% sampai 50%. Porositas hampir tidak terpengaruh oleh penambahan LiBr. Penambahan LiBr 7,5%wt mempunyai kecenderungan sebagai angka optimal pada peningkatan sifat komposit. Penambahan LiBr 7,5%wt mempunyai

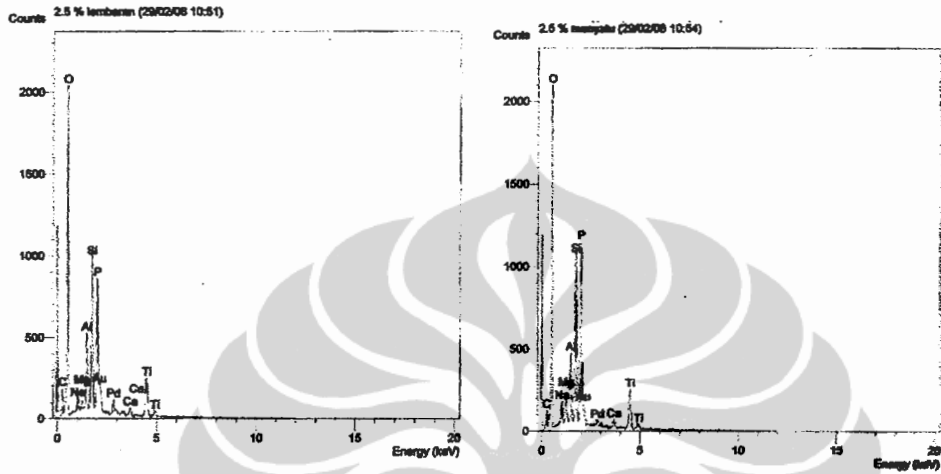
porositas relatif lebih rendah dan densitas lebih tinggi dibandingkan dengan penambahan LiBr yang lain.

6.3.3. Hasil dan Analisa SEM dan EDX

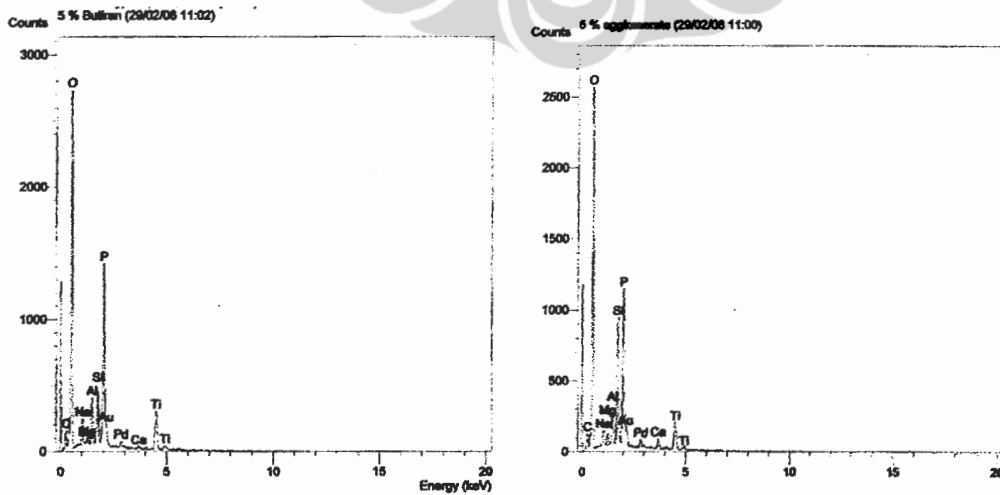
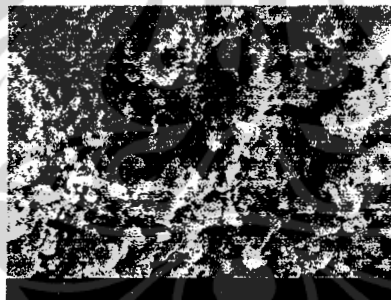
Pengamatan kondisi permukaan sampel dilakukan dengan SEM dan EDX, sebagaimana hasilnya dapat dipantau di gambar berikut ini. Data selengkapnya terdapat di Lampiran Hasil SEM dan EDX.



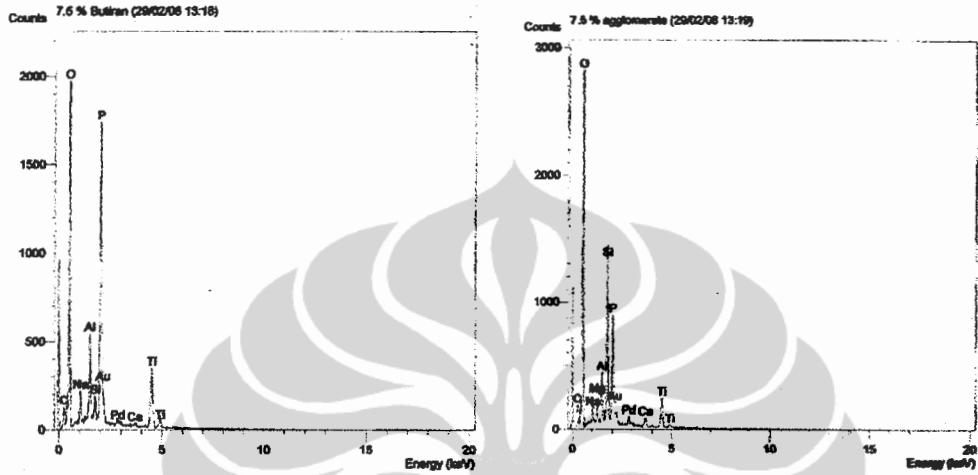
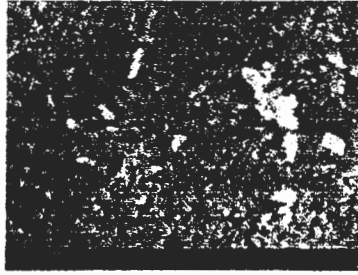
Gambar 6.33. SEM dan EDX sampel dengan tanpa penambahan LiBr.



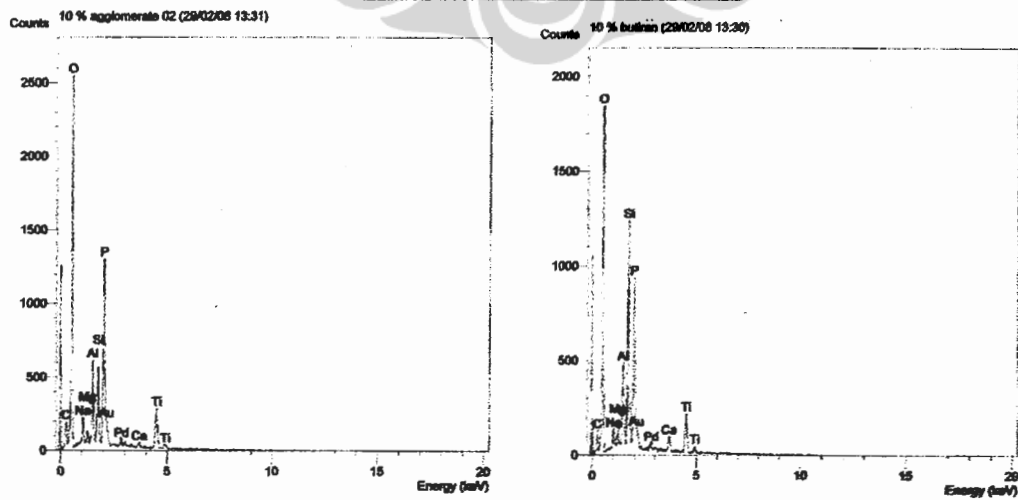
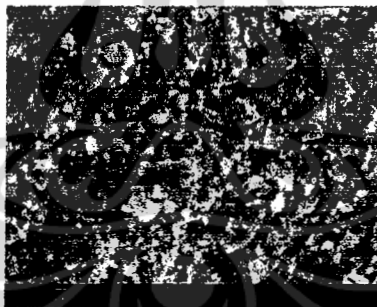
Gambar 6.34. SEM dan EDX sampel dengan penambahan 2,5%wt LiBr.



Gambar 6.35. SEM dan EDX sampel dengan penambahan 5%wt LiBr.



Gambar 6.36. SEM dan EDX sampel dengan penambahan 7,5%wt LiBr.



Gambar 6.37. SEM dan EDX sampel dengan penambahan 10%wt LiBr.

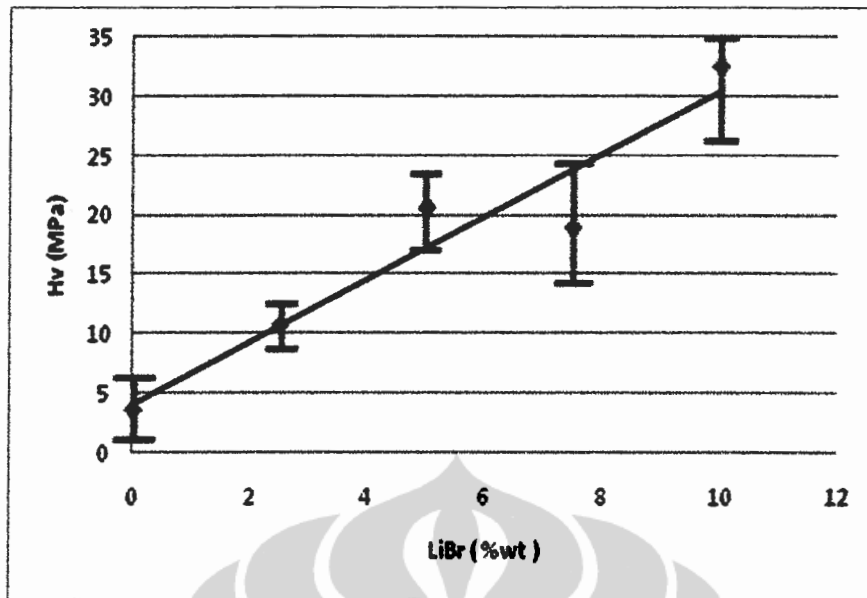
Lembaran LiBr terlihat dalam foto SEM pada penambahan 2,5%, 5 % dan 7,5%wt LiBr. Pada SEM tanpa dan 10%wt LiBr lembaran putih ini tidak nampak, dimana tanpa penambahan memang tidak ada LiBr di dalamnya. Sedangkan pada penambahan 10%wt LiBr reaksi terjadi dengan soda lime silica, sehingga senyawa ini terlarut dalam soda lime silica amorf. Hal ini juga tidak kelihatan pada XRD patron di atas.

6.3.4. Hasil dan Analisa Pengujian Mikro Hardness

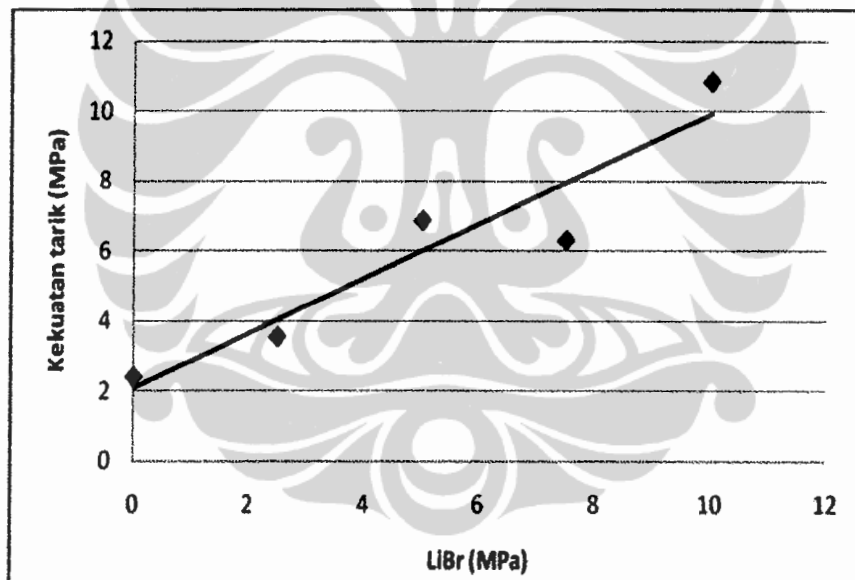
Pengaruh penambahan LiBr pada sifat mekanik dilakukan dengan pengujian mikro hardness. Hasil pengujian dan perhitungan kekuatan tarik terdapat pada Tabel VI.6. Gambar grafiknya dapat dilihat di Gambar 6.38 dan 6.39. Data selengkapnya terdapat di Lampiran Hasil Pengukuran Kekerasan.

Tabel VI.6. Hasil pengukuran kekerasan sampel dengan variasi penambahan LiBr.

Sampel	LiBr %wt	Hv rata-rata MPa	σ_y MPa
F	0	7.2324	2.4108
G	2,5	10.6898	3.5633
H	5	20.6378	6.8793
I	7,5	18.9551	6.3184
J	10	32.4981	10.8327



Gambar 6.38. Grafik kekerasan sampel dengan variasi penambahan LiBr.



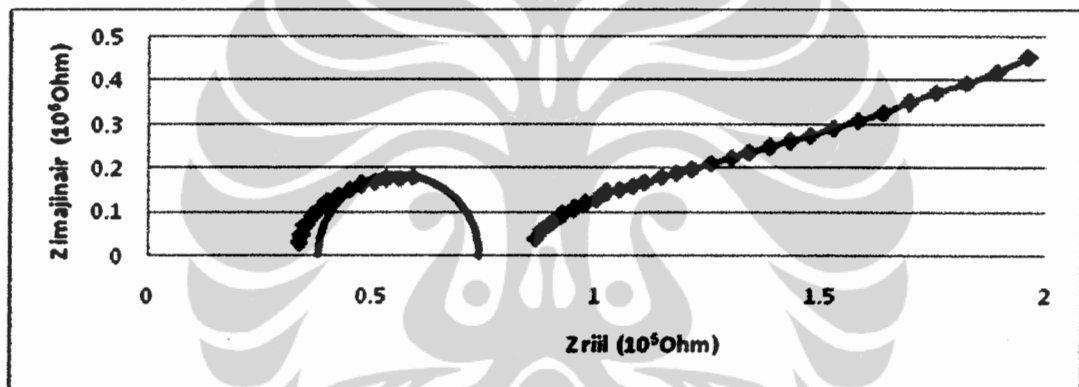
Gambar 6.39. Grafik kekuatan sampel dengan variasi penambahan LiBr.

Penambahan LiBr memberikan dampak positif pada peningkatan sifat mekanik. Grafik – grafiknya menunjukkan kenaikan dengan semakin banyaknya penambahan LiBr. Penambahan 10%wt LiBr mempunyai pengaruh langsung ke soda lime silica, dimana LiBr yang terlarut meningkatkan kekerasan gelas konduktif. Peningkatan kekerasan di 10%wt LiBr dilakukan di dalam struktur amorf soda lime silica. Spesifik volume gelas menjadi berkurang oleh LiBr,

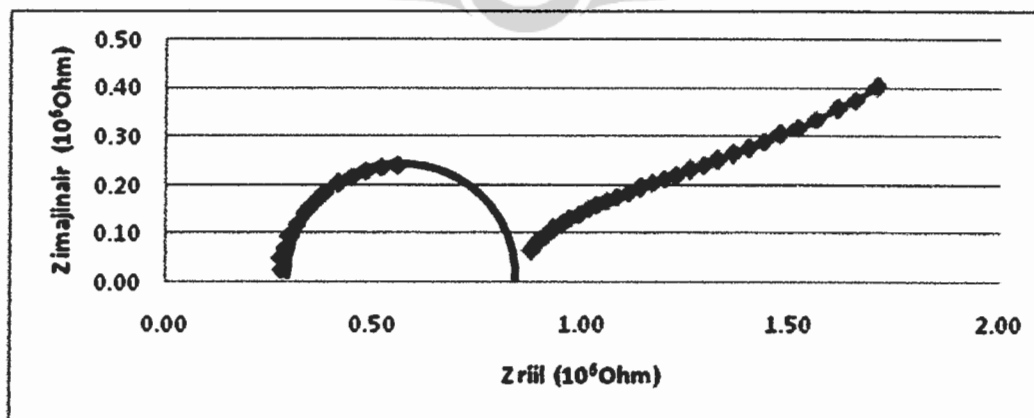
sehingga soda lime silica menjadi lebih penuh. Sedangkan penambahan di bawah 10%wt meningkatkan daya perekat dengan membantu proses perekatan di luar struktur amorf.

6.3.5. Hasil dan Analisa Pengukuran Konduktifitas Ionik

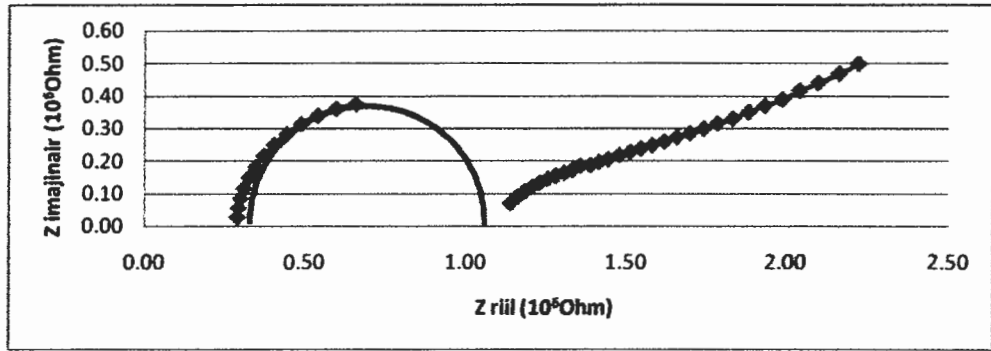
Penambahan LiBr juga mempengaruhi nilai konduktifitas dari komposit. Pengujian konduktifitas dilakukan dengan metoda EIS, sebagaimana di gambar – gambar berikut ini, sedangkan datanya terdapat di Lampiran Hasil Pengujian Konduktifitas.



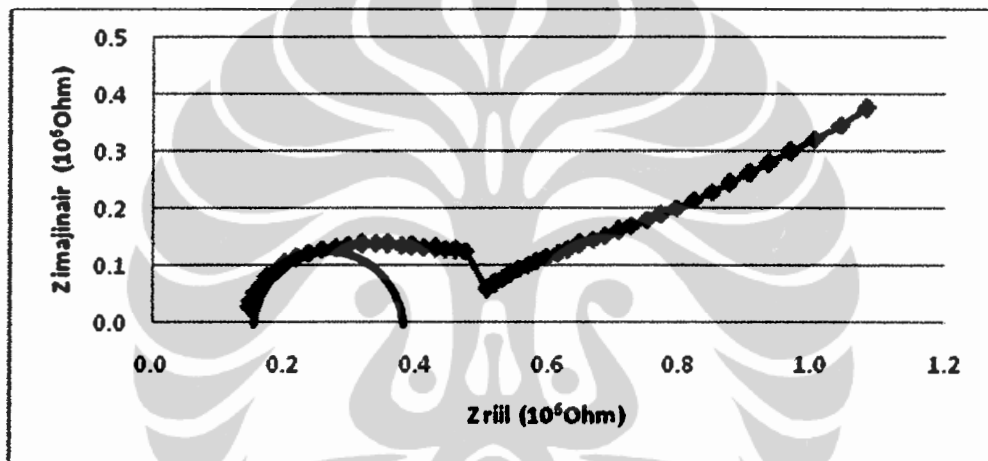
Gambar 6.40. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan tanpa penambahan LiBr



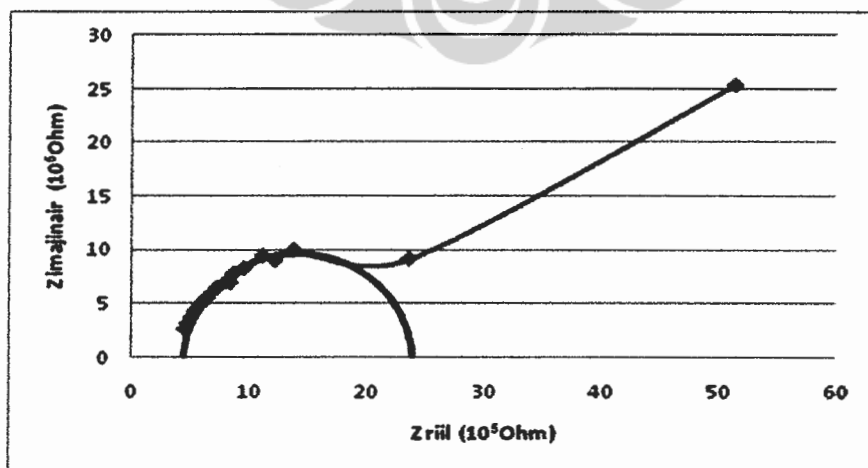
Gambar 6.41. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 2,5%wt LiBr



Gambar 6.42. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 5%wt LiBr



Gambar 6.43. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 7,5%wt LiBr

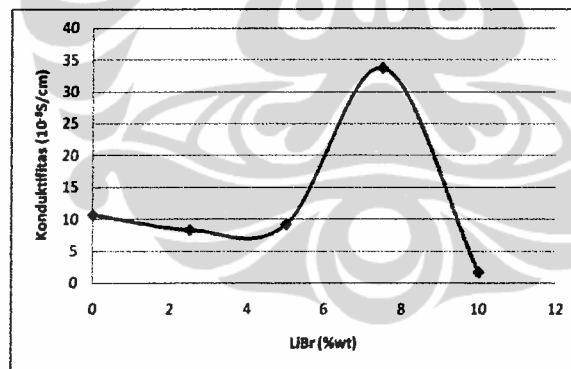


Gambar 6.44. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan penambahan 10%wt LiBr

Hasil ekstrapolasi setengah lingkaran dimasukkan ke dalam Tabel VI.7 kemudian dihitung konduktifitasnya. Hasil perhitungan ini diperlihatkan dengan grafik pada Gambar 6.45.

Tabel VI.7. Hasil pengukuran impedansi kompleks dan perhitungan konduktifitas ionik sampel dengan variasi penambahan LiBr

No	LiBr (%wt)	Tebal rata-rata (mm)	A (cm ²)	R 10 ⁵ Ohm	σ 10 ⁻⁷ S/cm
1	0	2.56	6	4	1.0661
2	2.5	4.85	9	6,5	0.8299
3	5	4.94	9	6	0.9152
4	7.5	4.45	6	2,2	3.3691
5	10	3.33	1	20	0.1666



Gambar 6.45. Konduktifitas ionic sampel dengan variasi penambahan LiBr.

Nilai konduktifitas diperoleh angka optimum pada penambahan 7,5%wt LiBr. Sehingga LiBr dapat membantu dalam proses perpindahan ion Li dengan berfungsi sebagai perekat. Konduktifitas sampel dengan penambahan 10%wtLiBr menurun drastic dibandingkan dengan penambahan 7,5%wt LiBr. Gejala bisa

dijelaskan bahwa LiBr melakukan reaksi dan masuk ke dalam soda lime silica, sehingga LiBr menempati sebagian ruang kosong di struktur amorf soda lime silica. Karena ruang kosongnya menjadi kepenuhan, maka gerak ion Li menjadi susah. Soda lime silica yang berfungsi sebagai lapisan perantara menjadi sangat sulit menghubungkan gerak ion Li antar serbuk.

6.4. PEMBAHASAN HASIL

Proses penghalusan dan penambahan LiBr pada umumnya telah dapat meningkatkan sifat komposit, baik sifat mekanik maupun sifat elektrisnya. Pengaruh lama penghalusan tidak menunjukkan pada nilai optimum, namun proses penghalusan masih bisa terus berlangsung, bahkan sampai orde nano meter. Sedangkan penambahan LiBr memberikan nilai optimum pada penambahan 7,5%wt LiBr.

Penelitian bagian ini memberikan gambaran model proses perekatan dari soda lime silica. Model perekatannya dapat diilustrasikan secara skematis di Gambar 6.46.

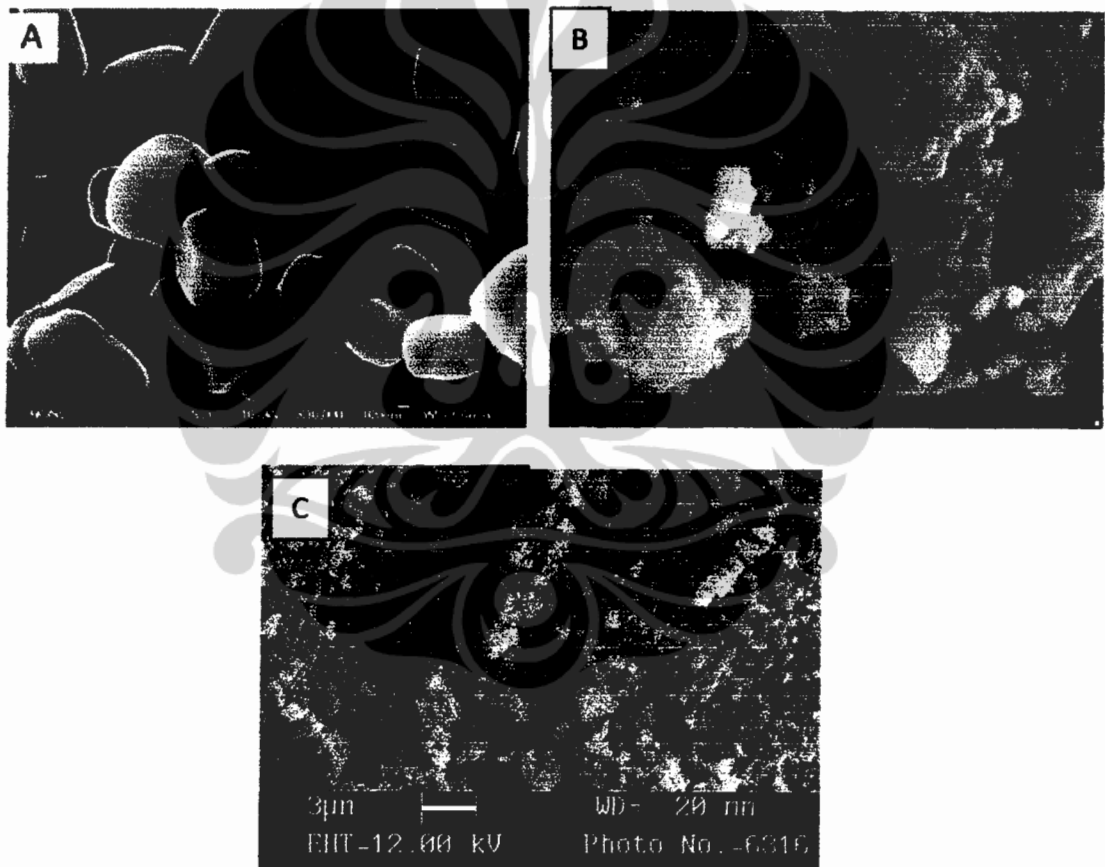


Gambar 6.46. Model perekatan yang dilakukan oleh soda lime silica, bentuk a. hanya menempel pada sebagian serbuk LTAP b. menyelimuti serbuk LTAP.

Kondisi menyelimuti terjadi pada serbuk LTAP dengan lama penghalusan 48 jam, sedangkan pada yang lain terjadi di kondisi sekedar menempel. Hasil EDX menunjukkan perbedaan antara keduanya. Kondisi A mempunyai konsentrasi Si sangat rendah, dan pada kondisi B mempunyai konsentrasi Si menyamai jumlah konsentrasi P, dimana ion Si berasal dari soda lime silica dan P dari LTAP. Sifat mekanik sangat diuntungkan pada kondisi B. Konduktifitas ionik

seharusnya juga diuntungkan dengan kondisi B, dimana kontak permukaan semakin luas dan mempermudah gerak ion Li.

Perbandingan besar serbuk dari kristalin LTAP yang dibuat melalui proses rekristalisasi amorf LTAP dengan hasil sampel komposit soda lime silica dan LTAP menunjukkan besaran yang hampir sama, lihat Gambar 6.47. Porositas juga terlihat pada proses rekristalisasi, sehingga bahan ini juga merupakan elektrolit berpori. Ikatan antar serbuk terlihat lebih rapat pada komposit soda lime silica dan LTAP. Fungsi perekat soda lime silica memberikan hubungan kontak antar serbuk semakin baik.



Gambar 6.47. Perbandingan bentuk kristalin LTAP dari kristalisasi amorf LTAP (A) [103] dengan hasil sampel dari quenching (B dan C).

Penambahan LiBr hanya menguntungkan pada nilai optimum saja, walaupun kekuatan mekanik meningkat pada penambahan 10%wt LiBr. Sifat

komposit lebih mengutamakan pada sifat elektriknya untuk mendukung aplikasi di baterai lithium. Penambahan LiBr juga memberikan kerugian diproses pembuatan, karena LiBr mudah korosi dan menyerap air. Peralatan proses menjadi cepat korosi dan rusak. Oleh karena itu penambahan LiBr perlu dipertimbangkan lagi.

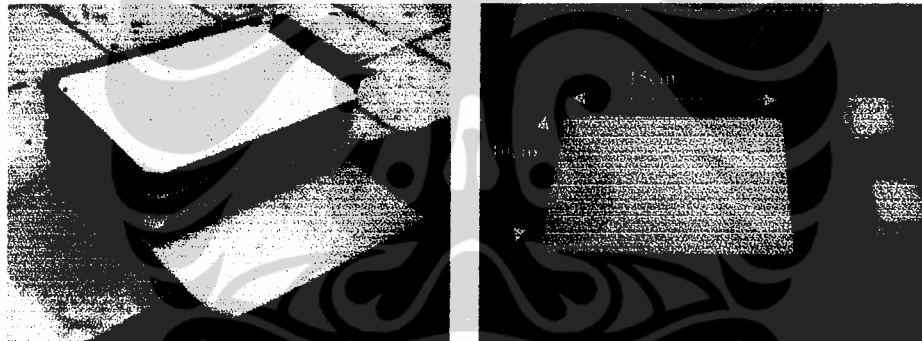


BAB VII

HASIL UJI KARAKTER BATERAI

7.1. SEPARATOR ELEKTROLIT

Komposit antara LTAP sebagai filler dan soda lime silica sebagai matrik dapat dibuat metoda metalurgi serbuk dan pendinginan cepat di dalam nitrogen cair. Pembuatan komposit dapat dikerjakan untuk pembuatan lembaran pada ukuran yang besar. Lembaran komposit ini bisa dijadikan sebagai prototipe plat komposit yang digunakan sebagai elektrolit. Prototipe komposit ini berukuran 15cm x 10cm dengan tebal sekitar 0,5mm, seperti di Gambar 7.1.



Gambar 7.1. Lembaran prototipe komposit

Lembaran komposit yang dihasilkan masih mempunyai porositas berkisar antara 40% sampai dengan 50%. Penggunaan lembaran komposit tetap dapat digunakan sebagai elektrolit pada baterai lithium melalui pendekatan sebagai separator berpori dan berkonduktif. Separator berpori digunakan di baterai lithium yang memakai elektrolit cair dan juga elektrolit padat.

Penerapan bahan komposit ini sebagai bahan elektrolit baterai lithium membutuhkan garam Li untuk mengisi pori – porinya. Komposit ini menjadi tidak berpori atau porinya menjadi minimal. Komposit ini menjadi tempat untuk meletakkan bahan elektrolit dari garam lithium. Garam lithium yang dipilih adalah LiClO_4 (lithium perklorat).

7.2. HASIL INFILTRASI LiClO_4

Sebelum dilakukan uji performance bahan komposit sebagai elektrolit, lembaran komposit diisi dengan garam lithium melalui metoda infiltrasi. LiClO_4 mempunyai titik leleh pada suhu sedikit di bawah 250°C , sehingga lithium perklorat dapat dimasukan secara infiltrasi. Metoda ini ternyata sangat mudah dilakukan pada lithium perklorat. Infiltrasi dilakukan dengan alur diagram di bab sebelumnya.

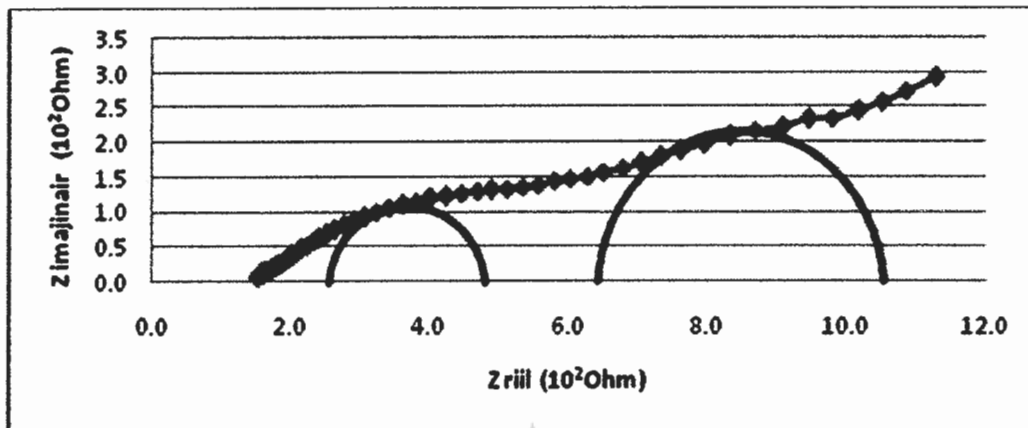
7.3. UJI INTERAKSI DENGAN ELEKTRODA

Uji performance bahan elektrolit dilakukan dengan mengamati interaksi bahan elektroda dan elektrolit untuk melihat hubungan gerak electron dan ion lithium. Pelapisan elektroda pada komposit dilakukan menurut metoda painting yang keseluruhan cara pengerjaannya dapat dilihat di gambar sebelumnya. Pengerjaannya dapat dilihat di Gambar 7.2.

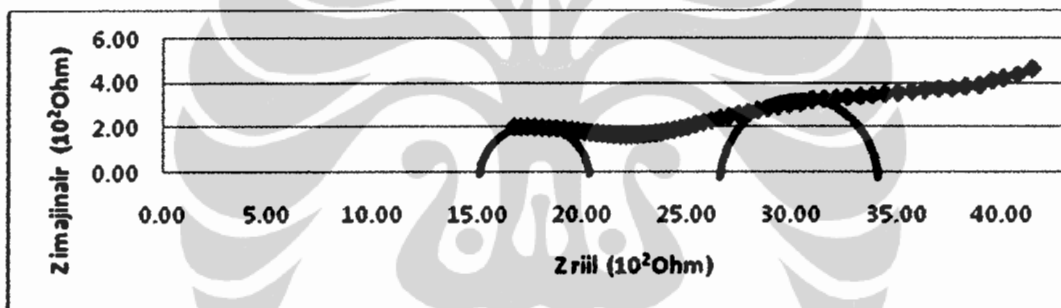


Gambar 7.2. Pelapisan elektroda dengan painting dan penambahan LiClO_4

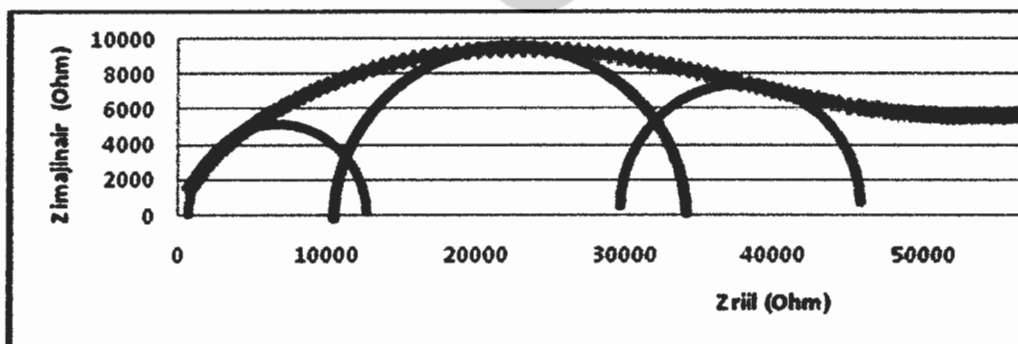
LiClO_4 sebagai garam lithium ditambahkan pada elektroda di Gambar 7.2. agar elektroda dapat berfungsi dip roses interkalasi. Hal ini sesuai dengan konsep elektrolit cair dimana bahan elektroda dapat bersentuhan langsung dengan bahan elektrolit, sebagaimana dibicarakan di Bab II. Pengujian performance dilakukan metoda EIS, sebagaimana hasilnya di Gambar 7.3, 7.4 dan 7.5. Data selengkapnya di Lampiran Hasil Pengujian Konduktifitas.



Gambar 7.3. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi anoda dan elektrolit



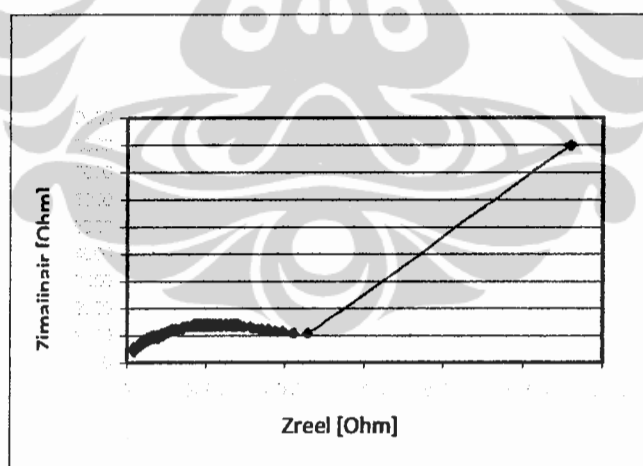
Gambar 7.4. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi katoda dan elektrolit



Gambar 7.5. Plot setengah lingkaran dari pengukuran impedansi sampel dengan komposisi anoda, elektrolit dan katoda

Grafik impedansi kompleks di atas menunjukkan alur garis yang mulus dan mempresentasikan kehadiran gerak elektron dan ion lithium. Pada uji komponen anoda dan elektrolit resistansi komposit elektrolit menjadi sekitar 400 Ohm, sedang pada uji dengan komponen katoda sekitar 750 Ohm. Nilai ini jauh sekali dibandingkan dengan bahan komposit tanpa garam lithium. Resistansi komponen katoda adalah 500 Ohm dan komponen anoda 200 Ohm. Namun resistansi total masih tinggi, sekitar 1100 Ohm di uji dengan komponen anoda dan 3500 Ohm di uji dengan komponen katoda.

Uji performance sel baterai juga mempunyai garis yang mulus, sehingga hubungan gerak elektron dan ion bisa saling berinteraksi dengan baik. Resistansi dari bahan elektrolit masih tinggi walaupun telah dimasukkan garam lithium. Pada uji sel resistansinya berada di sekitar 2×10^4 Ohm. Hal ini dikarenakan pengisian lithium perkloratnya kurang sempurna. Resistansi total masih sangat tinggi sekitar 47000 Ohm. Hasil pengujian sel di atas masih rendah dibandingkan hasil uji sel dengan komposisi komponen sel yang sama bermatrik polimer, yaitu resistansi total kurang dari 5KOhm seperti di Gambar 7.6. [109].



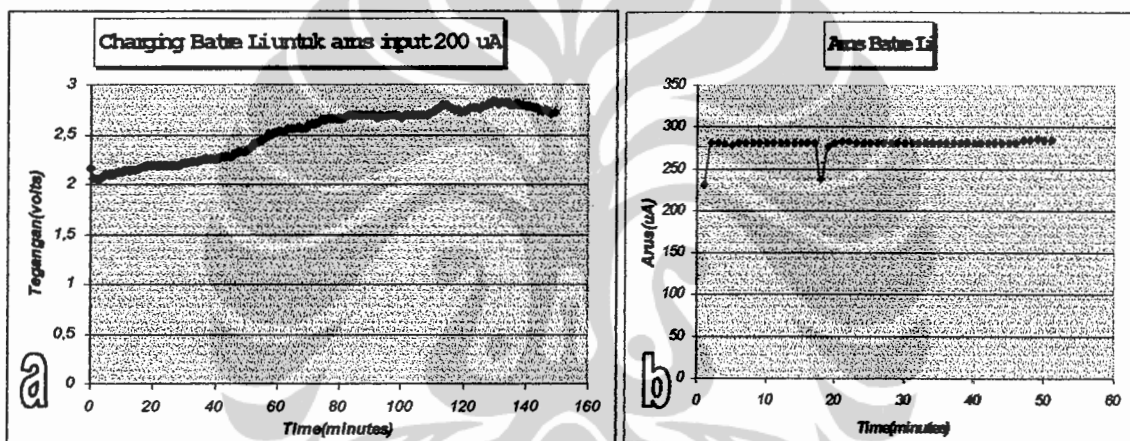
Gambar 7.6. Hasil uji sel baterai lithium bermatrik polimer.

Namun secara prinsip bahan komposit LTAP dan soda lime silica dapat berfungsi dengan baik untuk membentuk komponen elektrolit di baterai lithium yang mempunyai komposisi sel yaitu anoda dari grafit, katoda dari LiMn_2O_4 dan komposit elektrolit LTAP dan LiClO_4 .

7.4. UJI SEL BATERAI

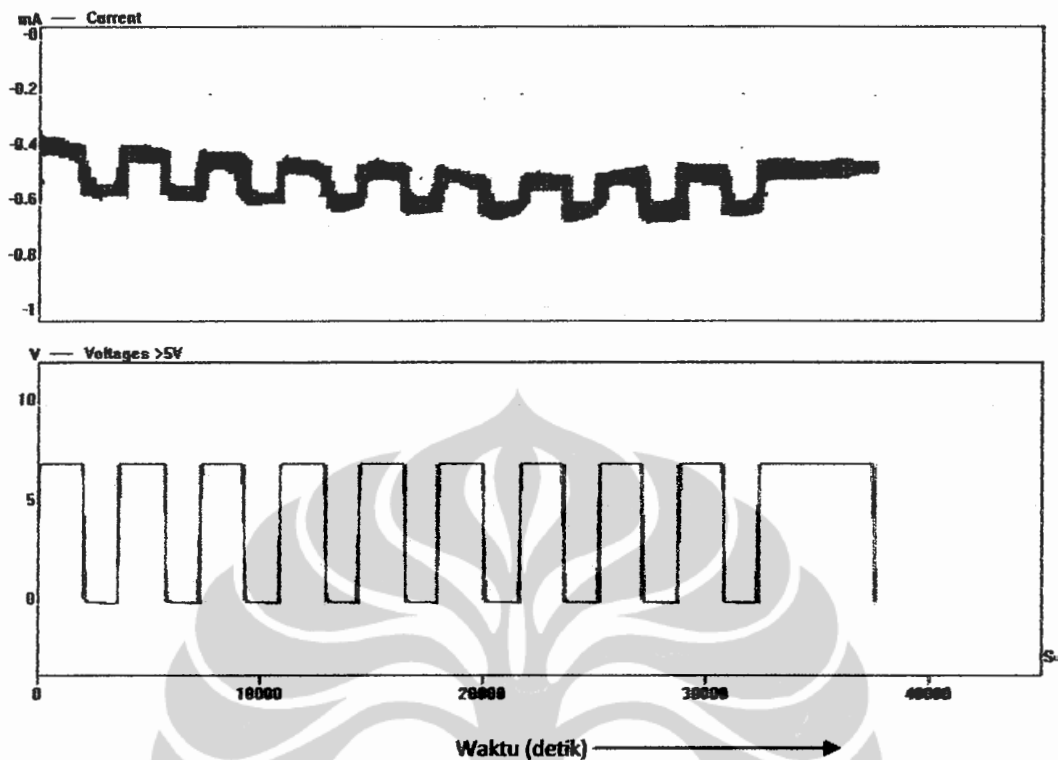
Pengujian sel baterai juga dilakukan dengan proses charging. Uji ini dilakukan melalui pembuatan sel baterai lithium sesuai di Gambar 3.9. Sel baterai diisi dengan arus listrik $200\mu\text{A}$ dan voltage 5 volt. Grafik proses pengisian ini dapat dilihat di Gambar 7.7., dimana voltase baterai bergerak naik dari 2 volt menuju 3 volt. Percobaan pengisian ini baru dilakukan pada beberapa menit, yang seharusnya dilakukan samapi 3 atau 4 jam.

Hasil sementara ini dapat mengindikasikan bahwa bahan komposit dapat digunakan sebagai bahan elektrolit di baterai lithium berbasis keramik.



Gambar 7.7. Grafik pengisian sel baterai lithium berbasis keramik.

Sel baterai yang sudah jadi dalam ukuran $10\text{cm} \times 15\text{cm}$ dilakukan uji *charging* dan *self discharge* pada tegangan 6Volt dan arus listrik $0,4\text{mA}$ dan kemudian dibiarkan discharge tanpa beban, sebagaimana di Gambar 7.8. Sel baterai ini sebelumnya diisi pada tegangan 9Volt dengan arus listrik yang kuat juga. Hal ini perlu dilakukan untuk membangkitkan gerakan ion Li dari katoda ke anoda yang tidak dapat dilakukan pada tegangan 6Volt. Sel baterai dapat mengeluarkan tegangan 3Volt dan arus listrik 200mA . Setelah pembangkitan ini sel baterai dapat diisi pada tegangan 6Volt.



Gambar 7.8. Uji charging dan self discharging dari sel baterai lithium berbasis keramik.

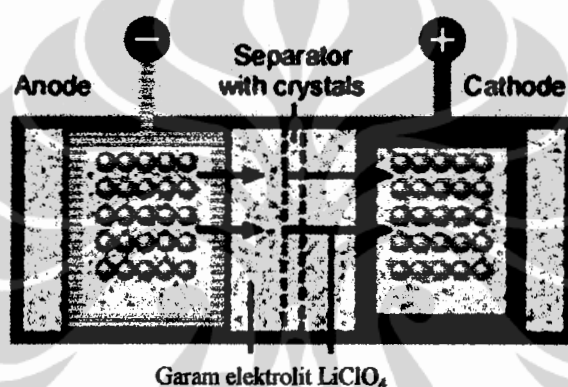
Hasil pengisian sel baterai ini menunjukkan kemampuan baterai masih lebih rendah dibandingkan baterai yang sudah pernah dilakukan dengan bahan katoda dan anoda yang sama, yaitu tegangannya 3,6 sampai 4,2Volt [110,111]. Katoda LiMn_2O_4 mempunyai kapasitas teori sampai 110-120 mAh/g[110] yang biasanya sekitar 90mAh/g, sebanding dengan 100g sel baterai dalam detik adalah 2,5mA per satuan luas (cm^2) atau dalam $10\text{cm} \times 15\text{cm}$ sebanyak 375mA. Prototipe sel baterai dari hasil penelitian mempunyai kapasitas masih lebih kecil sekitar 0,53 kali dari baterai standar.

7.5. MODEL BATERAI LITHIUM

Hasil pengujian di atas menunjukkan bahwa komposit LTAP dan soda lime silica dapat digunakan sebagai porous separator elektrolit. Penambahan lithium perklorat dapat meningkatkan fungsi komposit sebagai elektrolit padat

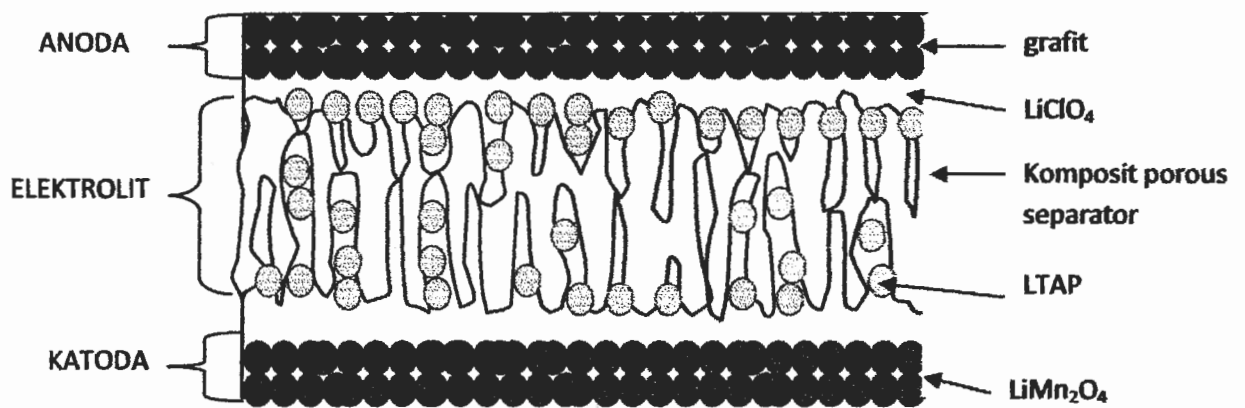
pada baterai lithium. Resistansi atau impedansi riil bagian elektrolit dalam sel baterai menunjukkan peningkatan 10 sampai 100 kali dari lembaran porous separator biasa.

Pengujian pengisian sel baterai memnerikan sinyal bahwa komposisi sel baterai dengan porous separator dapat berfungsi dengan baik. Kendala yang timbul berada pada proses infiltrasi lithium perklorat yang sering tidak merata, sehingga gerakan ion Li menjadi terhambat. Namun model baterai lithium berbasis keramik masih dapat dipertahankan seperti di Gambar 7.9[112].



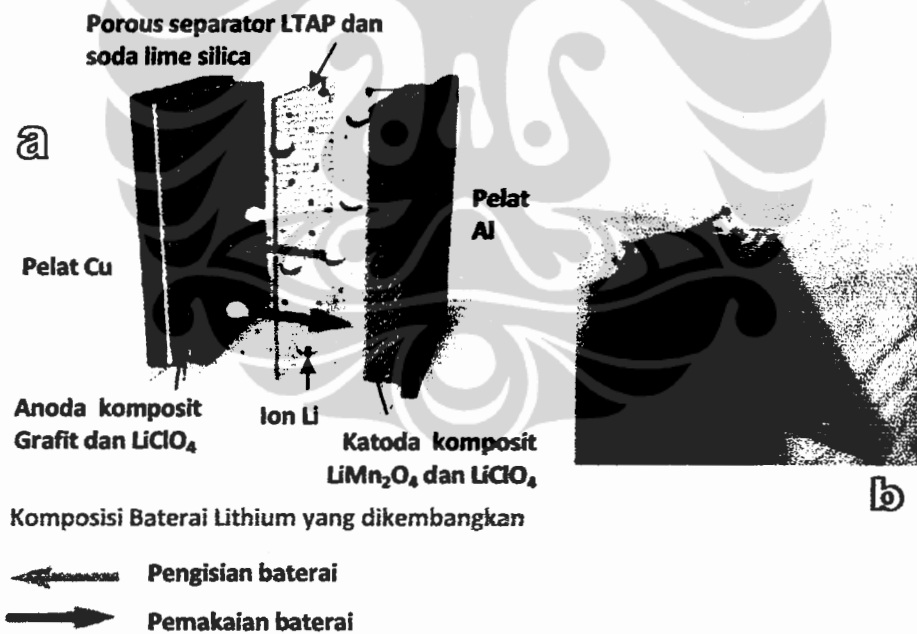
Gambar 7.9. Model baterai lithium berbasis separator berpori dengan LiClO₄ sebagai garam elektrolit.

Model baterai lithium di Gambar 7.9 dibentuk dari penggunaan elektrolit padat yang terdiri dari komposit separator elektrolit LTAP dan soda lime silica dan garam elektrolit LiClO₄. Dalam memenuhi konsep elektrolit cair dimana serbuk elektroda berhubungan langsung dengan bahan elektrolit, maka garam elektrolit dicampurkan di lapisan elektroda. Sehingga model baterai lithium tergambar seakan – akan seluruh bagian berada dalam garam elektrolit LiClO₄. Bentuk nyata dari hasil proses infiltrasi dan pelapisan elektroda dengan perekat LiClO₄ terdapat pada Gambar 7.10.



Gambar 7.10. Model baterai lithium dari hasil infiltrasi dan pelapisan elektroda

Adapun hasil penelitian di atas menghasilkan komposisi sel baterai lithium berbasis keramik sebagaimana di Gambar 7.11.



Gambar 7.11. Model baterai lithium berbasis keramik [113] dan prototipenya.

BAB VIII

KESIMPULAN

8.1. KESIMPULAN

1. *Soda lime silica* atau kaca jendela sebagai bahan baku matriks dalam pembuatan komposit elektrolit baterai lithium dapat disintering pada suhu 600°C dan didinginkan cepat dengan suhu -100°C dalam nitrogen cair untuk menghasilkan struktur amorf. Pengkondisi dengan nitrogen cair dapat menghindarkan reaksi dengan uap air. Dengan demikian fungsi sebagai perekat dapat dijalankan oleh *soda lime silica*.
2. Penambahan Li₂O pada *soda lime silica* membentuk gelas Li₂O-Na₂O-CaO-SiO₂ yang konduktif. Li₂O bereaksi dengan baik dengan silikat dan membentuk senyawa lithium silikat, yaitu : Li₄SiO₄, Li₂SiO₃ dan Li₆Si₂O₇. Komposisi optimal adalah sampel dengan penambahan 7,5% berat Li₂O , yaitu $1,76 \times 10^{-6}$ S/cm
3. Penambahan filler LTAP menuntut penurunan suhu quenching sampai di bawah -100°C. *Soda lime silica* dapat berinteraksi sesuai dengan hukum pembasahan pada syarat terjadinya komposit, tanpa adanya reaksi dengan LTAP. Komposisi optimum terletak pada penambahan 75%wt LTAP.
4. Peningkatan sifat komposit dapat dilakukan dengan penghalusan yang lebih lama. Penghalusan dengan lama 48 jam yang menghasilkan besar serbuk 1,15 µm dapat mengoptimalkan fungsi perekat *soda lime silica*, dimana seluruh serbuk LTAP dapat terikat.
5. LiBr dapat meningkatkan sifat komposit, namun tidak direkomendasikan untuk digunakan, karena sangat korosif dan mudah menyerap uap air.
6. Komposit LTAP dengan matrik *soda lime silica* dapat difungsikan sebagai lembaran elektrolit melalui konsep separator berpori, dimana porinya diisi dengan lithium perklorat.
7. Uji performance menunjukkan interaksi anoda, katoda dan komposit elektrolit berjalan dengan tegangan sel 3Volt dan kapasitas arus 200mA. Sel baterai

menunjukkan karakter rechargeable. Dengan demikian bahan komposit dapat digunakan sebagai lembaran elektrolit dalam bentuk porous separator yang konduktif bagi baterai lithium berbasis keramik.

8.2. REKOMENDASI

Hasil penelitian telah menghasilkan suatu model baterai padat lithium berbasis keramik. Komponen sel baterai yang dibuat dan digabungkan dapat berfungsi sebagai sel baterai. Separator berpori komposit *soda lime silica* dan LTAP dapat digunakan sebagai substrat dalam pelapisan elektroda. Oleh karena itu beberapa rekomendasi dapat diberikan dalam meneruskan penelitian ini, adalah :

1. Proses pembuatan komponen sel baterai lithium berbasis keramik beserta parameternya dapat dijadikan dasar dalam pembuatan sistem produksi baterai yang merupakan pembesaran skala dari skala laboratorium,
2. Kontak permukaan antar serbuk perlu diperbaiki dengan memperkecil besar serbuk. Besar serbuk perlu dicarikan yang optimal dalam menimbang antara perbaikan kontak permukaan dan jumlah pori yang masih harus dijaga.



DAFTAR ACUAN

- [1]. J.M. Tarascon, "Progress in Lithium Batteries", Global Climate and Energy Project's Advanced Transportation Workshop, Stanford University, USA, October 10th-11th, 2006.
- [2]. Carson 1998, *PR Newswire*, 18 Desember 1998, California, USA.
- [3]. S. Megahed et. al., "Lithium-ion rechargeable batteries", *Journal of Power Sources*, 51, 1994 : hal 79-104,.
- [4]. U.v.Alpen et. al., "Electrochemical Properties of Some Solid Lithium Electrolytes", *Fast Ion Transport in Solids*, 1979 : hal. 463-469.
- [5]. C.R. Schlaikjer and C.C. Liang, *Journal of Electrochemical Society*, vol 118, 1971: hal 1447..
- [6]. U.v. Alpen, K. Graf and M. Hafendörfer, *Journal of Applied Electrochemie*, vol 8, 1978 : hal 557.
- [7]. C.C. Liang et. al., *Journal of Applied Electrochemie*, vol 8, 1978, hal 445.
- [8]. R.M. Biefeld et. al., *Journal of Electrochemical Society*, vol 126, 1979 : hal 1.
- [9]. H. Sattlegger et. al., *Naturwiss*, vol 51, 1964 : hal 534.
- [10]. M.S. Wittingham et. al., *in Solids State Chemistry*, 1972 : hal. 139.
- [11]. G.C. Farrington et. al., *Electrochim. Acta*, vol 22, 1977 : hal 767.
- [12]. U.v. Alpen et. al., *Electrochim. Acta*, in press, 1979.
- [13]. R.T. Johnson jr. et. al., *Journal of Electrochemical Society*, vol 123, 1976, hal 680,.
- [14]. H.Y.P. Hong, *Materials Result Bulletin*, vol 13, 1978: hal. 117,.
- [15]. Y.W. Hu et. al., *Journal of Electrochemical Society*, vol 124, 1977 :hal 1240.
- [16]. H. Aono et. al., "Ionic Conductivity and Sinterability of Lithium Titanium Phosphate System", *Solid State Ionics*, 40/41, 1990 : hal 38-42.
- [17]. H.Y.P. Hong, *Materials Result Bulletin*, vol. 11, 1976 : hal. 173-178.

- [18]. K. Takada *et. al.*, "Lithium ion conduction in $\text{LiTi}_2(\text{PO}_4)_3$ ", *Solid State Ionics*, 139, 2001 : hal. 241-247,.
- [19]. Jie Fu, Superionic Conductivity of Glass-ceramics 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*, 96, 1997 : hal 195-200,.
- [20]. I. Abraham *et. al.*, Lithium Ion Conductivity and Thermal Behaviour of Glasses and Crystallised Glasses 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*, 134, 2000 : hal 249 – 257,.
- [21]. B. Prihandoko dkk, "Pembuatan Keramik LTAP sebagai Komponen Elektrolit pada Baterai Lithium Rechargeable", Proseding Seminar Bidang Energi Elektronika, Kendali, Telekomunikasi dan Sistem Informasi, 2000 : hal. B-40 – B43.
- [22]. G. Adachi *et. al.*, "Lithium-ion conductive solid electrolyte containing lithium titanium phosphate", US4985317, *paten* 1989.
- [23]. B.Prihandoko, "Pembuatan lembaran keramik lithium titanium aluminium phosphate", *paten Indonesia*, 2002.
- [24]. B.Prihandoko, "Pembuatan lembaran komposit lithium titanium aluminium phosphate", *paten Indonesia*, 2002.
- [25]. J. Santos-Peña, P. Soudan, M. Cruz-Yusta, S. Franger, *Increasing the electrochemical activity of transition metal phosphates in lithium cells by treatment with intimate carbon: The case of titanium phosphate*, *Electrochimica Acta* xxx (2006) xxx–xxx.
- [26]. Chae-Myung Chang a, Seong-Hyeon Hong a,* , Hyun-Min Park, *Spark plasma sintering of Al substituted $\text{LiHf}_2(\text{PO}_4)_3$ solid electrolytes*, *Solid State Ionics* 176 (2005) 2583 – 2587.
- [27]. Kazunori Takada, Minoru Osada, Narumi Ohta, Taro Inada, Akihisa Kajiyama, Hideki Sasaki, Shigeo Kondo, Mamoru Watanabe, Takayoshi Sasaki, *Lithium ion conductive oxysulfide, $\text{Li}_3\text{PO}_4\text{-Li}_3\text{PS}_4$* , *Solid State Ionics* 176 (2005) 2355 – 2359
- [28]. Marek Nocun, *Structural studies of phosphate glasses with high ionic conductivity*, *Journal of Non-Crystalline Solids* 333 (2004) 90–94.

- [29]. Sébastien Patoux , Gwenaëlle Rousee, Jean-Bernard Leriche, Christian Masquelier, *Crystal structure and lithium insertion properties of orthorhombic $\text{Li}_2\text{TiFe}(\text{PO}_4)_3$ and $\text{Li}_2\text{TiCr}(\text{PO}_4)_3$* , *Solid State Sciences* 6 (2004) 1113–1120.
- [30]. G. Butt a, N. Sammesb, G. Tompsett c, A. Smirnova b,* , O. Yamamoto, *Raman spectroscopy of superionic Ti-doped $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)$, and LiNiPO_4 structures*, *Journal of Power Sources* 134 (2004) 72–79.
- [31]. J.E. Garbarczyk, P. Jozwiak, M. Wasiucioneck, J.L. Nowinski, *Enhancement of electrical conductivity in lithium vanadate glasses, by nanocrystallization*, *Solid State Ionics* 175 (2004) 691–694.
- [32]. Xian Ming Wu , Xin Hai Li , Shao Wei Wang , Zhuo Wang , Yun He Zhang , Ming Fei Xu , Ze Qiang Hea, *Preparation and characterization of lithium-ion-conductive $\text{Li}_{1,3}\text{Al}_{0,3}\text{Ti}_{1,7}(\text{PO}_4)_3$ thin films by the solution deposition*, *Thin Solid Films* 425 (2003) 103–107.
- [33]. Thomas J. Richardson, *Phosphate-stabilized lithium intercalation compounds*, *Journal of Power Sources* 119–121 (2003) 262–265.
- [34]. T. Savitha, S. Selvasekarapandian, C.S. Ramyaa, M.S. Bhuvaneshwari, G. Hirankumar, R. Baskaran, P.C. Angelo, *Structural and ionic transport properties of $\text{Li}_2\text{AlZr}(\text{PO}_4)_3$* *Journal of Power Sources* xxx (2005) xxx–xxx.
- [35]. G.X. Wang *et. al.*, “ $\text{LiTi}_2(\text{PO}_4)_3$ with NASICON – type structure as lithium – storage materials”, *Journal of Power Sources*, 124, 2003 : hal 231 -236.
- [36]. Xiaoxiong Xu *et. al.*, “Lithium ion conductive glass ceramics in the system $\text{Li}_{1,4}\text{Al}_{0,4}(\text{Ge}_{1-x} - \text{Ti}_x)_{1,6}(\text{PO}_4)_3$ ($x=0-1,0$), *Solid State Ionics*, 171, 2004 : hal 207 – 213.
- [37]. Xiaoxiong Xu *et. al.*, “Preparation and electrical properties of NASICON – type structured $\text{Li}_{1,4}\text{Al}_{0,4}\text{Ti}_{1,6}(\text{PO}_4)_3$ glass ceramics by the citric acid – assisted sol – gel method”, *Solid State Ionics*, 178, 2007 : hal 29 –34.

- [38]. Kaoru Dokko et. al., "Preparation of LiMn_2O_4 thin – film electrode on $\text{Li}_{1+x}\text{Al}_x\text{Ti}_{2-x}(\text{PO}_4)_3$ NASICON – type solid electrolyte", *Journal of Power Sources*, 174, 2007 : hal 1100 – 1103.
- [39]. Yasushi Inda et. al., "Development of all-solid lithium –ion battery using Li-ion conducting glass ceramics", *Journal of Power Sources*, 174, 2007 : hal 741 – 744.
- [40]. Dale W. Rinehart, Natroma Heights, Pa, *Ion-exchange Strengthening of Soda-Lime-Silica Glass*, US Patent 4192689, Mar.1980.
- [41]. Andrew Ritchie , Wilmont Howard, *Recent developments and likely advances in lithium-ion batteries*, *Journal of Power Sources* xxx (2005) xxx–xxx..
- [42]. Catia Arbizzani, Mariachiara Lazzari, Marina Mastragostino, *Recent trends in research activity on lithium-ion batteries in Italy*, *Journal of Power Sources* 146 (2005) 3–9.
- [43]. Stefania Panero, Bruno Scrosat, Mario Wachtler, Fausto Croce, *Nanotechnology for the progress of lithium batteries R&D*, *Journal of Power Sources* 129 (2004) 90–95.
- [44]. A.G. Ritchie, *Recent developments and likely advances in lithium rechargeable batteries*, *Journal of Power Sources* 136 (2004) 285–289
- [45]. R.M. Dell, *Batteries fifty years of materials development*, *Solid State Ionics*, 134(2000) 139-158.
- [46]. *Physics and Chemistry of Lithium-Ion-type-Accumulators*. [Online]. Tersedia: http://www.solid-energy.com/funktionsweise_eng.html, November 2003.
- [47]. M.Z.A. Munshi, *Handbook of Solid State Batteries & Capacitors* , 1995 : hal:427- 444&469-478,.
- [48]. Jean-Marie Tarascon, NJ Martinsville, *Rechargeable battery including a $\text{Li}_{1+x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ cathode and a carbon anode*, US Patent 5196279, Mar 1993.

- [49]. Enoch I. Wang, Willem L. Bowden and Paul Gionet, *Method of preparation of lithium manganese oxide spinel*, US Patent 5753202, May 1998.
- [50]. Dong-Won Kim, Jang-Myoun Ko and Jong-Han Chun, *Electrochemical characteristics of Li/LiMn₂O₄ cells using gel polymer electrolytes*, Journal of Power Sources, 93, Issues 1-2, (2001) 151-155.
- [51]. N. Kamarulzaman, Z. Osman, M. R. Muhamad, Z. A. Ibrahim, A. K. Arof and N. S. Mohamed *Performance characteristics of LiMn₂O₄/polymer/carbon electrochemical cells*, Journal of Power Sources, 97-98 (2001) 722-725
- [52]. J. Barker, R. Pynenburg, R. Koksang, *Determination of thermodynamic, kinetic and interfacial properties for the Li/Li_xMn₂O₄ system by electrochemical techniques*, Journal of Power Sources, 52 (1994) 185-192.
- [53]. Bambang Prihandoko dkk, "Pembuatan keramik Li_xMn₂O₄ sebagai katoda pada baterai lithium", Proceedings of The 2000 FTUI Seminar Quality in Research, Vol. V, Agustus 2000 : hal. V.3.7.1-V.3.7.6,
- [54]. Alfred M. Wilson and Jeffery R. Dahn, *Carbonaceous host compounds and use as anodes in rechargeable batteries*, US Patent 5624606, April 1997.
- [55]. Rosamaria Fong, Harith Al-Janby and Jeffrey R. Dahn, *Carbonaceous electrodes for lithium cells*, US Patent 5028500, July 1991.
- [56]. Jeffrey R. Dahn and Brian M. Way, *Electron acceptor substituted carbons for use as anodes in rechargeable lithium batteries*, US Patent 5498493, Mar. 1996.
- [57]. Young Ho Rho and Kiyoshi Kanamura, *Fabrication of thin film electrodes for all solid state rechargeable lithium batteries*, Journal of Electroanalytical Chemistry, 559 (2003) 69-75
- [58]. Shinichi Komaba, Naoaki Kumagai and Yoichi Kataoka, *Influence of manganese(II), cobalt(II), and nickel(II) additives in electrolyte on*

- performance of graphite anode for lithium-ion batteries*, *Electrochimica Acta* 47, Issue 8 (2002) 1229-1239.
- [59]. Doron Aurbach et. al., "A review on the solid-state ionics of electrochemical intercalation processes: How to interpret properly their electrochemical response", *Solid State Ionics*, xx, 2008 : hal xx - xx.
- [60]. M. Catti. (2001). *Energy Storage Materials Chemical Synthesis, Crystal Structure, Theoretical Models*. [Online]. Tersedia: <http://www.mater.unimib.it/research.php?article=6>, Februari 2004.
- [61]. LiClO₄ tersedia : <http://www.wikipedia.org>.
- [62]. LiBr tersedia : <http://www.wikipedia.org>.
- [63]. Allen J. Bard, Larry R. Faulkner, *Electrochemical Methods Fundamentals and Applications*, (New York : John Wiley & Sons, 1980), hal 370 – 404.
- [64]. Juan Bosquert, *Theory of the impedance of electron diffusion and recombination in athin layer*, *Journal Physical Chemistry B* 106 (2002), 325-333.
- [65]. J. Jamnik and J. Maier, *Generalised equivalent circuits for mass and charge transport: chemical capacitance and its implications*, *Physical Chemical Chemistry*, 3 (2001) 1668-1678.
- [66]. Structure of lithium ion rechargeable battery tersedia di : <http://www.nec-tokin.com>
- [67]. Battery Power, battery history tersedia di : <http://inventors.about.com/.../inventors/blbattery1.htm>
- [68]. Marina Despotopoulou dan Michael T. Burchill, "Coating for electrochemical applications", *Progress in Organic Coatings*, 45, 2002 : hal 119 – 126.
- [69]. A. Manuel Stephan, Review on gel polymer for lithium batteries, *European Polymer Journal*, 42, 2006, hal 21 – 42.
- [70]. ExxonMobil Chemical Developing Lithium-Ion Battery Separator Technology Targeted for Hybrids tersedia di : www.greencarcongress.com/2006/05/exxonmobil_c...

- [71]. D. Djian , F. Alloin, S. Martinet , H. Lignier dan J.Y. Sanchez, “*Lithium-ion batteries with high charge rate capacity: Influence of the porous separator*”, *Journal of Power Sources* 172 (2007), hal. 416–421.
- [72]. S.S. Zhang□, M.H. Ervin, K. Xu, T.R. Jow, *Microporous poly(acrylonitrile-methyl methacrylate) membrane as a separator of rechargeable lithium battery*, *Electrochimica Acta* 49 (2004) hal. 3339–3345.
- [73]. Pier Paolo Prosini *, Paola Villano, Maria Carewska, *A novel intrinsically porous separator for self-standing lithium-ion batteries*, *Electrochimica Acta* 48 (2002) hal. 227_ 233.
- [74]. Allen J. Bard, Larry R. Faulkner, *Electrochemical Methods Fundamentals and Applications*, (New York : John Wiley & Sons, 1980), hal 316 – 353.
- [75]. Kamalnayan Kantilal Patel, Jens M. Paulsen, Johann Desilvestro, *Numerical simulation of porous networks in relation to battery electrodes and separators*, *Journal of Power Sources* 122 (2003) hal. 144–152.
- [76]. Hobart H. Willard et. al., *Instrumental Methods of Analysis*, (California, Wadsworth Publishing Company, 1988), hal 703.
- [77]. F.L. Matthews dkk, *Composite Materials: Engineering and Science*, 1994.
- [78]. Kingery, W.D., *Introduction to Ceramics*, 1976
- [79]. Van Vlack, L.H, *Ilmu dan Teknologi Bahan (Ilmu Logam dan Bukan Logam) Edisi kelima, terjemahan Sriati , Penerbit Erlangga, Jakarta, 1997.*
- [80]. Bambang Prihandoko, ”Pembuatan Dan Karakterisasi Komposit Elektrolit LTAP Bermatrik Gelas”, Tesis, Program Pasca Sarjana, FT-UI, 2005.
- [81]. Hummel, F.A., *Introduction of Phase Equilibrium in Ceramic Systems*, 1984
- [82]. Glasses, tersedia di : <http://www.wikipedia.org>
- [83]. Bergerson, , *Introduction of Phase Equilibrium in Ceramics*, 1984
- [84]. <http://www.world.house/wikipidia>
- [85]. Lithium Oxide, tersedia di <http://www.wikipedia.org>

- [86]. Bambang Prihandoko dkk, Pembuatan Lembaran Elektroda Grafit dan Lithium Mangan Oksida, *Paten Indonesia*, 2001.
- [87]. Bambang Prihandoko dan Priyo Sardjono, Pembuatan Keramik Komposit Elektrolit Litium Titanium Alumunium Posfat Bermatrik Gelas Kaca Jendela (Paten Indonesia, P00200600675) (terdaftar 2006)
- [88]. Bambang Prihandoko, *Metoda Pembuatan Sel Dan Kluster Baterai Padat Lithium Berbasis Keramik*, (Paten Indonesia, terdaftar 2008)
- [89]. Milling, tersedia di : www.ktf-split.hr/glossary/image/ball_mill.gif
- [90]. European Synchrotron Radiation Facility, In situ Microtomography Study of Metallic Powder Sintering, Tersedia di : <http://www.esrf.eu/UsersAndScience/Publications/Highlights/2002/Materials/MAT3>
- [91]. Furnace tersedia di : www.gambler.pwp.blueyonder.co.uk
- [92]. Powder diffraction file, International Centre for diffraction data, USA, 1990.
- [93]. Annual Book of ASTM Standards volume 15.02, 'testing of Density and Porosity',
- [94]. SEM EDX tersedia di: www.tech.eng.tohoku.ac.jp
- [95]. <http://www.solartron.com>
- [96]. Surface Engineering Forum, Vickers Hardness test, tersedia di : <http://www.gordonengland.co.uk/hardness/hvconv.htm>
- [97]. Hardness Vickers, tersedia di www.wikipedia.org
- [98]. Sigit Arianto, Maulana dan Bambang Prihandoko, *Pengembangan perangkat lunak untuk karakterisasi sel baterai lithium rechargeable dengan menggunakan LabVIEW*, Prosiding Seminar Nasional Fisika dan Aplikasinya, 2003, 86-90.
- [99]. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, and Anne Zulfia, Study of Li₂O Addition at Electrolyte LTAP with Windows Glasses as Matrix, Proceedings of Sub Committee on Material Science and Technology, The 2nd ASEAN Congress and Sub Committee Conference, Jakarta, 2005.

- [100]. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, Anne Zulfia dan Eddy S Siradj, The Effect of Li_2O Addition on a Quenched Windows Glasses, Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia 2005, Surabaya, 2005.
- [101]. R.E. Smallman, Modern Physical Metallurgy, Butterworth & Co Ltd, 1985, hal 51 -53 dan 120 -123
- [102]. D.A. Porter dan K.E. Easterling, Phase Transformation in Metals and Alloys, Van Nostrand Reinhold (International) Co. Ltd, 1988, hal 180 – 208.
- [103]. Xiaoxiong Xu et. al., “High lithium ion conductivity glass-ceramics in $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{TiO}_2-\text{P}_2\text{O}_5$ from nanoscaled glassy powders by mechanical milling”, *Solid State Ionics*, 177, 2006 : hal 2611 –2615.
- [104]. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, Anne Zulfia dan Wihatmoko Waskitoaji, The Phase Transformation on LTAP Composite With Soda Lime Silica Glasses Matrices on Sintering at Above Glass Transition, Proceeding of The 6th National Seminar on Neutron and X-ray Scattering, Serpong, 2005.
- [105]. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, and Anne Zulfia, The Effect of Sintering Time on Glass Matrix Composite LTAP, Proceeding of The 8th International Conference on QIR, Depok, 2005.
- [106]. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, Anne Zulfia and Eddy S. Siradj, The Effect of Composition Variation of LTP on a Quenched Windows Glasses, Proceeding of The 9th International Conference on QIR, Depok, 2006.
- [107]. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, Anne Zulfia and Eddy S. Siradj, The Effect of Li_2O on Composite LTAP and Windows Glasses, Proceeding of International Conference on Solid State Ionics, Serpong, 2007.
- [108]. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, dan Anne Zulfia, The Effect of Ball Mill Time on the Electrolyte Composite of Lithium Battery,

Workshop Advanced Materials Science and Nanotechnology, Hanoi, 15-21 September 2008, submitted.

- [109]. Bambang Prihandoko dkk., *Baterai Litium Dari Solid Polimer Elektrolit LTAP Dengan Elektroda Grafit Dan LiMn_2O_4* , Prosiding Seminar Nasional Soebardjo Brotohardjono, Juni 2008, hal:A1-1 –A1-8.
- [110]. Lithium Ion Battery tersedia di <http://www.wikipedia.org>
- [111]. John B. Goodenough *Cathode materials: A personal perspective*, 11th International Meeting on Lithium Batteries, Journal of Power Sources, Volume 174, Issue 2, 6 December 2007, hal 996-1000.
- [112]. Technology Overview: Degeneration Rechargeble Battery, tersedia di <http://www.batmax.c.nz>
- [113]. Selembar Baterai untuk Negeri, *Koran Tempo*, 31 Agustus 2007, hal A12 – A13.



Lampiran 1. Persiapan Bahan

L1.1. Elektrolit LTAP

Tabel L1.1. Berat atom dan berat molekul bahan baku

Unsur	Berat Atom (gr/mol)	Senyawa	Berat Molekul (gr/mol)
Lithium (Li)	6,94	Li ₂ CO ₃	73,89
Titanium (Ti)	47,96	TiO ₂	79,9
Alumunium (Al)	26,98	Al ₂ O ₃	101,94
Phospat (PO ₄)	94,97	(NH ₄) ₂ HPO ₄	132,06

Cara Perhitungan Komposisi Bahan:

Misalkan kita memerlukan 100 gram Li_{1,3} Ti_{1,7} Al_{0,3} (PO₄)₃, maka:

Berat Atom masing-masing untuk:

$$\text{Li} = 1,3 \times 6,939 = 9,0207$$

$$\text{Ti} = 1,7 \times 47,96 = 31,532$$

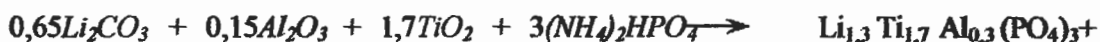
$$\text{Al} = 0,3 \times 26,9815 = 8,094$$

$$\text{PO}_4 = 3 \times 94,971 = \underline{284,914} +$$

$$\text{Mr. Total} = 383,561$$

$$\text{Mol. L ATP} = \frac{\text{Gram L ATP}}{\text{Mr. L ATP}} = \frac{100 \text{ gr}}{383,561} = 0,260 \text{ mol}$$

Perhitungan komposisi di atas berdasarkan reaksi stoikiometri dari Li_{1,3} Ti_{1,7} Al_{0,3} (PO₄)₃ adalah



sehingga diperoleh berat masing-masing senyawa yang dibutuhkan untuk pembuatan

Li_{1,3} Ti_{1,7} Al_{0,3} (PO₄)₃ adalah:

$$\text{Gram Li}_2\text{CO}_3 = (0,260) (0,65) (73,89) = 12,487 \text{ gram}$$

$$\text{Gram TiO}_2 = (0,260) (1,7) (79,9) = 35,315 \text{ gram}$$

$$\text{Gram } Al_2O_3 = (0,260) (0,15) (101,94) = 3,976 \text{ gram}$$

$$\text{Gram } (NH_4)_2HPO_4 = (0,260) (3) (132,06) = 103,006 \text{ gram}$$

Maka berat total campuran senyawa-senyawa untuk membentuk $Li_{1,3} Ti_{1,7} Al_{0,3} (PO_4)_3$ adalah 154,784 gram

L1.2. Komposit LTAP

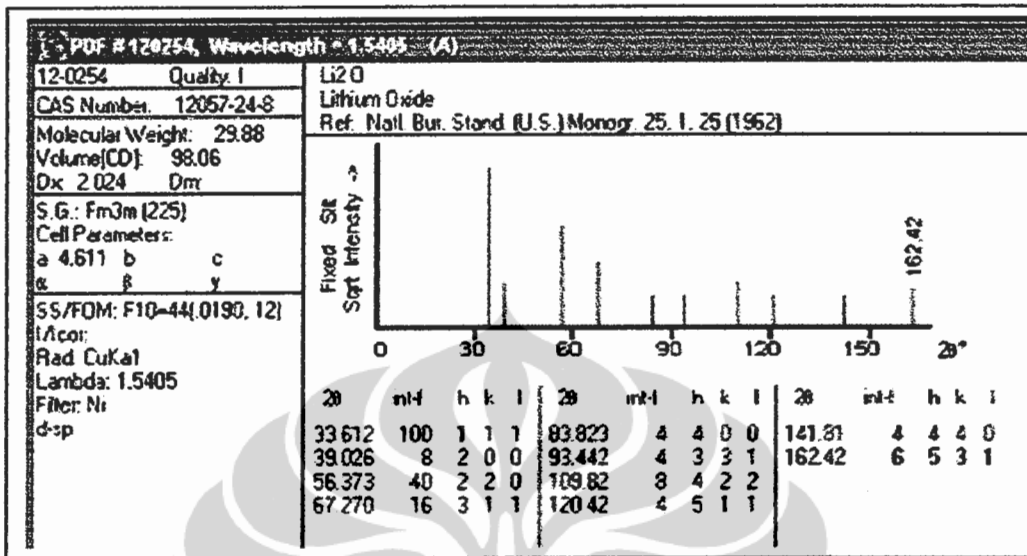
Tabel L1.2. Penimbangan bahan untuk membuat komposit LTAP

	Gelas [gram]	LTAP [gram]	Li ₂ O [gram]	Li ₂ O/Gelas %	LTAP/Gelas %
1	7,2595	7,2620	0	0	100,03
2	6,0441	6,2144	0,1551	2,566	100,25
3	7,0124	7,3144	0,3476	4,96	99,38
4	6,9453	7,3282	0,5258	7,57	98,09
5	6,9187	7,5006	0,6895	9,97	98,59

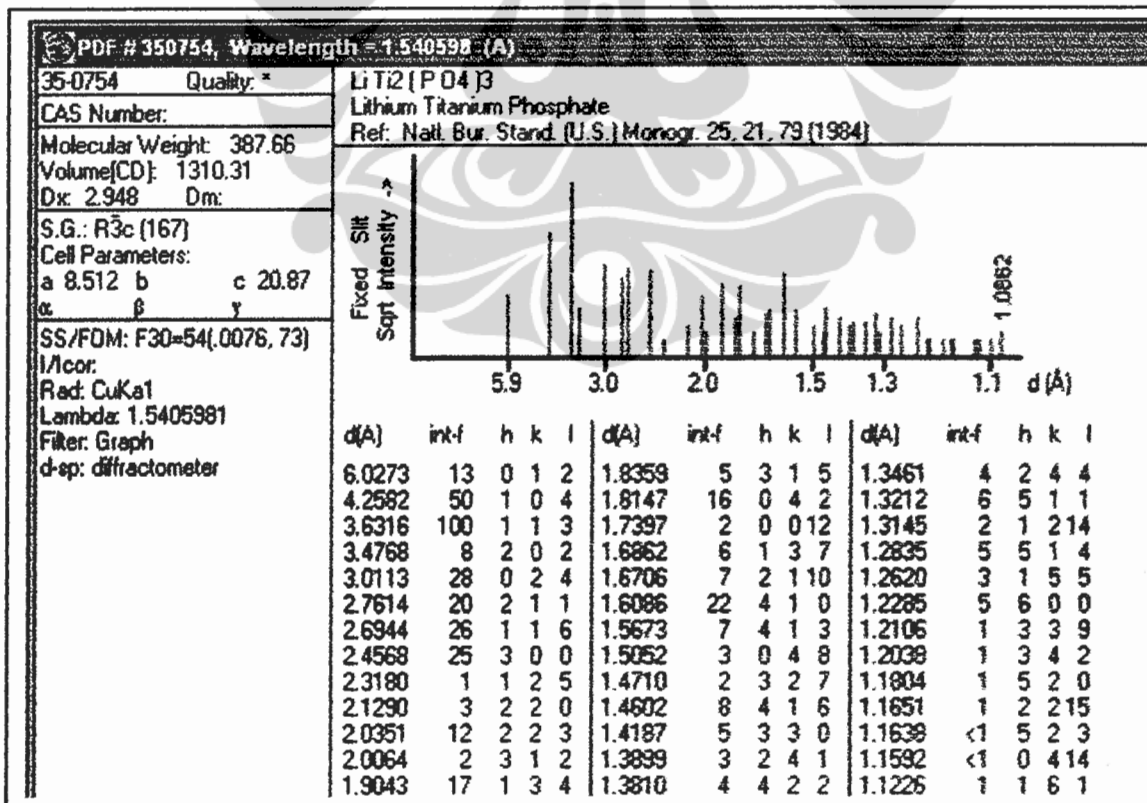
L1.3. Katoda LiMn₂O₄

Lampiran 2. Data Referensi XRD patron

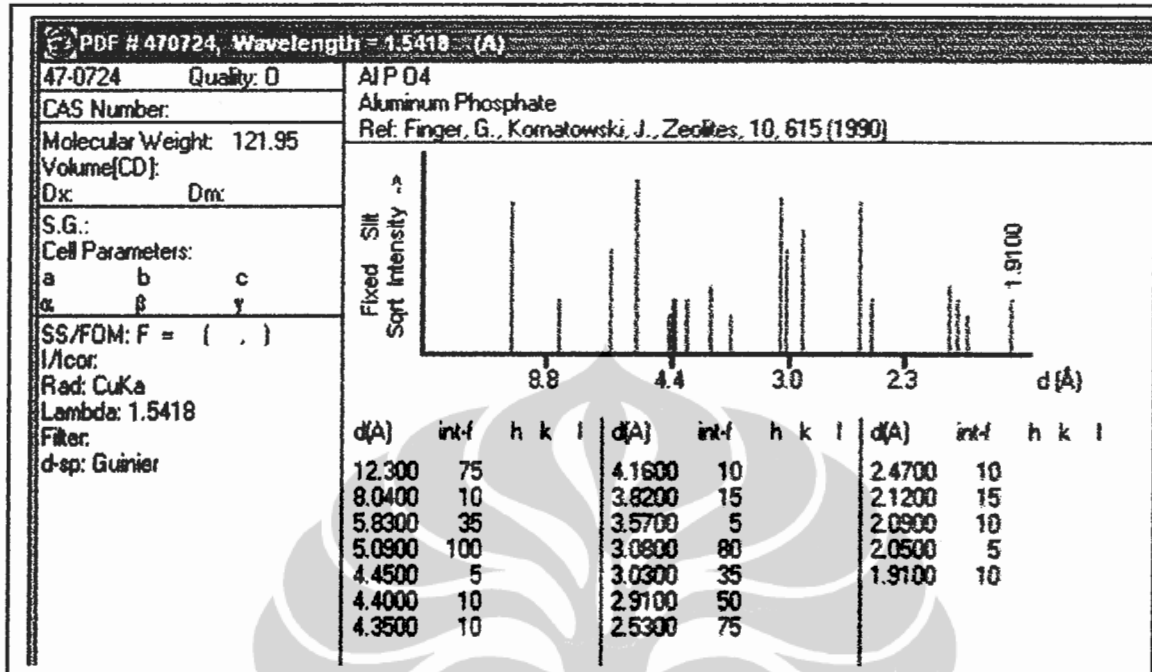
Tabel L2.1. DATA PCPDF untuk Li₂O (Lithium Oksida)



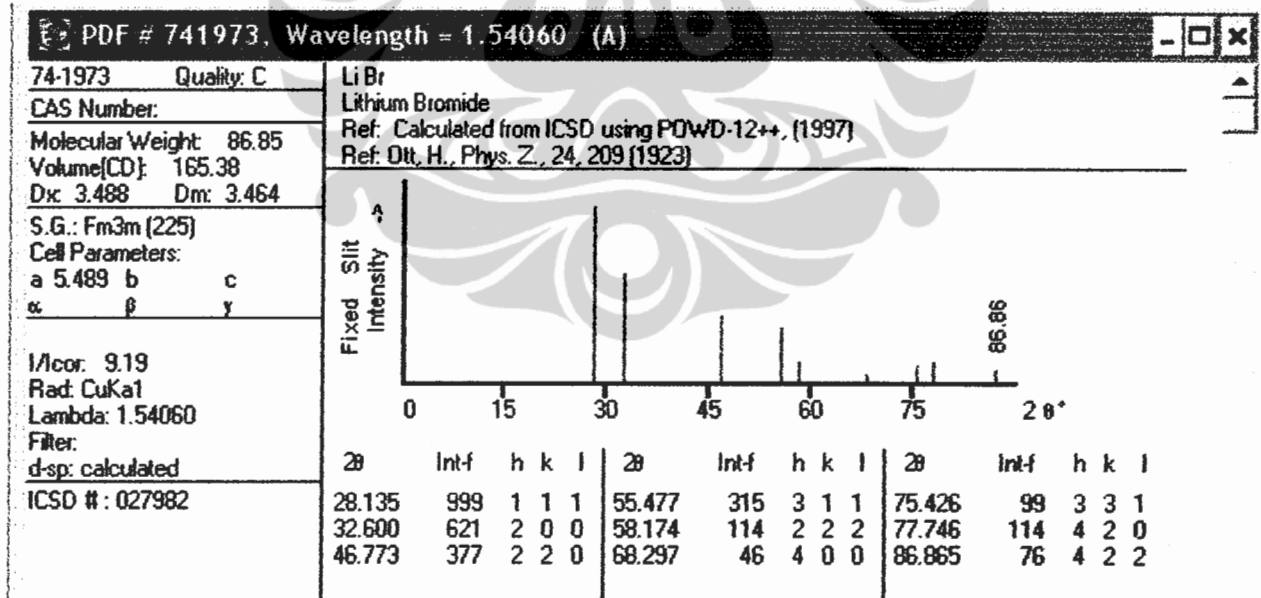
Tabel L2.2. DATA PCPDF untuk LiTi₂(PO₄)₃



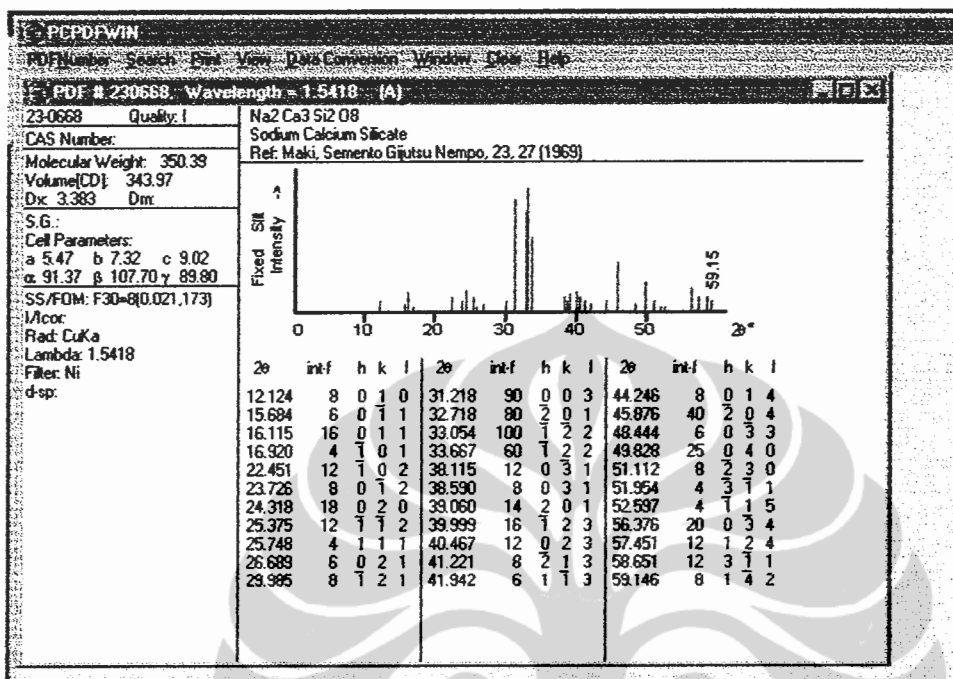
Tabel L2.3. DATA PCPDF untuk $AlPO_4$ (Alumunium Phospat)



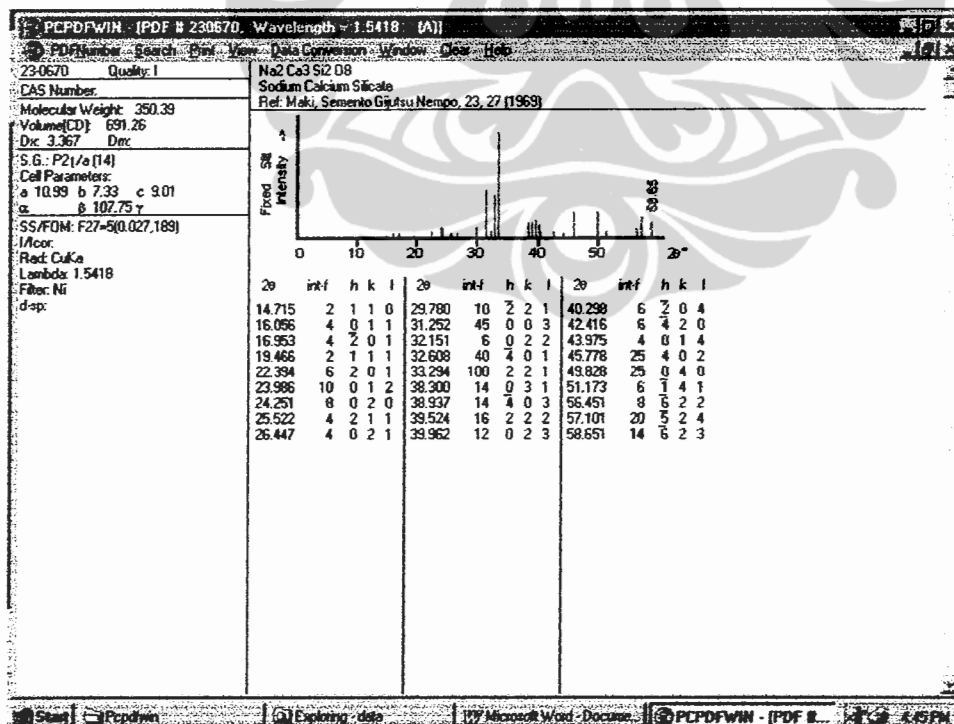
Tabel L2.4. DATA PCPDF untuk LiBr



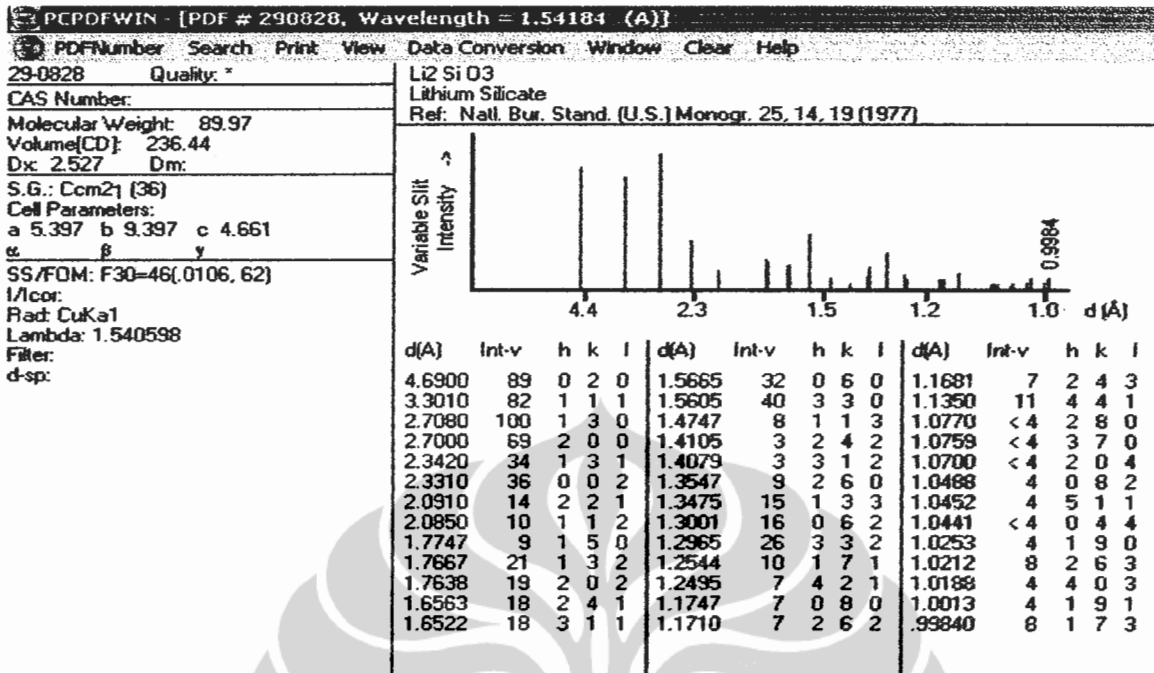
Tabel L2.5. DATA PCPDF untuk Na₂ Ca₃ Si₂ O₈ versi 1



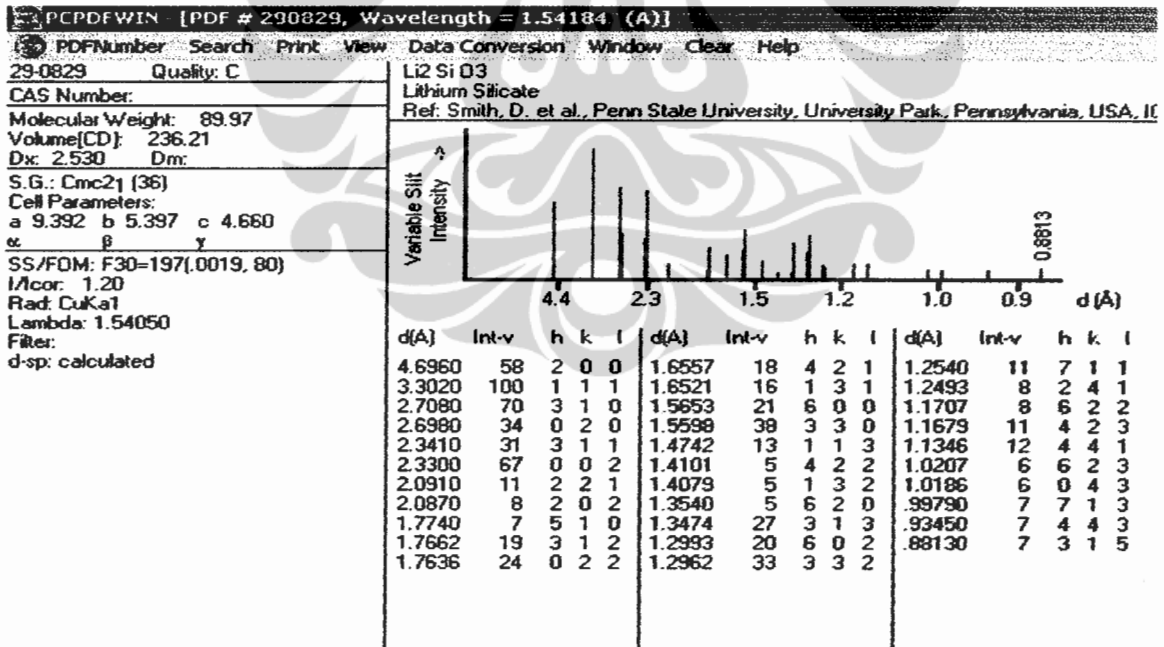
Tabel L2.6. DATA PCPDF untuk Na₂ Ca₃ Si₂ O₈ versi 2



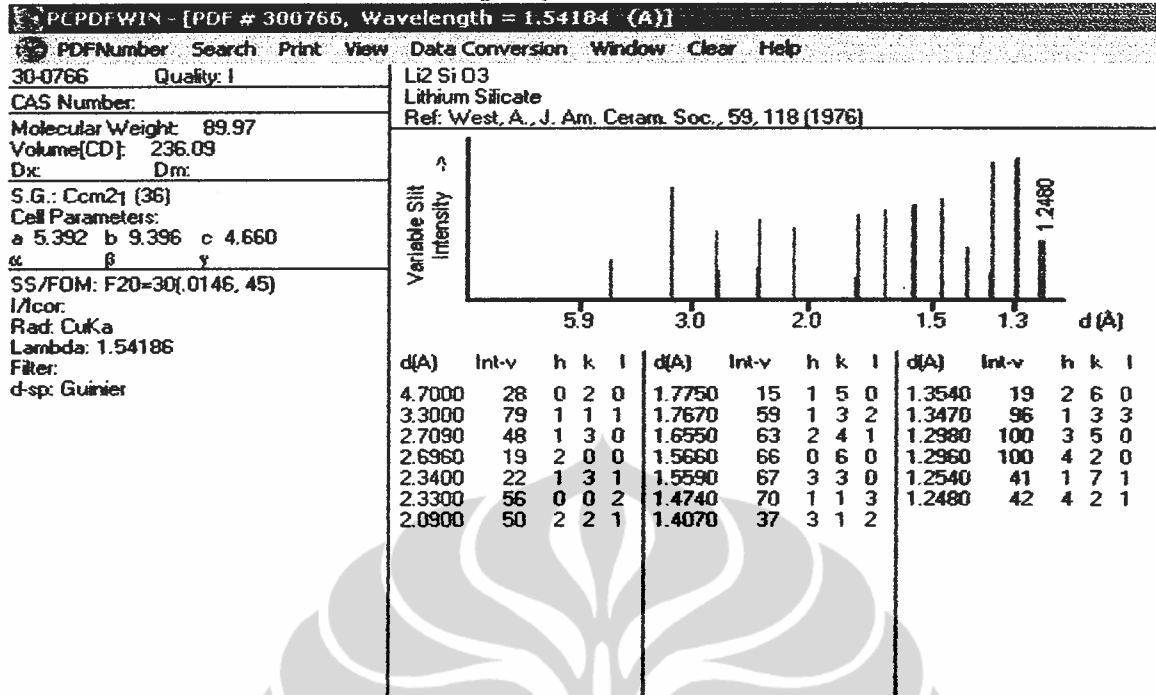
Tabel L2.7. DATA PCPDF untuk Li_2SiO_3



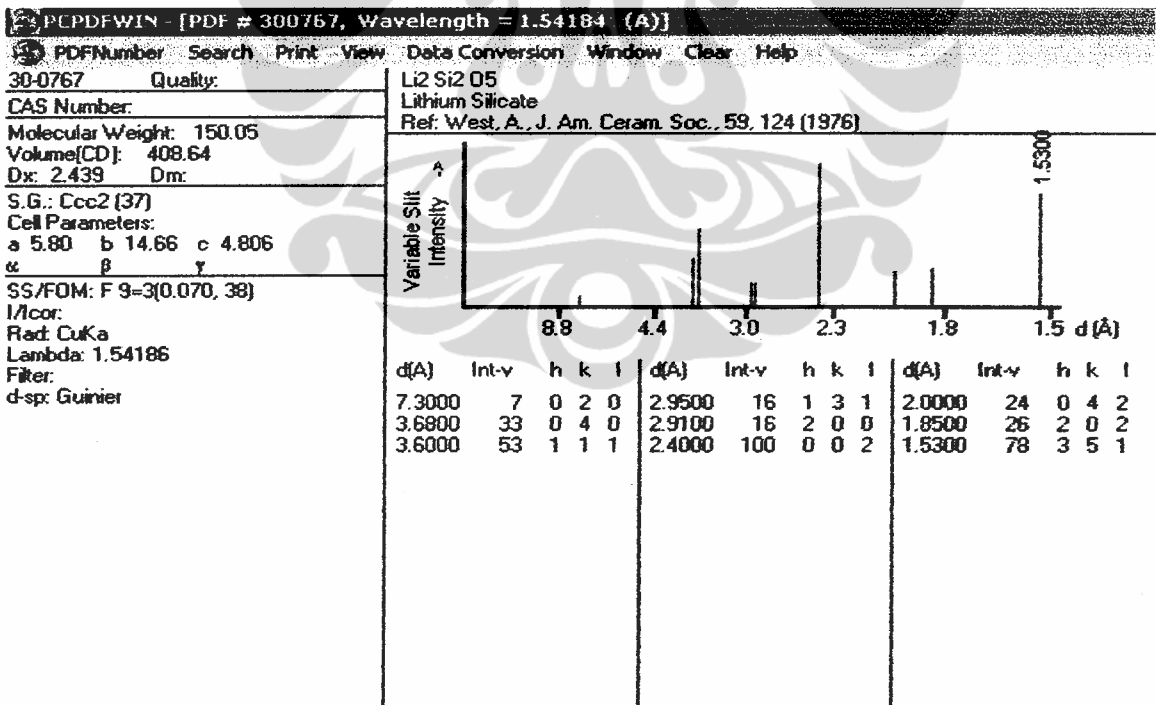
Tabel L2.8. DATA PCPDF untuk Li_2SiO_3



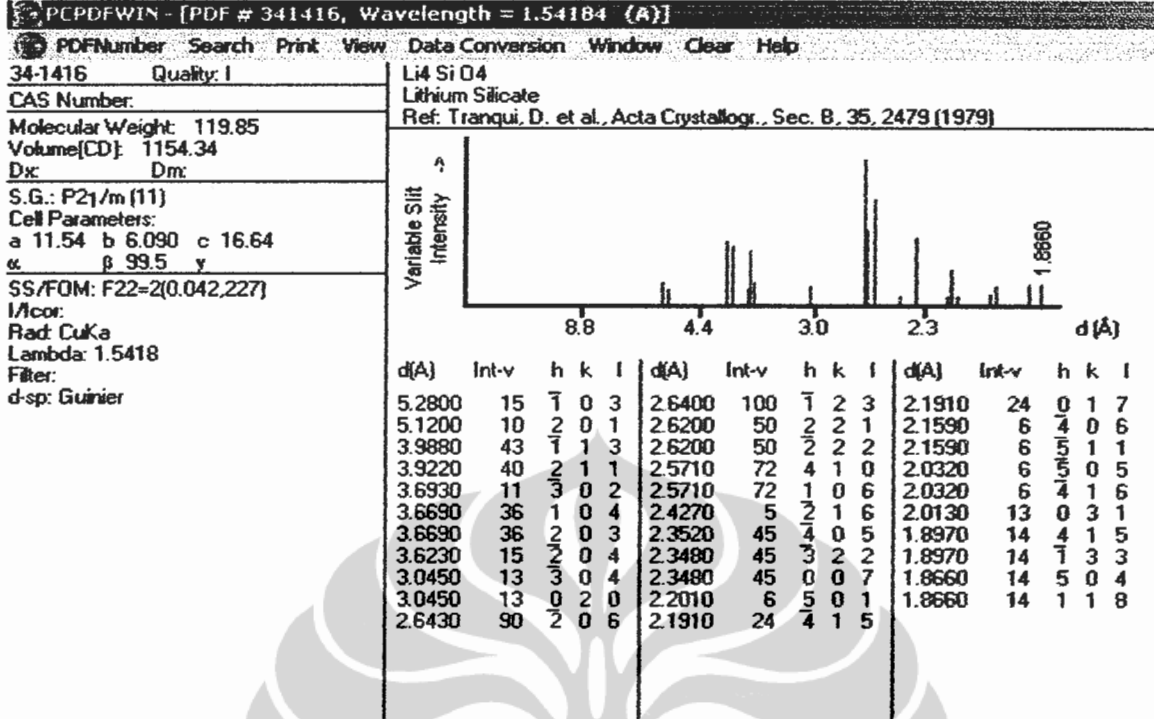
Tabel L2.9. DATA PCPDF untuk Li₂SiO₃



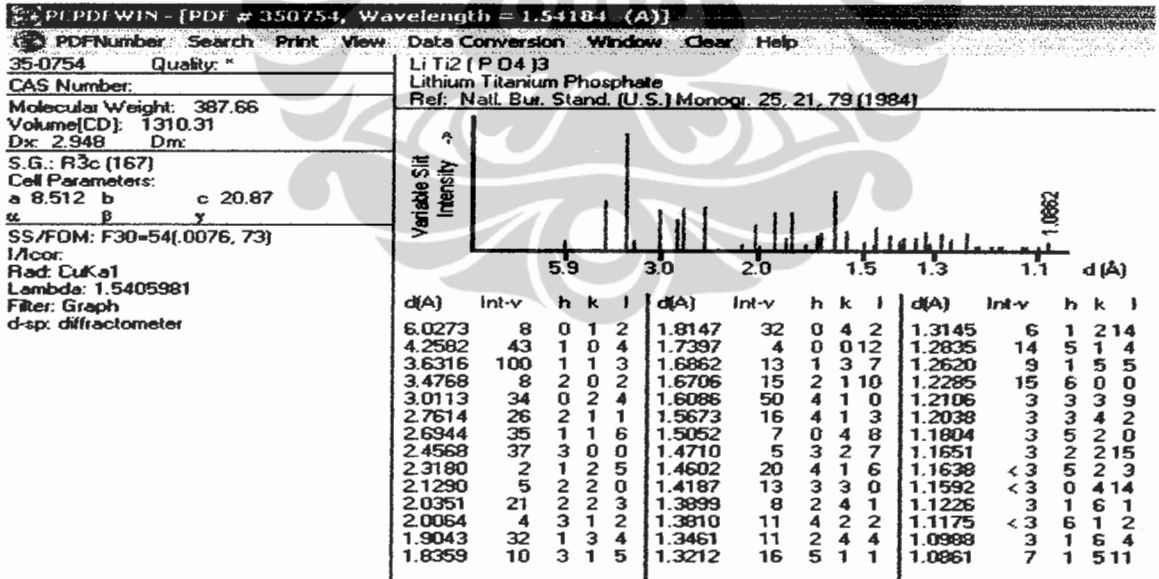
Tabel L2.10. DATA PCPDF untuk Li₂Si₂O₅



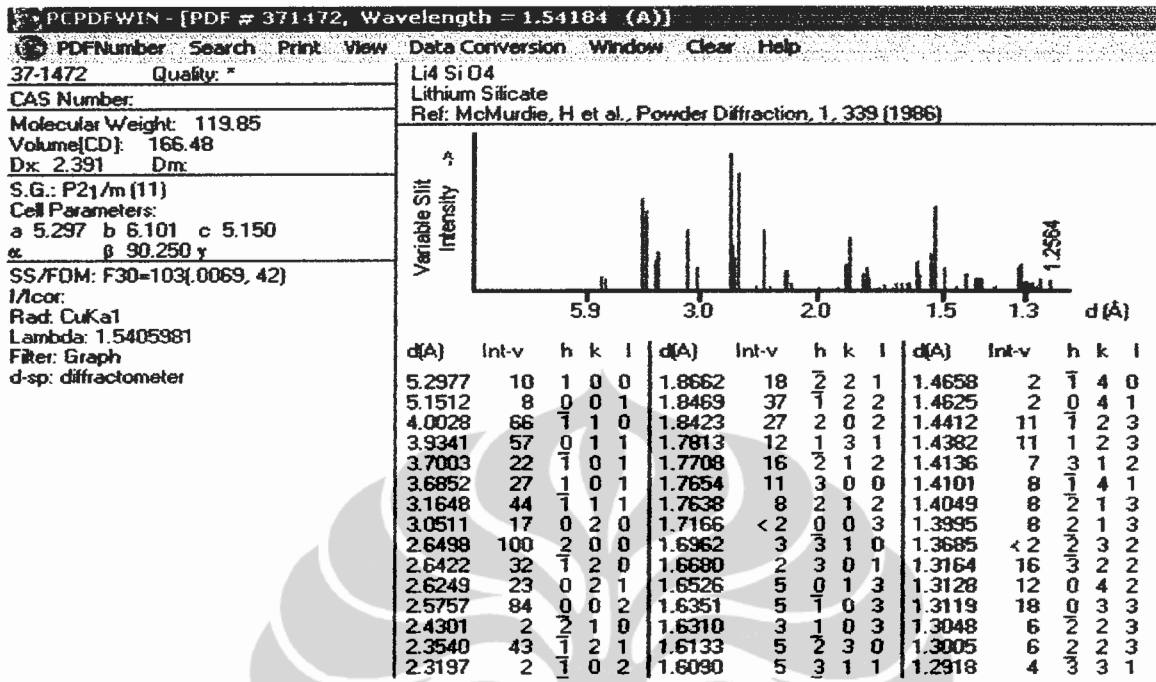
Tabel L2.7. DATA PCPDF untuk Li₄SiO₄



Tabel L2.7. DATA PCPDF untuk LTP



Tabel L2.7. DATA PCPDF untuk Li_4SiO_4



Lampiran 3. Hasil Analisa XRD

Data seting alat yang digunakan dalam melakukan penelitian adalah sebagai berikut :

Used wavelength	:	K-Alpha
K-Alpha1 wavelength (Å)	:	1,54060
K-Alpha2 wavelength (Å)	:	1,54439
K-Alpha2/K-Alpha1 intensity ratio	:	0,50000
K-Alpha wavelength (Å)	:	1,54060
K-Beta wavelength (Å)	:	
Peak search parameter set	:	As Measured Intensities
Set created	:	9/14/99 13:01
Peak positions defined by	:	Minimum of 2nd derivative
Minimum peak tip width (°2Theta)	:	0,00
Minimum peak tip width (°2Theta)	:	1,00
Peak base width (°2Theta)	:	2,00
Minimum significance	:	0,60

Tabel L3.1. Hasil XRD patron LTAP

No	Patron sample LTAP		
	2θ	D [Å]	I/I ₀ [%]
1	14,70	6,02	15,2
2	20,89	4,25	42,8
3	21,88	4,06	2,4
4	24,60	3,63	100
5	25,64	3,46	8
6	29,67	3,00	25,6
7	32,40	2,76	29,6
8	33,26	2,69	21,6
9	36,60	2,46	19,2
10	42,50	2,13	3,2
11	44,52	2,03	9,6
12	47,72	1,90	15,2
13	49,60	1,83	3,2
14	50,22	1,81	14,4
15	52,57	1,74	4
16	54,44	1,68	7,2
17	54,92	1,67	13,6
18	57,27	1,60	16
19	59,00	1,56	8

**** Peak Search conditions ****

SAMPLE NAME = Sampel 1 FILE NAME = BP43100

Ka2 stripping = Execution
 Step/Sampling = .02
 SMOOTHING POINT = 13
 Background = No reduction
 THRESHOLD INTENSITY = 17 cps
 THRESHOLD 2nd-deriv = 30 cps/deg²
 THRESHOLD WIDTH = .11 deg

Peak search result
 Intensity Unit = CPS

No.	2-THETA	INT.	WIDTH	d	I/I0
1	14.480	49	0.300	6.112	17
2	20.260	72	0.300	4.380	26
3	20.900	86	0.300	4.247	30
4	22.360	23	0.270	3.973	8
5	23.900	23	0.210	3.720	8
6	24.280	281	0.300	3.663	100
7	25.500	29	0.360	3.490	10
8	29.300	74	0.300	3.046	27
9	32.460	200	0.300	2.756	71
10	36.660	54	0.330	2.449	19
11	42.940	19	0.360	2.105	7
12	44.560	21	0.360	2.032	7
13	46.700	53	0.300	1.944	19
14	49.800	69	0.330	1.830	25
15	50.380	20	0.360	1.810	7
16	53.460	28	0.270	1.713	10
17	53.760	19	0.330	1.704	7
18	57.420	30	0.330	1.604	11
19	58.980	24	0.330	1.565	8

*** Peak Search conditions ***

SAMPLE NAME = Sampel 2 FILE NAME = BP44100

Ka2 stripping = Execution

Step/Sampling = .02

SMOOTHING POINT = 15

Background = No reduction

THRESHOLD INTENSITY = 15 cps

THRESHOLD 2nd-deriv = 32 cps/deg²

THRESHOLD WIDTH = .12 deg

Peak search result

Intensity Unit = CPS

No.	2-THETA	INT.	WIDTH	d	I/I0
1	14.620	67	0.330	6.054	23
2	20.340	70	0.360	4.363	24
3	20.980	91	0.360	4.231	31
4	24.360	291	0.330	3.651	100
5	24.920	19	0.240	3.570	7
6	25.620	26	0.270	3.474	9
7	29.400	89	0.360	3.036	31
8	32.540	146	0.360	2.749	50
9	36.760	46	0.330	2.443	16
10	43.140	22	0.300	2.095	8
11	44.620	18	0.510	2.029	6
12	46.820	36	0.390	1.939	12
13	49.880	34	0.360	1.827	12
14	50.420	26	0.360	1.808	9
15	53.480	23	0.330	1.712	8
16	56.500	16	0.330	1.627	5
17	57.540	31	0.330	1.600	11
18	59.020	17	0.330	1.564	6

**** Peak Search conditions ****
 SAMPLE NAME = Sampel 3 FILE NAME = BP45100

Ka2 stripping = Execution
 Step/Sampling = .02
 SMOOTHING POINT = 15
 Background = No reduction

THRESHOLD INTENSITY = 11 cps
 THRESHOLD 2nd-deriv = 32 cps/deg²
 THRESHOLD WIDTH = .12 deg

Peak search result
 Intensity Unit = CPS

No.	2-THETA	INT.	WIDTH	d	I/I0
1	14.580	61	0.450	6.071	22
2	20.340	51	0.330	4.363	19
3	20.940	105	0.360	4.239	37
4	22.300	17	0.420	3.983	6
5	23.140	19	0.330	3.841	7
6	24.320	283	0.360	3.657	100
7	25.680	19	0.480	3.466	7
8	29.340	53	0.330	3.042	19
9	29.660	30	0.270	3.010	10
10	32.520	124	0.390	2.751	44
11	33.320	16	0.300	2.687	6
12	36.280	14	0.300	2.474	5
13	36.640	41	0.330	2.451	15
14	43.120	18	0.420	2.096	6
15	44.480	26	0.360	2.035	9
16	46.780	28	0.330	1.940	10
17	47.500	13	0.270	1.913	5
18	47.780	13	0.330	1.902	5
19	49.880	41	0.540	1.827	15
20	50.360	27	0.300	1.810	10
21	53.500	16	0.360	1.711	5
22	53.800	22	0.300	1.703	8
23	56.520	16	0.330	1.627	6
24	57.220	23	0.240	1.609	8
25	57.480	31	0.360	1.602	11
26	58.760	17	0.360	1.570	6

**** Peak Search conditions ****

SAMPLE NAME = Sampel 4 FILE NAME = EP46100

Ka2 stripping = Execution

Step/Sampling = .02

SMOOTHING POINT = 13

Background = No reduction

THRESHOLD INTENSITY = 12 cps

THRESHOLD 2nd-deriv = 30 cps/deg²

THRESHOLD WIDTH = .11 deg

Peak search result

Intensity Unit = CPS

No.	2-THETA	INT.	WIDTH	d	1/10
1	14.660	66	0.360	6.038	24
2	20.360	35	0.450	4.358	13
3	20.890	159	0.300	4.251	59
4	24.320	135	0.210	3.657	50
5	24.520	272	0.300	3.628	100
6	24.860	18	0.240	3.579	6
7	25.640	15	0.390	3.472	5
8	29.340	46	0.270	3.042	17
9	29.640	77	0.300	3.012	28
10	31.580	32	0.330	2.831	12
11	32.460	106	0.360	2.756	39
12	33.280	52	0.300	2.690	19
13	36.300	14	0.210	2.473	5
14	36.600	68	0.300	2.453	25
15	44.520	30	0.300	2.033	11
16	46.720	17	0.270	1.943	6
17	47.800	46	0.390	1.901	17
18	49.840	26	0.270	1.828	9
19	50.260	46	0.300	1.814	17
20	53.760	12	0.270	1.704	4
21	54.620	12	0.240	1.679	4
22	55.000	23	0.270	1.668	9
23	56.580	14	0.240	1.625	5
24	57.280	53	0.570	1.607	19
25	58.900	22	0.270	1.567	8
26	59.120	11	0.210	1.561	4

*** Peak Search conditions ***

SAMPLE NAME = Sampel 5 FILE NAME = BP47100

Ka2 stripping = Execution
 Step/Sampling = .02
 SMOOTHING POINT = 45
 Background = No reduction
 THRESHOLD INTENSITY = 6 cps
 THRESHOLD 2nd-deriv = 5 cps/deg²
 THRESHOLD WIDTH = .3 deg

Peak search result
 Intensity Unit = CPS

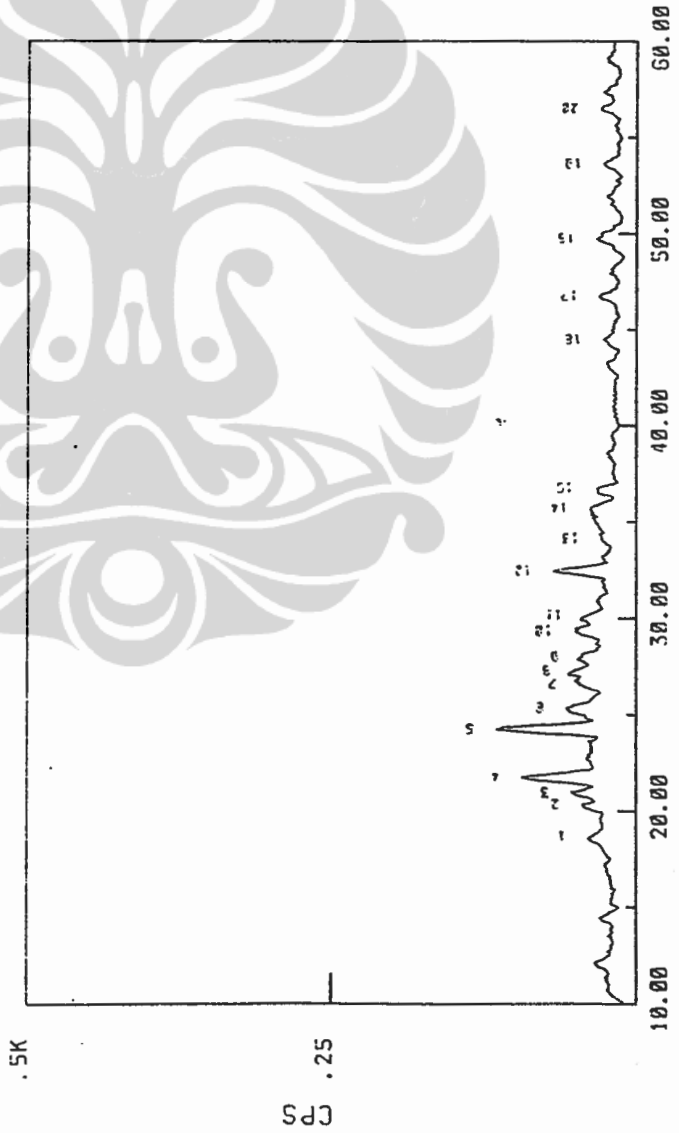
No.	2-THETA	INT.	WIDTH	d	I/I0
1	14.620	34	0.900	6.054	22
2	20.820	60	1.020	4.263	39
3	24.380	155	0.900	3.648	100
4	25.640	14	0.750	3.472	9
5	29.540	38	0.960	3.022	24
6	32.520	57	0.750	2.751	37
7	33.260	25	0.540	2.692	16
8	36.640	30	0.840	2.451	19
9	43.160	8	0.720	2.094	5
10	44.540	14	0.780	2.033	9
11	46.840	11	0.720	1.938	7
12	47.800	16	0.750	1.901	10
13	50.240	19	1.410	1.815	12
14	53.740	13	0.690	1.704	8
15	55.120	9	0.630	1.665	6
16	57.420	31	0.870	1.604	20
17	58.940	11	0.780	1.566	7

SAMPLE NAME: LTAP B
 TARGET : Cu
 VOL and CUR : 40KV 30mA
 SLITS : DS 1 RS .3 SS 1
 SCAN SPEED : 5 DEG/MIN.
 STEP/SAMPL.: .02 DEG
 PRESET TIME : 0 SEC
 FILE NAME : BP12100
 OPERATOR : Satoto
 COMMENT :

DATE: 06.04.13

SMOOTHING NO.: 45
 THRESH. INTEN.: 14 CPS
 2nd DERIV.: 4 CPS/(DEGxDEG)
 WIDTH: .15 DEG
 B.G. REDUCTION: NO EXECUTION
 OUTPUT FILE : BP12P1

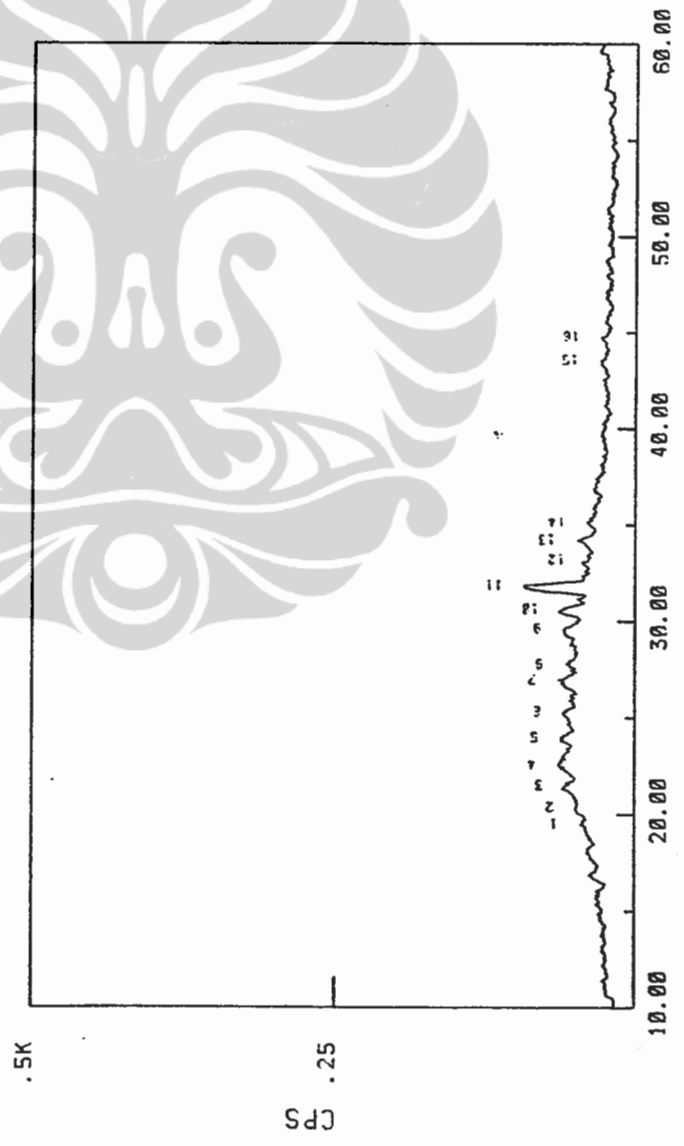
Sample Name : LTAP B



No.	2θ	INTEN.	WIDTH	I/I0
1	13.98	150	1.81	0.14
2	15.62	150	1.77	0.14
3	17.00	150	1.80	0.14
4	18.47	150	1.77	0.14
5	20.00	150	1.80	0.14
6	21.50	150	1.77	0.14
7	23.00	150	1.80	0.14
8	24.50	150	1.77	0.14
9	26.00	150	1.80	0.14
10	27.50	150	1.77	0.14
11	29.00	150	1.80	0.14
12	30.50	150	1.77	0.14
13	32.00	150	1.80	0.14
14	33.50	150	1.77	0.14
15	35.00	150	1.80	0.14
16	36.50	150	1.77	0.14
17	38.00	150	1.80	0.14
18	39.50	150	1.77	0.14
19	41.00	150	1.80	0.14
20	42.50	150	1.77	0.14
21	44.00	150	1.80	0.14
22	45.50	150	1.77	0.14
23	47.00	150	1.80	0.14
24	48.50	150	1.77	0.14
25	50.00	150	1.80	0.14
26	51.50	150	1.77	0.14
27	53.00	150	1.80	0.14
28	54.50	150	1.77	0.14
29	56.00	150	1.80	0.14
30	57.50	150	1.77	0.14
31	59.00	150	1.80	0.14
32	60.50	150	1.77	0.14

SAMPLE NAME: LTAP A
 TARGET : Cu
 VOL and CUR: 40KV 30mA
 SLITS : DS 1 RS .3 SS 1
 SCAN SPEED: 5 DEG/MIN.
 STEP/SAMPL.: .02 DEG
 PRESET TIME: 0 SEC
 FILE NAME : BP11100
 OPERATOR : Satoto
 COMMENT :
 DATE: 06.04.13
 SMOOTHING NO.: 45
 THRESH. INTEN.: 11 CPS
 2nd DERIV.: 4 CPS/(DEGxDEG)
 WIDTH: .15 DEG
 B.G. REDUCTION: NO EXECUTION
 OUTPUT FILE : BP11P1
 No. 0111100
 Peak
 INTEN.
 19.1 20.4 21.6 22.8 24.0 25.2 26.4 27.6 28.8 30.0 31.2 32.4 33.6 34.8 36.0 37.2 38.4 39.6 40.8 42.0 43.2 44.4 45.6 46.8 48.0 49.2 50.4 51.6 52.8 54.0 55.2 56.4 57.6 58.8 60.0
 122 124 126 128 130 132 134 136 138 140 142 144 146 148 150 152 154 156 158 160 162 164 166 168 170 172 174 176 178 180 182 184 186 188 190 192 194 196 198 200 202 204 206 208 210 212 214 216 218 220 222 224 226 228 230 232 234 236 238 240 242 244 246 248 250 252 254 256 258 260 262 264 266 268 270 272 274 276 278 280 282 284 286 288 290 292 294 296 298 300 302 304 306 308 310 312 314 316 318 320 322 324 326 328 330 332 334 336 338 340 342 344 346 348 350 352 354 356 358 360 362 364 366 368 370 372 374 376 378 380 382 384 386 388 390 392 394 396 398 400 402 404 406 408 410 412 414 416 418 420 422 424 426 428 430 432 434 436 438 440 442 444 446 448 450 452 454 456 458 460 462 464 466 468 470 472 474 476 478 480 482 484 486 488 490 492 494 496 498 500 502 504 506 508 510 512 514 516 518 520 522 524 526 528 530 532 534 536 538 540 542 544 546 548 550 552 554 556 558 560 562 564 566 568 570 572 574 576 578 580 582 584 586 588 590 592 594 596 598 600
 122 124 126 128 130 132 134 136 138 140 142 144 146 148 150 152 154 156 158 160 162 164 166 168 170 172 174 176 178 180 182 184 186 188 190 192 194 196 198 200 202 204 206 208 210 212 214 216 218 220 222 224 226 228 230 232 234 236 238 240 242 244 246 248 250 252 254 256 258 260 262 264 266 268 270 272 274 276 278 280 282 284 286 288 290 292 294 296 298 300 302 304 306 308 310 312 314 316 318 320 322 324 326 328 330 332 334 336 338 340 342 344 346 348 350 352 354 356 358 360 362 364 366 368 370 372 374 376 378 380 382 384 386 388 390 392 394 396 398 400 402 404 406 408 410 412 414 416 418 420 422 424 426 428 430 432 434 436 438 440 442 444 446 448 450 452 454 456 458 460 462 464 466 468 470 472 474 476 478 480 482 484 486 488 490 492 494 496 498 500 502 504 506 508 510 512 514 516 518 520 522 524 526 528 530 532 534 536 538 540 542 544 546 548 550 552 554 556 558 560 562 564 566 568 570 572 574 576 578 580 582 584 586 588 590 592 594 596 598 600

Sample Name : LTAP A

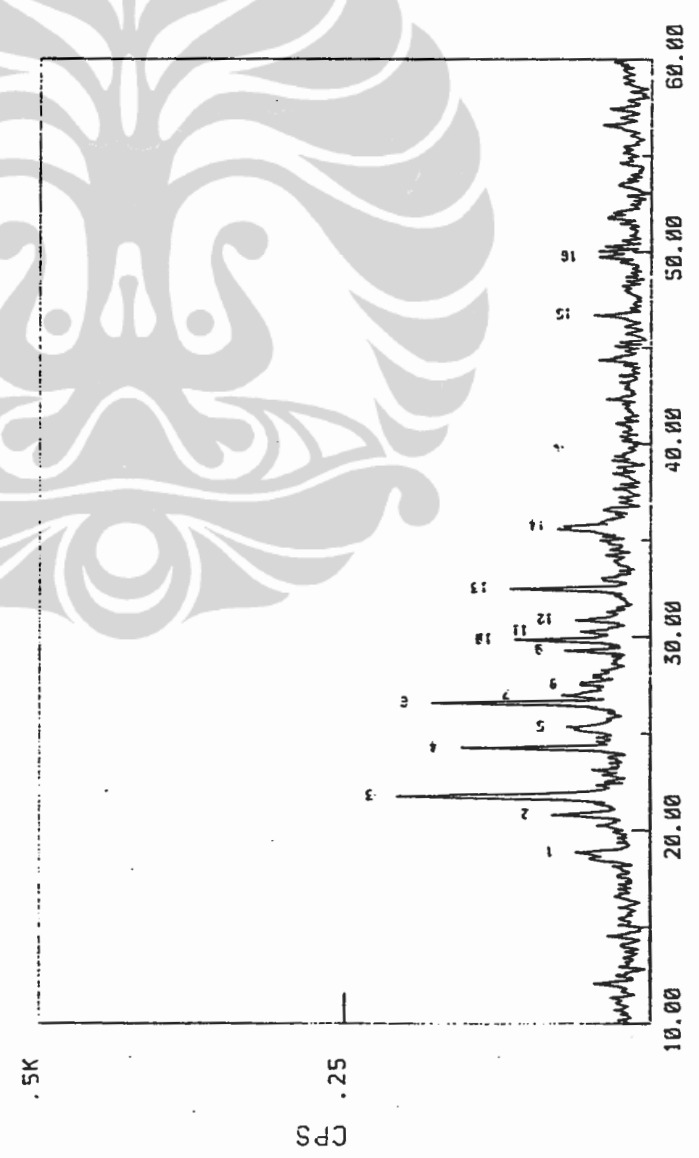


SAMPLE NAME: LTAP C
 TARGET : Cu
 VOL and CUR : 40KV 30mA
 SLITS : DS 1 RS .3 SS 1
 SCAN SPEED: 5 DEG/MIN.
 STEP/SAMPL.: .02 DEG
 PRESET TIME: 0 SEC
 FILE NAME : BP13100
 OPERATOR : Satoto
 COMMENT :

DATE: 06.04.13

SMOOTHING NO.: 13
 THRESH. INTEN.: 33 CPS
 2nd DERIV.: 2036 CPS/(DEGxDEG)
 WIDTH: .14 DEG
 B.G. REDUCTION: NO EXECUTION
 OUTPUT FILE : BP13P1

Sample Name : LTAP C



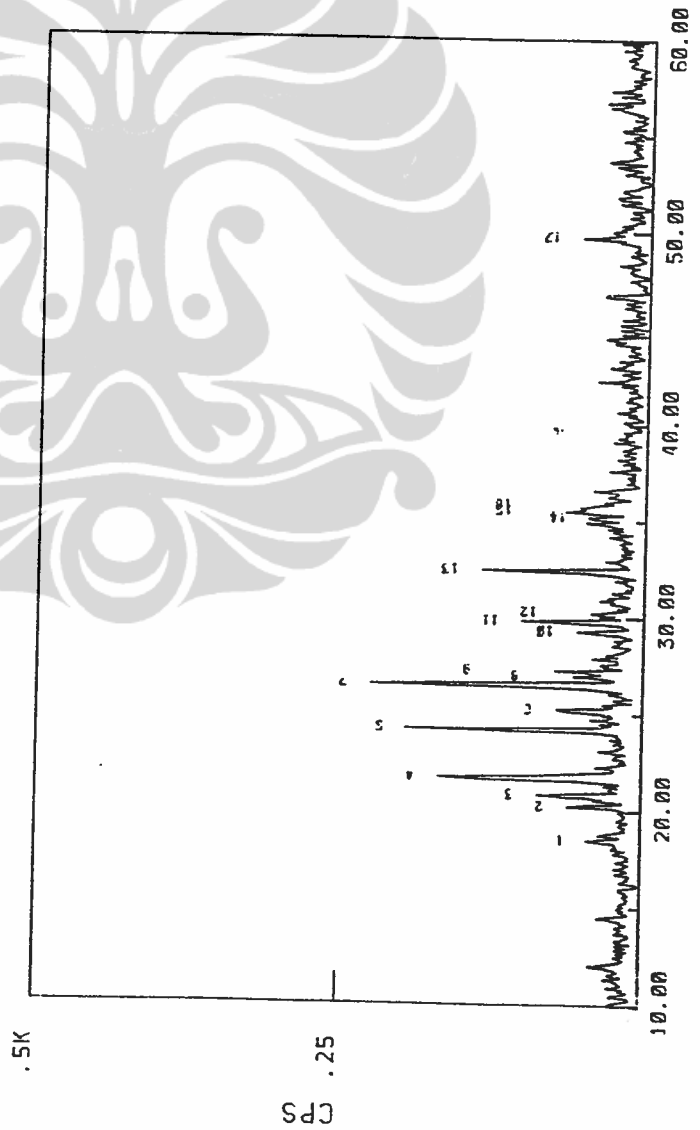
No. 1
 2
 3
 4
 5
 6
 7
 8
 9
 10
 11
 12
 13
 14
 15
 16
 17
 18
 19
 20
 21
 22
 23
 24
 25
 26
 27
 28
 29
 30
 31
 32
 33
 34
 35
 36
 37
 38
 39
 40
 41
 42
 43
 44
 45
 46
 47
 48
 49
 50
 51
 52
 53
 54
 55
 56
 57
 58
 59
 60
 61
 62
 63
 64
 65
 66
 67
 68
 69
 70
 71
 72
 73
 74
 75
 76
 77
 78
 79
 80
 81
 82
 83
 84
 85
 86
 87
 88
 89
 90
 91
 92
 93
 94
 95
 96
 97
 98
 99
 100

SAMPLE NAME: LTAP D
 TARGET : Cu
 VOL and CUR: 40KV 30mA
 SLITS : DS 1 RS .3 SS 1
 SCAN SPEED: 5 DEG/MIN.
 STEP/SAMPL: .02 DEG
 PRESET TIME: 0 SEC
 FILE NAME : BP14100
 OPERATOR : Snioto
 COMMENT :

DATE: 06.04.13

SMOOTHING NO.: 11
 THRESH. INTEN.: 34 CPS
 2nd DERIV.: 39 CPS/(DEGxDEG)
 WIDTH: .14 DEG
 B.G. REDUCTION: NO EXECUTION
 OUTPUT FILE : BP14P1

Sample Name : LTAP D



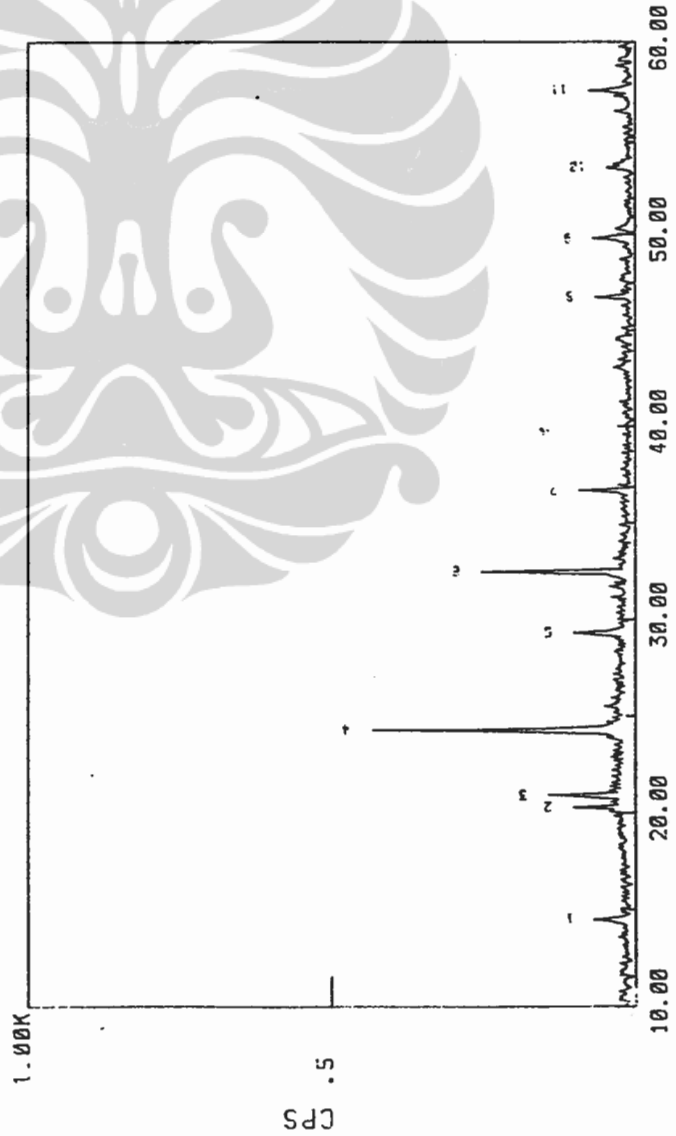
No.	Area	Height	Width	Inten
1	197	1.6	0.3	1
2	197	1.6	0.3	2
3	197	1.6	0.3	1
4	197	1.6	0.3	1
5	197	1.6	0.3	1
6	197	1.6	0.3	1
7	197	1.6	0.3	1
8	197	1.6	0.3	1
9	197	1.6	0.3	1
10	197	1.6	0.3	1
11	197	1.6	0.3	1
12	197	1.6	0.3	1
13	197	1.6	0.3	1
14	197	1.6	0.3	1
15	197	1.6	0.3	1

SAMPLE NAME: LTAP E
 TARGET : Cu
 VOL and CUR: 40KV 30mA
 SLITS : DS 1 RS .3 SS 1
 SCAN SPEED: 5 DEG/MIN.
 STEP/SAMPL: .02 DEG
 PRESET TIME: 0 SEC
 FILE NAME :BP15100
 OPERATOR : Satoto
 COMMENT :

DATE: 06.04.13
 SMOOTHING NO.: 11
 THRESH. INTEN.: 36 CPS
 2nd DERIV.: 39 CPS/(DEGxDEG)
 WIDTH: 14 DEG
 B.G. REDUCTION: NO EXECUTION
 OUTPUT FILE :BP15P1

No.	T	I	a	INTEN.	WIDTH	I/I0
1	21	19	1	14	2	1
2	20	38	1	13	2	1
3	20	38	1	14	2	1
4	20	38	1	13	2	1
5	20	38	1	14	2	1
6	20	38	1	13	2	1
7	20	38	1	14	2	1
8	20	38	1	13	2	1
9	20	38	1	14	2	1
10	20	38	1	13	2	1
11	20	38	1	14	2	1

Sample Name : LTAP E

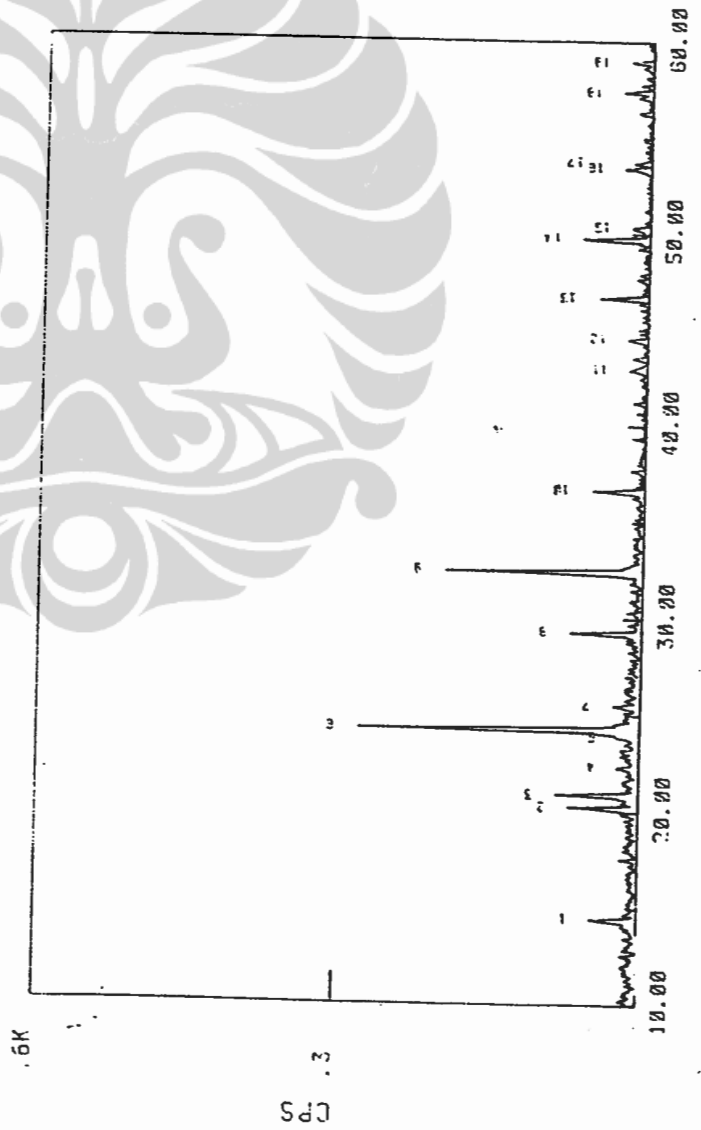


SAMPLE NAME: Sampel 1
 TARGET : Cu
 VOL and CUR: 40KV 30mA
 SLITS : DS 1 RS 3 SS 1
 SCAN SPEED: 5 DEG/MIN.
 STEP/SAMPL: .02 DEG
 PRESET TIME: 0 SEC
 FILE NAME : BP43100
 OPERATOR : SATOTO
 COMMENT :

No. 2-

DATE: 08.01.16
 SMOOTHING NO.: 13
 THRESH. INTEN.: 17 CPS
 2nd DERIV.: 30 CPS/(DEG*DEG)
 WIDTH: .11 DEG
 B.G. REDUCTION: NO EXECUTION
 OUTPUT FILE :

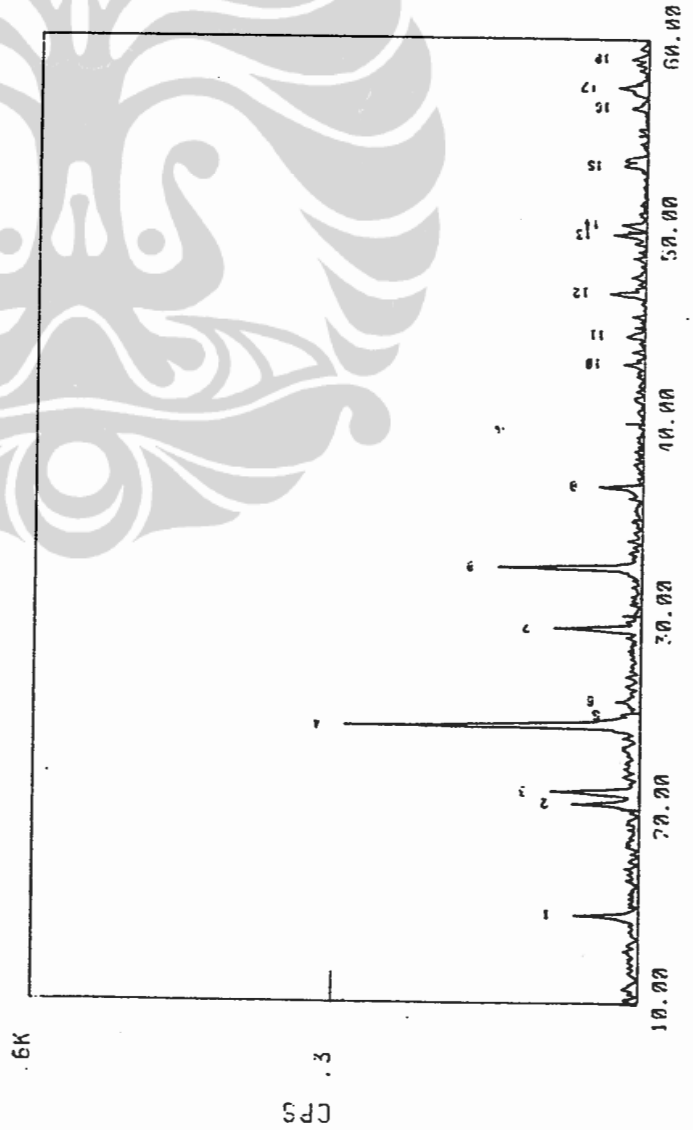
Sample Name : Sampel 1



SAMPLE NAME: Sampol 2
 TARGET : Cu
 VOL and CUR: 40KV 30mA
 SLITS : 05 1 RS 3 SS 1
 SCAN SPEED: 5 DEG/MIN.
 STEP/SAMPL : .02 DEG
 PRESET TIME: 0 SEC
 FILE NAME : 6P44100
 OPERATOR : SHIOTO
 COMMENT :

DATE: 08.01.16
 SMOOTHING NO.: 15
 THRESH. INTEN.: 15 CPS
 2nd DERIV.: 32 CPS/(DEGxDEG)
 WIDTH: .12 DEG
 R.G. REDUCTION: NO EXECUTION
 OUTPUT FILE :

Sample Name : Sampol 2

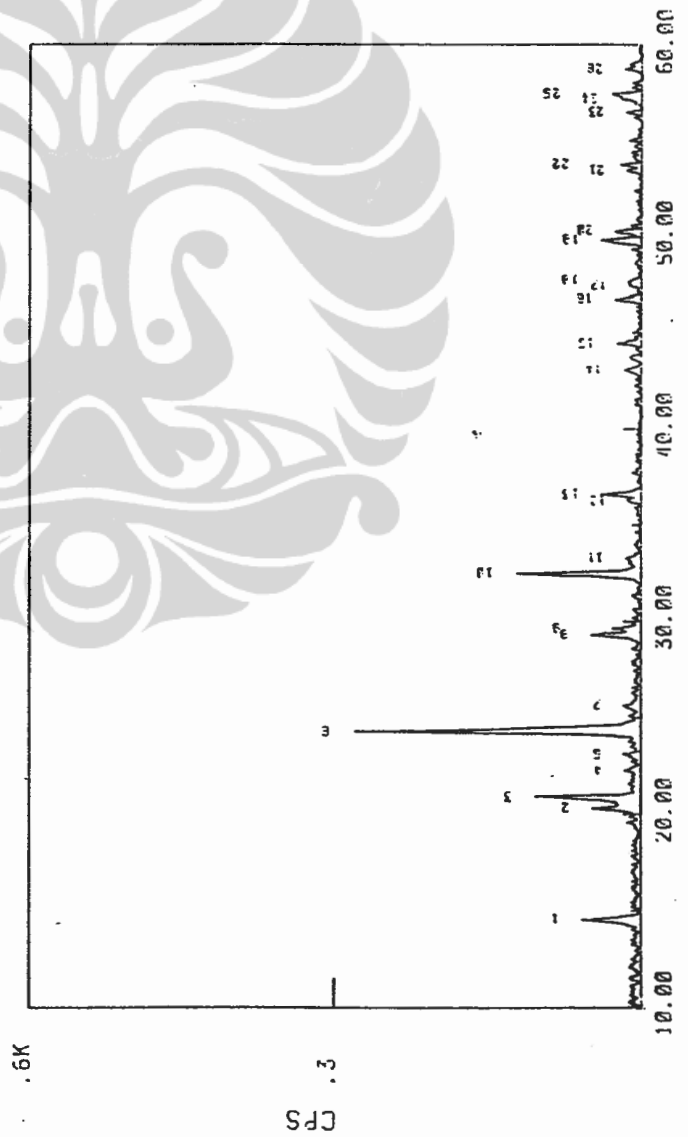


SAMPLE NAME: Sample 3
 TARGET : Cu
 VOL and CUR: 40KV 30mA
 SLITS : DS 1 RS .3 SS 1
 SCAN SPEED: 5 DEG/MIN.
 STEP/SAMPL.: .02 DEG
 PRESET TIME: 0 SEC
 FILE NAME :BP45100
 OPERATOR :SATOTO
 COMMENT :

No. 2-

DATE: 08.01.17
 SMOOTHING NO.: 15
 THRESH. INTEN.: 11 CPS
 2nd DEPTH.: 32 CPS/(DEGxDEG)
 WIDTH: .12 DEG
 B.G. REDUCTION: NO EXECUTION
 OUTPUT FILE :

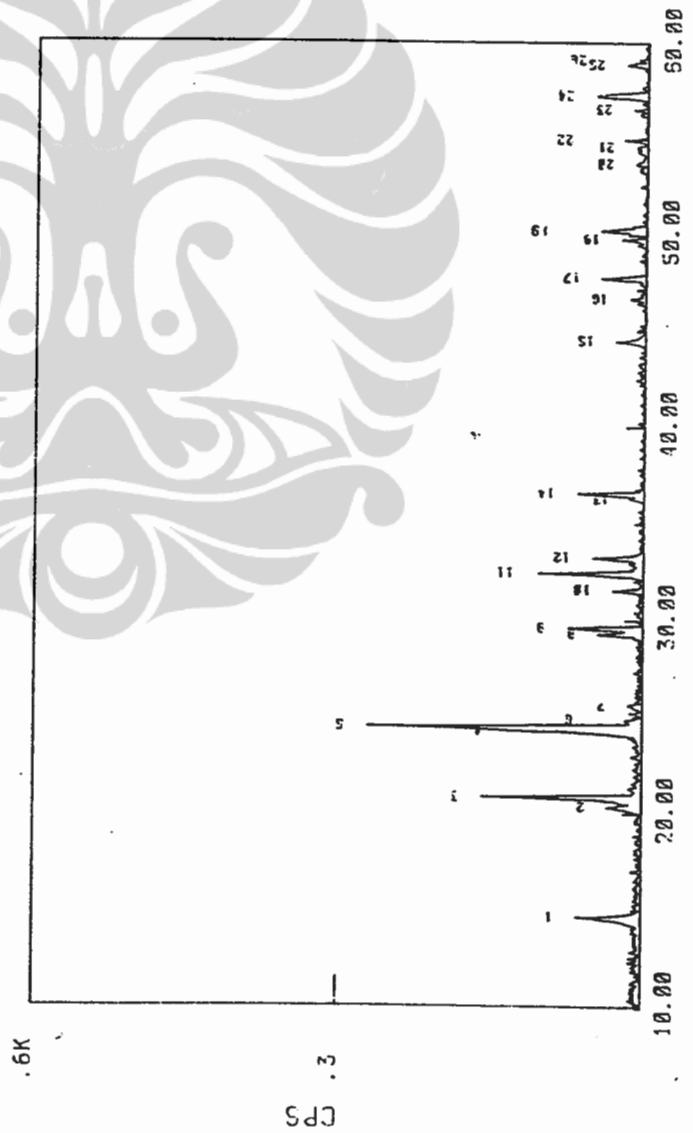
Sample Name : Sample 3



SAMPLE NAME: Sampul 4
 TARGET : Cu
 VOL and CUR: 40KV 30mA
 SLITS : DS 1 RS 3 SS 1
 SCAN SPEED: 5 DEG/MIN.
 STEP/SAMPL: .02 DEG
 PRESET TIME: 0 SEC
 FILE NAME :BP46100
 OPERATOR :SHIOTO
 COMMENT :

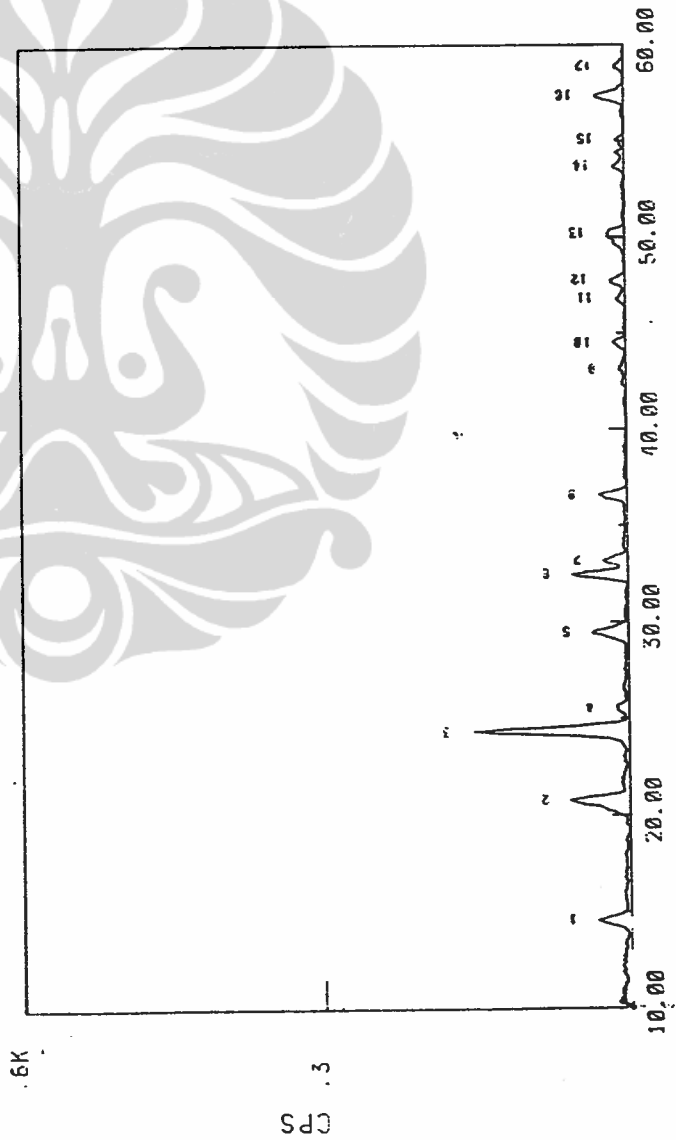
DATE: 08.01.17
 SMOOTHING NO.: 13
 THRESH. INTEN.: 12 CPS
 2nd DEVRT.: 30 CPS/10DEG/DEG
 WIDTH: .11 DEG
 B.G. REDUCTION: NO EXECUTION
 OUTPUT FILE :

Sample Name : Sampul 4



SAMPLE NAME: Sample 5
 TARGET : Cu
 VOL and CUR: 40KV 30mA
 SLITS : DS 1 RS .5 SS 1
 SCAN SPEED: 5 DEG/MIN.
 STEP/SAMPL: .02 DFG
 PRESET TIME: 0 SEC
 FILE NAME :BP47100
 OPERATOR :SATOTO
 COMMENT :
 DATE: 08.01.17
 SMOOTHING NO.: 45
 THRESH. INTEN.: 6 CPS
 2nd DERIV.: 5 CPS/(DEGxDEG)
 WIDTH: .3 DEG
 B.G. REDUCTION: NO EXECUTION
 OUTPUT FILE :

Sample Name : Sample 5



Sample identification: 0158
Data measured at: 27-Feb-2008 16:44:00

Diffraction type: PW1710 BASED
Tube anode: Cu
Generator tension [kV]: 40
Generator current [mA]: 30
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
Divergence slit: AUTOMATIC
Irradiated length [mm]: 12
Receiving slit: 0.2
Monochromator used: YES

Start angle [$^{\circ}2\theta$]: 5.010
End angle [$^{\circ}2\theta$]: 79.990
Step size [$^{\circ}2\theta$]: 0.020
Maximum intensity: 2007.040
Time per step [s]: 1.000
Type of scan: CONTINUOUS
Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00
Maximum peak tip width: 1.00
Peak base width: 2.00
Minimum significance: 0.75
Number of peaks: 44

Angle [$^{\circ}2\theta$]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [$^{\circ}2\theta$]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
14.575	6.0725	6.0876	0.080	346	106	17.2	1.33
20.365	4.3572	4.3680	0.120	350	83	17.4	3.29
20.965	4.2338	4.2443	0.100	858	79	42.8	6.00
22.295	3.9842	3.9941	0.100	121	74	6.0	0.99
23.140	3.8406	3.8501	0.120	90	71	4.5	0.92
24.345	3.6531	3.6622	0.140	2007	67	100.0	14.43
25.600	3.4768	3.4854	0.120	164	62	8.2	2.00
26.635	3.3440	3.3523	0.080	96	59	4.8	0.94
27.435	3.2483	3.2564	0.320	35	58	1.7	1.11
29.375	3.0380	3.0456	0.160	317	53	15.8	7.94
32.525	2.7506	2.7575	0.180	795	45	39.6	17.97
33.890	2.6429	2.6495	0.200	40	41	2.0	0.91
35.150	2.5510	2.5573	0.120	74	38	3.7	1.09
36.690	2.4474	2.4535	0.100	272	36	13.6	3.20
37.820	2.3768	2.3827	0.200	29	32	1.5	0.93
41.430	2.1777	2.1831	0.320	14	28	0.7	1.08
43.370	2.0846	2.0898	0.140	71	27	3.5	0.98
44.555	2.0319	2.0370	0.240	66	26	3.3	4.28
46.810	1.9391	1.9440	0.160	125	25	6.2	4.06
47.685	1.9056	1.9103	0.160	53	25	2.7	1.41
49.865	1.8273	1.8318	0.100	154	24	7.7	1.62
50.385	1.8096	1.8141	0.120	83	23	4.1	1.25

=====

Philips Analytical X-Ray B.V.

Department of Metallurgy UI

Angle [2θ]	d-value a_1 [Å]	d-value a_2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
52.575	1.7393	1.7436	0.400	17	22	0.8	1.86
53.520	1.7108	1.7150	0.120	56	22	2.8	1.83
53.770	1.7034	1.7076	0.120	76	22	3.8	0.99
56.460	1.6285	1.6325	0.200	48	21	2.4	1.95
57.490	1.6017	1.6057	0.140	169	21	8.4	2.70
58.985	1.5646	1.5685	0.160	52	20	2.6	1.39
61.020	1.5172	1.5210	0.320	45	19	2.2	4.36
62.460	1.4857	1.4894	0.120	37	19	1.9	1.07
63.420	1.4655	1.4691	0.160	55	19	2.7	0.90
65.285	1.4280	1.4316	0.240	28	18	1.4	2.89
66.070	1.4130	1.4165	0.120	46	18	2.3	1.23
66.740	1.4004	1.4039	0.240	24	18	1.2	1.69
67.570	1.3852	1.3886	0.160	16	18	0.8	0.96
68.410	1.3702	1.3736	0.560	29	18	1.5	3.57
69.485	1.3516	1.3550	0.240	27	18	1.3	1.55
70.735	1.3308	1.3341	0.320	17	18	0.8	0.81
71.615	1.3166	1.3198	0.160	29	17	1.5	0.80
73.980	1.2802	1.2834	0.080	42	17	2.1	0.76
75.255	1.2617	1.2648	0.120	21	16	1.1	1.26
77.415	1.2318	1.2348	0.320	14	16	0.7	0.78
78.020	1.2237	1.2268	0.080	40	16	2.0	0.78
78.805	1.2135	1.2165	0.120	23	16	1.1	1.03

Sample identification: 0158

Data measured at: 28-Feb-2008 8:44:00

Diffractometer type: PW1710 BASED

Tube anode: Cu

Generator tension [kV]: 40

Generator current [mA]: 30

Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056

Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439

Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500

Divergence slit: AUTOMATIC

Irradiated length [mm]: 12

Receiving slit: 0.2

Monochromator used: YES

Start angle [2θ]: 5.010End angle [2θ]: 79.990Step size [2θ]: 0.020

Maximum intensity: 2171.560

Time per step [s]: 1.000

Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00

Maximum peak tip width: 1.00

Peak base width: 2.00

Minimum significance: 0.75

Number of peaks: 52

Angle [2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
6.130	14.4062	14.4420	0.800	29	292	1.3	0.87
14.645	6.0436	6.0586	0.120	445	106	20.5	2.84
20.415	4.3466	4.3574	0.120	449	72	20.7	4.55
21.000	4.2268	4.2373	0.160	967	69	44.5	12.36
22.410	3.9640	3.9738	0.120	62	64	2.9	1.34
23.270	3.8194	3.8289	0.200	45	61	2.1	1.12
24.385	3.6472	3.6563	0.140	2172	56	100.0	15.80
24.625	3.6122	3.6212	0.080	708	56	32.6	0.82
25.630	3.4728	3.4814	0.100	142	53	6.5	1.76
27.475	3.2436	3.2517	0.120	41	49	1.9	1.41
29.395	3.0360	3.0435	0.160	437	45	20.1	9.27
29.715	3.0040	3.0115	0.100	231	44	10.6	1.73
32.535	2.7498	2.7566	0.200	986	40	45.4	27.87
33.310	2.6876	2.6943	0.120	161	37	7.4	2.31
33.990	2.6353	2.6419	0.200	28	36	1.3	1.17
36.735	2.4445	2.4506	0.140	317	32	14.6	4.39
41.350	2.1817	2.1871	0.240	26	24	1.2	2.25
43.150	2.0948	2.1000	0.140	71	23	3.2	2.38
43.780	2.0661	2.0712	0.160	34	23	1.5	0.82
44.550	2.0321	2.0372	0.080	92	22	4.2	1.23
45.305	2.0000	2.0050	0.240	15	22	0.7	0.93
46.805	1.9393	1.9442	0.100	130	21	6.0	1.86

Philips Analytical X-Ray B.V.

Department of Metallurgy UI

Angle [$^{\circ}2\theta$]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [$^{\circ}2\theta$]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
47.820	1.9005	1.9052	0.080	112	21	5.2	0.92
48.680	1.8689	1.8736	0.240	14	20	0.7	1.10
49.885	1.8266	1.8311	0.080	199	20	9.2	1.04
50.370	1.8101	1.8146	0.100	128	20	5.9	1.33
52.720	1.7348	1.7391	0.120	15	19	0.7	0.95
53.580	1.7090	1.7132	0.080	67	18	3.1	1.36
53.890	1.6999	1.7041	0.200	74	18	3.4	1.75
54.530	1.6814	1.6856	0.160	37	18	1.7	4.39
55.130	1.6646	1.6687	0.280	29	18	1.3	2.76
56.470	1.6282	1.6322	0.100	50	18	2.3	1.10
57.270	1.6073	1.6113	0.160	119	18	5.5	1.28
57.500	1.6015	1.6054	0.120	210	18	9.7	2.51
59.055	1.5629	1.5668	0.080	79	17	3.6	1.20
60.935	1.5191	1.5229	0.160	49	17	2.3	0.92
62.530	1.4842	1.4879	0.160	55	16	2.5	1.30
63.495	1.4639	1.4676	0.120	72	16	3.3	4.02
63.930	1.4550	1.4586	0.240	46	16	2.1	0.84
65.435	1.4251	1.4287	0.320	35	16	1.6	3.31
65.875	1.4167	1.4202	0.160	53	15	2.5	1.19
66.105	1.4123	1.4158	0.120	52	15	2.4	1.07
66.785	1.3996	1.4030	0.240	24	15	1.1	0.77
68.580	1.3672	1.3706	0.240	27	15	1.2	0.85
69.445	1.3523	1.3557	0.240	24	15	1.1	0.75
69.965	1.3435	1.3469	0.120	25	14	1.2	1.28
71.655	1.3159	1.3192	0.120	49	14	2.3	1.55
73.895	1.2815	1.2847	0.100	52	14	2.4	1.14
75.355	1.2602	1.2634	0.320	24	14	1.1	1.92
77.340	1.2328	1.2358	0.320	15	14	0.7	1.02
78.060	1.2232	1.2262	0.240	40	14	1.8	2.89
78.845	1.2130	1.2160	0.120	23	14	1.1	1.35

Philips Analytical X-Ray B.V.

Department of Metallurgy UI

Sample identification: 0158

Data measured at: 27-Feb-2008 14:42:00

Diffractometer type: PW1710 BASED

Tube anode: Cu

Generator tension [kV]: 40

Generator current [mA]: 30

Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056

Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439

Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500

Divergence slit: AUTOMATIC

Irradiated length [mm]: 12

Receiving slit: 0.2

Monochromator used: YES

Start angle [$^{\circ}2\theta$]: 5.010End angle [$^{\circ}2\theta$]: 79.990Step size [$^{\circ}2\theta$]: 0.020

Maximum intensity: 1962.490

Time per step [s]: 1.000

Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00

Maximum peak tip width: 1.00

Peak base width: 2.00

Minimum significance: 0.75

Number of peaks: 47

Angle [$^{\circ}2\theta$]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [$^{\circ}2\theta$]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
14.595	6.0642	6.0793	0.100	339	100	17.3	2.05
20.370	4.3561	4.3670	0.120	392	79	20.0	3.72
20.975	4.2318	4.2423	0.100	818	77	41.7	4.75
22.380	3.9692	3.9791	0.200	69	71	3.5	1.19
23.165	3.8365	3.8460	0.400	77	69	3.9	2.87
24.355	3.6516	3.6607	0.120	1962	64	100.0	9.39
25.650	3.4701	3.4788	0.100	161	61	8.2	0.86
26.690	3.3372	3.3455	0.120	72	56	3.7	2.78
27.490	3.2419	3.2500	0.160	31	55	1.6	1.32
29.395	3.0360	3.0435	0.100	416	49	21.2	3.15
29.690	3.0065	3.0140	0.120	117	48	5.9	0.80
32.540	2.7494	2.7562	0.180	841	42	42.9	19.70
33.335	2.6856	2.6923	0.140	108	41	5.5	1.80
33.925	2.6402	2.6468	0.400	30	40	1.5	1.75
35.195	2.5478	2.5542	0.200	40	37	2.0	1.79
36.715	2.4458	2.4518	0.120	299	35	15.3	3.73
37.895	2.3723	2.3782	0.240	20	34	1.0	0.85
41.335	2.1824	2.1879	0.200	16	27	0.8	0.92
43.160	2.0943	2.0995	0.120	72	26	3.7	3.63
43.800	2.0652	2.0703	0.120	35	27	1.8	1.33
44.605	2.0297	2.0348	0.280	86	26	4.4	6.98
46.835	1.9382	1.9430	0.080	123	25	6.3	0.85

Angle [°2 θ]	d-value α 1 [Å]	d-value α 2 [Å]	Peak width [°2 θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
47.710	1.9046	1.9094	0.160	67	25	3.4	1.08
49.410	1.8430	1.8476	0.240	21	24	1.1	1.22
49.820	1.8288	1.8333	0.100	159	24	8.1	2.09
50.410	1.8088	1.8133	0.080	112	23	5.7	0.82
52.580	1.7391	1.7434	0.160	19	22	1.0	0.98
53.535	1.7103	1.7146	0.160	56	22	2.9	2.08
53.835	1.7015	1.7057	0.200	81	22	4.1	1.94
55.085	1.6658	1.6699	0.480	21	21	1.1	1.54
56.490	1.6277	1.6317	0.080	55	21	2.8	0.92
57.495	1.6016	1.6056	0.100	188	21	9.6	1.42
58.980	1.5647	1.5686	0.160	56	20	2.9	1.46
60.925	1.5194	1.5231	0.160	36	19	1.8	0.89
62.510	1.4846	1.4883	0.160	46	19	2.4	1.40
63.435	1.4652	1.4688	0.120	53	19	2.7	1.37
65.305	1.4277	1.4312	0.280	36	18	1.8	3.00
65.880	1.4166	1.4201	0.160	44	18	2.2	0.96
66.085	1.4127	1.4162	0.120	46	18	2.4	0.88
66.715	1.4009	1.4043	0.160	29	18	1.5	1.07
68.530	1.3681	1.3715	0.480	24	18	1.2	3.02
69.590	1.3499	1.3532	0.360	22	18	1.1	3.30
71.690	1.3154	1.3187	0.160	37	18	1.9	1.84
73.870	1.2819	1.2850	0.280	37	17	1.9	4.64
75.270	1.2615	1.2646	0.160	22	17	1.1	0.87
77.265	1.2338	1.2369	0.320	13	19	0.7	1.02
78.035	1.2235	1.2266	0.160	37	22	1.9	1.49

Sample identification: 0158

Data measured at: 27-Feb-2008 13:04:00

Diffractometer type: PW1710 BASED

Tube anode: Cu

Generator tension [kV]: 40

Generator current [mA]: 30

Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056

Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439

Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500

Divergence slit: AUTOMATIC

Irradiated length [mm]: 12

Receiving slit: 0.2

Monochromator used: YES

Start angle [$^{\circ}2\theta$]: 5.010End angle [$^{\circ}2\theta$]: 79.990Step size [$^{\circ}2\theta$]: 0.020

Maximum intensity: 2034.010

Time per step [s]: 1.000

Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00

Maximum peak tip width: 1.00

Peak base width: 2.00

Minimum significance: 0.75

Number of peaks: 54

Angle [$^{\circ}2\theta$]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [$^{\circ}2\theta$]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
5.860	15.0693	15.1068	0.960	36	269	1.8	1.72
14.590	6.0663	6.0813	0.080	346	102	17.0	1.17
20.375	4.3551	4.3659	0.100	437	79	21.5	3.15
20.965	4.2338	4.2443	0.120	900	77	44.2	7.30
22.335	3.9771	3.9870	0.160	90	71	4.4	0.80
23.180	3.8340	3.8435	0.160	104	67	5.1	1.09
24.360	3.6509	3.6600	0.120	2034	64	100.0	11.37
24.565	3.6209	3.6299	0.080	807	62	39.7	1.34
25.640	3.4715	3.4801	0.060	174	59	8.6	1.35
26.675	3.3391	3.3474	0.120	62	55	3.1	2.01
27.430	3.2489	3.2569	0.160	35	53	1.7	0.89
29.385	3.0370	3.0446	0.160	396	48	19.5	8.32
29.735	3.0021	3.0095	0.120	132	46	6.5	1.41
31.015	2.8810	2.8882	0.240	14	44	0.7	1.10
32.535	2.7498	2.7566	0.140	918	41	45.1	11.15
33.280	2.6899	2.6966	0.060	137	40	6.7	1.57
33.940	2.6391	2.6457	0.400	41	37	2.0	1.92
35.155	2.5506	2.5570	0.160	44	35	2.1	0.83
36.710	2.4461	2.4522	0.160	296	32	14.5	7.04
37.805	2.3777	2.3836	0.200	20	31	1.0	1.14
41.400	2.1792	2.1846	0.120	22	26	1.1	0.88
43.150	2.0948	2.1000	0.200	72	25	3.6	2.15

Angle [°2 θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2 θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
43.830	2.0638	2.0689	0.160	32	25	1.6	0.78
44.635	2.0284	2.0335	0.100	96	25	4.7	1.13
45.340	1.9985	2.0035	0.200	10	24	0.5	0.75
46.790	1.9399	1.9447	0.060	112	24	5.5	1.78
47.750	1.9031	1.9079	0.120	88	23	4.3	1.09
49.415	1.8428	1.8474	0.120	32	22	1.6	1.12
49.830	1.8285	1.8330	0.120	139	22	6.8	2.63
50.445	1.8076	1.8121	0.240	106	22	5.2	4.36
52.250	1.7493	1.7537	0.060	10	21	0.5	0.78
52.600	1.7385	1.7428	0.120	22	21	1.1	0.89
53.550	1.7099	1.7141	0.160	55	21	2.7	1.04
53.815	1.7021	1.7063	0.120	83	20	4.1	0.78
55.085	1.6658	1.6699	0.320	26	20	1.3	0.87
56.470	1.6282	1.6322	0.160	50	19	2.5	1.35
57.500	1.6015	1.6054	0.080	204	19	10.1	1.38
59.035	1.5634	1.5673	0.080	72	19	3.6	0.90
60.900	1.5199	1.5237	0.360	36	18	1.8	5.19
62.515	1.4845	1.4882	0.160	46	18	2.3	1.12
63.490	1.4640	1.4677	0.280	64	18	3.1	3.86
65.300	1.4278	1.4313	0.200	37	18	1.8	1.17
65.865	1.4169	1.4204	0.060	62	17	3.1	1.04
66.065	1.4131	1.4166	0.120	49	17	2.4	0.76
66.840	1.3985	1.4020	0.240	19	17	1.0	1.31
68.475	1.3691	1.3725	0.400	26	17	1.3	1.91
69.420	1.3527	1.3561	0.240	24	17	1.2	2.08
70.025	1.3425	1.3459	0.240	20	16	1.0	1.31
71.630	1.3163	1.3196	0.160	38	16	1.9	1.02
73.870	1.2819	1.2850	0.100	50	15	2.5	0.82
75.285	1.2612	1.2644	0.160	26	15	1.3	0.85
77.355	1.2326	1.2356	0.320	15	15	0.7	1.08
78.070	1.2231	1.2261	0.120	40	15	2.0	1.76
78.830	1.2132	1.2162	0.160	19	14	1.0	1.07

Sample identification: 0158

Data measured at: 27-Feb-2008 9:53:00

Diffractometer type: PW1710 BASED

Tube anode: Cu

Generator tension [kV]: 40

Generator current [mA]: 30

Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056

Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439

Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500

Divergence slit: AUTOMATIC

Irradiated length [mm]: 12

Receiving slit: 0.2

Monochromator used: YES

Start angle [2θ]: 5.010End angle [2θ]: 79.990Step size [2θ]: 0.020

Maximum intensity: 1780.840

Time per step [s]: 1.000

Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00

Maximum peak tip width: 1.00

Peak base width: 2.00

Minimum significance: 0.75

Number of peaks: 57

Angle [2θ]	d-value a_1 [Å]	d-value a_2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
9.950	8.8823	8.9044	0.200	31	164	1.8	0.88
14.690	6.0252	6.0402	0.140	424	102	23.8	3.44
14.855	5.9586	5.9734	0.060	256	100	14.4	1.07
16.275	5.4418	5.4553	0.400	22	90	1.2	1.02
20.450	4.3393	4.3500	0.120	346	76	19.4	3.23
21.055	4.2159	4.2264	0.180	778	74	43.7	14.64
22.450	3.9570	3.9668	0.100	46	71	2.6	0.77
23.180	3.8340	3.8435	0.240	46	69	2.6	1.44
24.425	3.6413	3.6504	0.160	1781	66	100.0	14.86
24.660	3.6072	3.6161	0.100	961	66	54.0	2.36
25.705	3.4628	3.4714	0.100	139	64	7.8	1.33
29.470	3.0284	3.0360	0.160	454	49	25.5	8.53
29.830	2.9927	3.0001	0.160	243	48	13.7	5.46
32.575	2.7465	2.7533	0.200	818	41	45.9	20.56
33.390	2.6813	2.6880	0.100	202	40	11.3	2.41
34.430	2.6027	2.6091	0.240	12	38	0.7	0.86
36.745	2.4438	2.4499	0.100	320	34	18.0	2.29
41.485	2.1749	2.1803	0.160	18	24	1.0	3.09
42.605	2.1203	2.1255	0.160	15	23	0.9	1.62
43.215	2.0918	2.0970	0.240	55	23	3.1	3.52
43.825	2.0640	2.0692	0.280	27	23	1.5	2.47
44.635	2.0284	2.0335	0.140	144	22	8.1	2.75

Philips Analytical X-Ray B.V.

Department of Metallurgy UI

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
45.355	1.9979	2.0029	0.240	19	22	1.1	1.88
46.910	1.9352	1.9400	0.160	123	21	6.9	4.51
47.870	1.8986	1.9034	0.140	128	21	7.2	2.47
48.865	1.8623	1.8669	0.240	12	20	0.6	0.82
49.915	1.8255	1.8301	0.080	185	20	10.4	0.86
50.480	1.8064	1.8109	0.060	164	20	9.2	1.74
52.705	1.7353	1.7396	0.200	17	19	0.9	1.17
53.630	1.7075	1.7118	0.160	58	18	3.2	1.11
53.965	1.6977	1.7019	0.200	69	18	3.9	1.85
54.570	1.6803	1.6845	0.200	50	18	2.8	1.89
55.065	1.6664	1.6705	0.280	40	18	2.2	3.35
56.530	1.6266	1.6307	0.140	46	18	2.6	0.88
57.345	1.6054	1.6094	0.200	156	18	8.8	3.16
57.535	1.6006	1.6045	0.080	213	18	12.0	0.94
59.055	1.5629	1.5668	0.240	77	17	4.3	4.66
60.990	1.5179	1.5217	0.200	40	17	2.2	1.65
61.790	1.5002	1.5039	0.240	14	17	0.8	0.89
62.510	1.4846	1.4883	0.080	40	16	2.2	1.03
62.735	1.4798	1.4835	0.160	46	16	2.6	0.89
63.520	1.4634	1.4670	0.160	62	16	3.5	0.98
63.850	1.4566	1.4603	0.200	62	16	3.5	0.96
65.370	1.4264	1.4299	0.240	30	16	1.7	1.20
65.910	1.4160	1.4195	0.160	58	15	3.2	1.28
66.690	1.4013	1.4048	0.200	18	15	1.0	0.84
67.740	1.3821	1.3856	0.320	16	15	0.9	1.23
68.605	1.3668	1.3702	0.320	22	15	1.2	1.34
69.535	1.3508	1.3541	0.320	19	15	1.1	1.01
70.000	1.3429	1.3463	0.160	27	14	1.5	0.83
71.470	1.3189	1.3222	0.200	38	14	2.2	0.85
73.920	1.2811	1.2843	0.120	50	14	2.8	1.36
74.210	1.2768	1.2800	0.080	35	14	2.0	1.01
75.380	1.2599	1.2630	0.160	31	14	1.8	1.57
77.380	1.2322	1.2353	0.240	15	14	0.9	1.50
78.085	1.2229	1.2259	0.120	41	14	2.3	1.73
78.900	1.2123	1.2153	0.320	18	13	1.0	0.82

Sample identification: 0158

Data measured at: 27-Feb-2008 11:47:00

Diffractometer type: PW1710 BASED

Tube anode: Cu

Generator tension [kV]: 40

Generator current [mA]: 30

Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056

Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439

Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500

Divergence slit: AUTOMATIC

Irradiated length [mm]: 12

Receiving slit: 0.2

Monochromator used: YES

Start angle [$^{\circ}2\theta$]: 5.010End angle [$^{\circ}2\theta$]: 79.990Step size [$^{\circ}2\theta$]: 0.020

Maximum intensity: 2116.000

Time per step [s]: 1.000

Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00

Maximum peak tip width: 1.00

Peak base width: 2.00

Minimum significance: 0.75

Number of peaks: 54

Angle [$^{\circ}2\theta$]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [$^{\circ}2\theta$]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
14.595	6.0642	6.0793	0.100	376	102	17.8	2.15
20.375	4.3551	4.3659	0.080	416	77	19.7	1.36
20.955	4.2358	4.2463	0.120	912	74	43.1	7.09
22.355	3.9736	3.9835	0.160	85	67	4.0	1.09
23.215	3.8283	3.8378	0.200	76	66	3.6	0.88
24.345	3.6531	3.6622	0.120	2116	61	100.0	11.24
24.560	3.6216	3.6306	0.060	829	59	39.2	0.83
25.590	3.4781	3.4868	0.080	164	56	7.7	0.79
27.455	3.2460	3.2540	0.160	40	50	1.9	0.82
29.365	3.0390	3.0466	0.140	372	46	17.6	6.74
29.695	3.0060	3.0135	0.120	164	45	7.7	1.02
32.500	2.7527	2.7595	0.180	795	40	37.6	19.44
33.280	2.6899	2.6966	0.100	137	37	6.5	1.06
33.965	2.6372	2.6438	0.480	41	36	1.9	2.11
35.330	2.5384	2.5447	0.320	18	34	0.8	0.98
36.680	2.4480	2.4541	0.120	331	31	15.7	4.18
37.885	2.3729	2.3788	0.480	11	30	0.5	0.84
38.655	2.3274	2.3331	0.100	12	28	0.5	0.83
41.340	2.1822	2.1876	0.160	21	26	1.0	0.93
43.180	2.0934	2.0986	0.120	74	25	3.5	0.90
43.810	2.0647	2.0698	0.120	36	24	1.7	0.82
44.595	2.0302	2.0352	0.080	112	24	5.3	0.86

Angle [°2θ]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
45.315	1.9996	2.0045	0.120	17	23	0.8	1.44
46.750	1.9415	1.9463	0.080	90	23	4.3	0.79
47.735	1.9037	1.9084	0.240	86	22	4.1	4.97
48.735	1.8670	1.8716	0.240	18	22	0.8	1.47
49.835	1.8283	1.8328	0.140	154	21	7.3	3.69
50.305	1.8123	1.8168	0.100	104	21	4.9	0.89
52.680	1.7361	1.7404	0.320	10	20	0.5	1.05
53.570	1.7093	1.7135	0.160	67	20	3.2	1.31
53.850	1.7011	1.7053	0.200	79	20	3.7	1.88
54.450	1.6837	1.6879	0.240	31	19	1.5	0.95
55.010	1.6679	1.6720	0.320	28	19	1.3	0.84
56.460	1.6285	1.6325	0.160	55	19	2.6	1.28
57.240	1.6081	1.6121	0.120	114	18	5.4	2.01
57.485	1.6018	1.6058	0.100	190	18	9.0	1.88
58.995	1.5644	1.5683	0.200	71	18	3.3	3.09
60.900	1.5199	1.5237	0.160	44	18	2.1	0.83
62.500	1.4848	1.4885	0.240	42	18	2.0	2.40
63.475	1.4643	1.4680	0.060	72	17	3.4	0.83
65.270	1.4283	1.4319	0.120	44	17	2.1	0.87
65.840	1.4173	1.4209	0.120	52	17	2.4	1.99
66.060	1.4132	1.4167	0.120	53	17	2.5	1.49
66.785	1.3996	1.4030	0.240	21	17	1.0	0.75
67.465	1.3871	1.3905	0.120	21	16	1.0	0.76
68.450	1.3695	1.3729	0.200	24	16	1.1	0.86
69.450	1.3522	1.3556	0.240	22	16	1.0	0.84
69.990	1.3431	1.3464	0.240	22	16	1.0	0.99
71.645	1.3161	1.3194	0.280	37	15	1.8	3.31
73.900	1.2814	1.2846	0.120	58	15	2.7	0.89
74.145	1.2778	1.2810	0.120	41	15	1.9	1.20
75.235	1.2620	1.2651	0.160	23	15	1.1	0.80
78.035	1.2235	1.2266	0.060	46	14	2.2	1.14
78.790	1.2137	1.2167	0.200	19	14	0.9	1.67

*** Peak Search conditions ***

SAMPLE NAME = F 0%

FILE NAME = BP52100

Ka2 stripping = Execution
 Step/Sampling = .02
 SMOOTHING POINT = 9
 Background = No reduction
 THRESHOLD INTENSITY = 23 cps
 THRESHOLD 2nd-deriv = 5 cps/deg²
 THRESHOLD WIDTH = .09 deg

Peak search result
 Intensity Unit = CPS

No.	2-THETA	INT.	WIDTH	d	1/10
1	14.680	39	0.360	6.029	18
2	20.440	43	0.360	4.341	20
3	20.980	90	0.360	4.231	37
4	24.420	214	0.330	3.642	100
5	24.640	77	0.180	3.610	36
6	29.540	33	0.390	3.022	15
7	29.740	27	0.210	3.002	13
8	32.560	99	0.330	2.748	46
9	33.360	24	0.180	2.684	11
10	36.740	50	0.270	2.444	23
11	44.720	23	0.180	2.025	11
12	46.820	23	0.270	1.939	11
13	49.920	45	0.270	1.825	21
14	50.040	23	0.180	1.821	11
15	50.540	21	0.240	1.804	10
16	57.340	28	0.210	1.606	13

*** Peak Search conditions ***
SAMPLE NAME = G 2,5% FILE NAME = BF53100

Ka2 stripping = Execution
Step/Sampling = .02
SMOOTHING POINT = 45
Background = No reduction
THRESHOLD INTENSITY = 10 cps
THRESHOLD 2nd-deriv = 0 cps/deg²
THRESHOLD WIDTH = .3 deg

Peak search result
Intensity Unit = CPS

No.	2-THETA	INT.	WIDTH	d	1/I ²
1	20.360	23	0.600	4.358	24
2	21.020	36	0.750	4.223	38
3	24.440	94	0.870	3.639	100
4	25.620	17	0.630	3.474	18
5	29.460	26	0.900	3.030	27
6	32.580	48	0.870	2.746	51
7	35.160	11	0.720	2.550	12
8	36.760	19	0.870	2.443	20
9	46.920	12	0.720	1.935	13
10	53.740	13	0.900	1.704	14
11	57.420	19	0.870	1.604	20

*** Peak Search conditions ***

SAMPLE NAME = H 5%

FILE NAME = BP54100

Ka2 stripping = Execution
 Step/Sampling = .02
 SMOOTHING POINT = 13
 Background = No reduction

THRESHOLD INTENSITY = 17 cps
 THRESHOLD 2nd-deriv = 1 cps/deg²
 THRESHOLD WIDTH = .11 deg

Peak search result
 Intensity Unit = CPS

No.	2-THETA	INT.	WIDTH	d	I/I0
1	14.640	41	0.300	6.046	20
2	20.400	41	0.300	4.350	20
3	20.980	75	0.330	4.231	37
4	23.220	21	0.300	3.828	10
5	24.400	207	0.330	3.645	100
6	24.940	20	0.240	3.567	10
7	25.260	20	0.180	3.523	10
8	25.440	21	0.210	3.498	10
9	25.680	19	0.300	3.466	9
10	29.440	43	0.360	3.032	21
11	29.720	16	0.210	3.004	8
12	32.580	96	0.360	2.746	47
13	36.720	44	0.300	2.446	21
14	44.660	16	0.240	2.027	8
15	46.920	18	0.300	1.935	8
16	47.720	21	0.270	1.904	10
17	49.900	33	0.300	1.826	16
18	53.660	20	0.330	1.707	10
19	57.540	32	0.330	1.600	15

*** Peak Search conditions ***

SAMPLE NAME = I 7,5%

FILE NAME = RP55100

Ka2 stripping = Execution

Step/Sampling = .02

SMOOTHING POINT = 15

Background = No reduction

THRESHOLD INTENSITY = 16 cps

THRESHOLD 2nd-deriv = 24 cps/deg²

THRESHOLD WIDTH = .12 deg

Peak search result

Intensity Unit = CPS

No.	2-THETA	INT.	WIDTH	d	I/I0
1	14.560	23	0.390	6.079	14
2	20.420	35	0.390	4.346	20
3	20.940	69	0.390	4.239	40
4	24.340	171	0.360	3.654	100
5	25.580	26	0.360	3.480	15
6	26.680	19	0.300	3.339	11
7	29.380	38	0.360	3.038	22
8	29.780	16	0.270	2.998	9
9	32.580	94	0.330	2.746	55
10	36.680	32	0.300	2.448	17
11	44.580	18	0.270	2.031	10
12	46.860	20	0.390	1.937	10
13	49.420	19	0.270	1.843	11
14	49.840	26	0.360	1.828	15
15	50.500	16	0.330	1.806	9
16	53.840	17	0.330	1.701	10
17	57.260	20	0.240	1.608	12
18	57.540	33	0.330	1.600	19

*** Peak Search conditions ***

SAMPLE NAME = J 10%

FILE NAME = RP56100

Ka2 stripping = Execution

Step/Sampling = .02

SMOOTHING POINT = 45

Background = No reduction

THRESHOLD INTENSITY = 10 cps

THRESHOLD 2nd-deriv = 15 cps/deg²

THRESHOLD WIDTH = .3 deg

Peak search result

Intensity Unit = CPS

No.	2-THETA	INT.	WIDTH	d	I/10
1	14.620	20	0.780	6.054	19
2	20.900	39	1.500	4.247	39
3	22.380	16	0.690	3.969	15
4	24.380	101	0.870	3.648	100
5	25.760	16	0.720	3.456	16
6	29.480	24	0.870	3.028	23
7	32.580	48	0.810	2.746	48
8	36.720	20	0.870	2.446	20
9	49.980	14	0.870	1.823	13
10	57.380	24	0.750	1.605	23

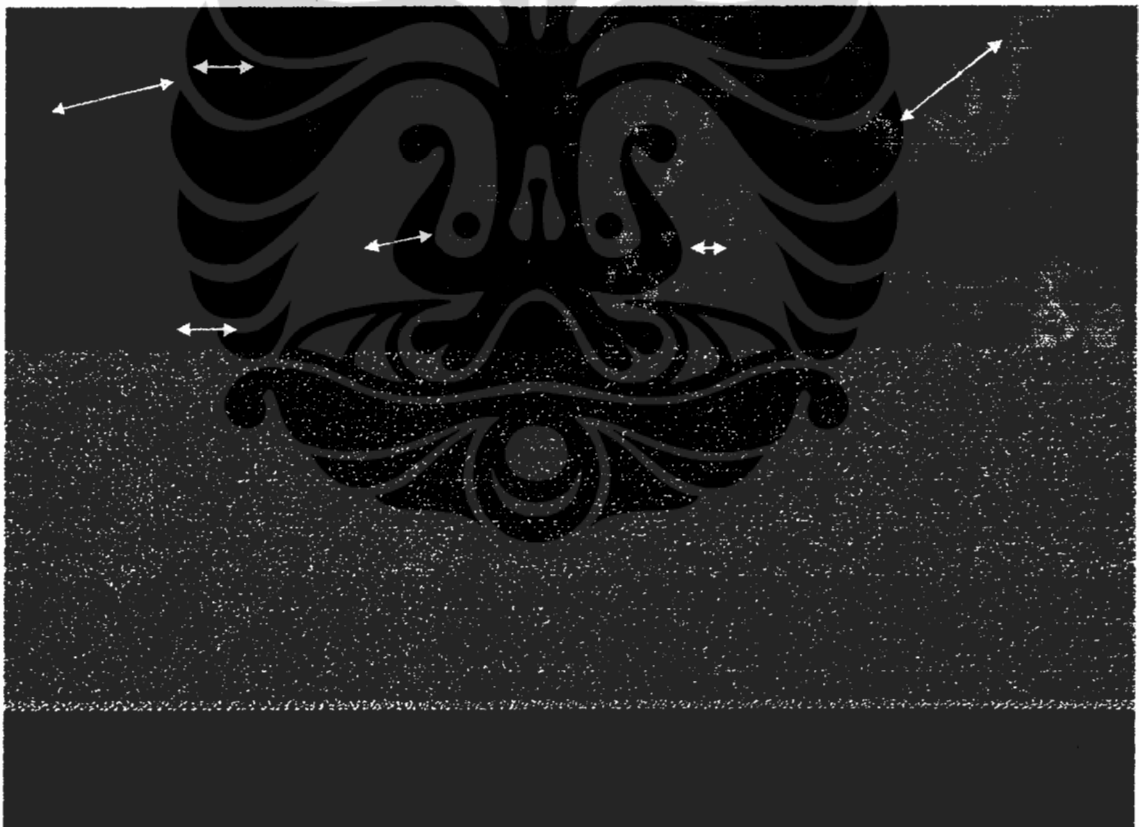
LAMPIRAN 4 : HASIL SEM DAN EDX

Tabel L4.1. Pengukuran besar serbuk dari variasi lama penghalusan

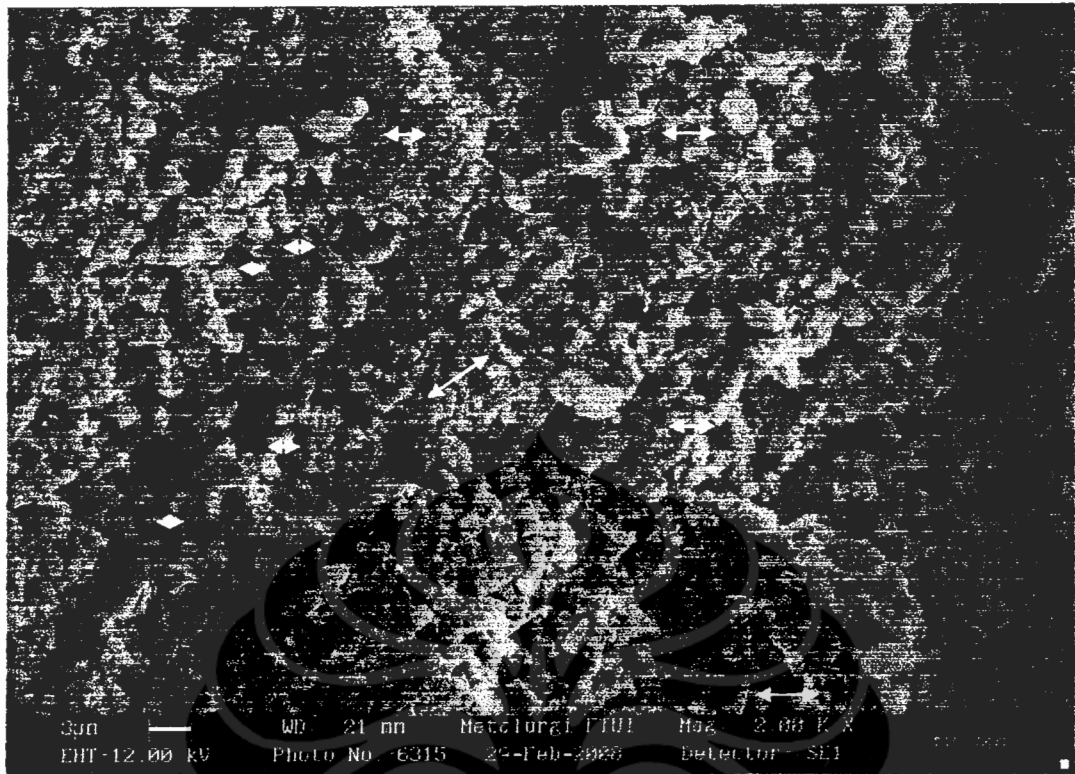
Lama Penghalusan (jam)	Distribusi besar serbuk					Besar serbuk rata – rata (μm)
	>8 μm	6 μm	4 μm	2 μm	<1 μm	
0	10%	20%	50%	15%	5%	4,35
12	2%	3%	10%	50%	35%	2,09
24	2%	20%	50%	20%	8%	3,84
36	0	5%	20%	50%	25%	2,35
48	0	0	5%	15%	85%	1,15

Contoh menghitung besar serbuk rata – rata adalah :

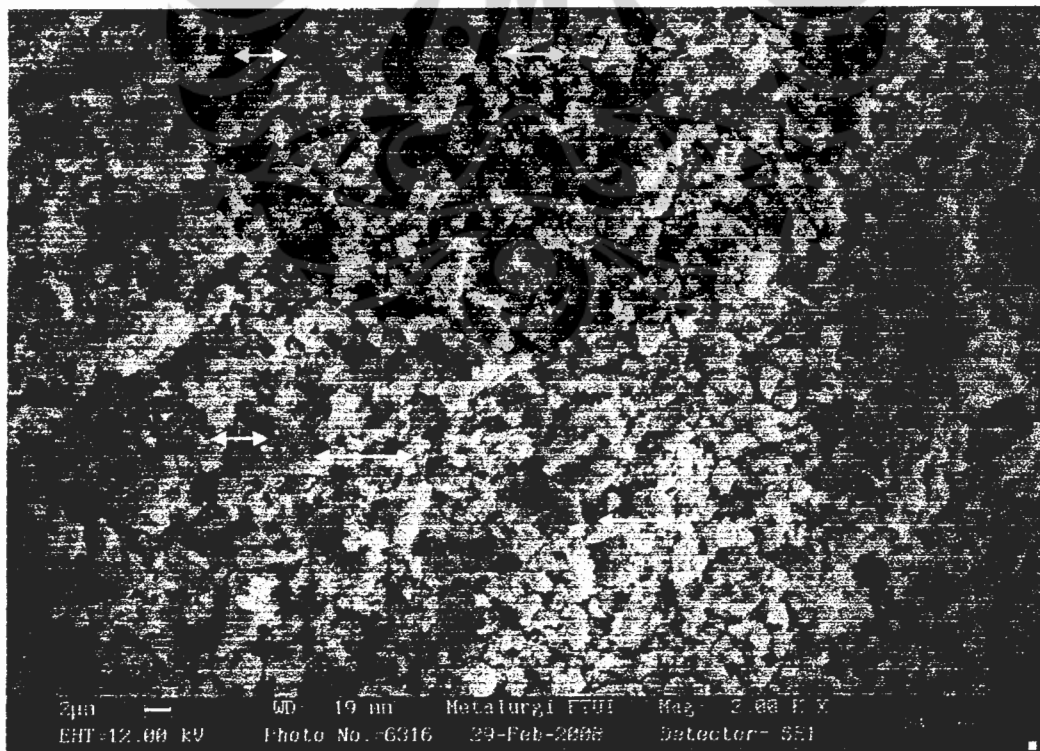
$$\text{Besar serbuk rata – rata} = ((8 \times 10) + (6 \times 20) + (4 \times 50) + (2 \times 15) + (1 \times 5)) / 100 = 4,35 \mu\text{m}$$



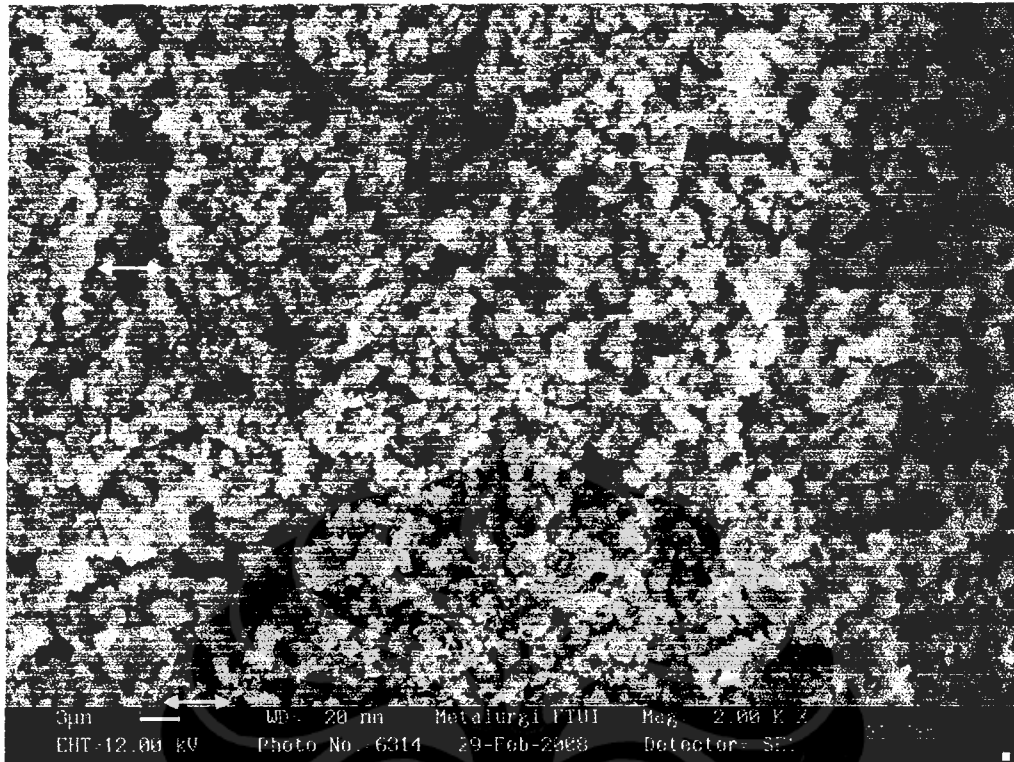
Gambar L4.1. Hasil SEM sampel dengan serbuk tanpa penghalusan



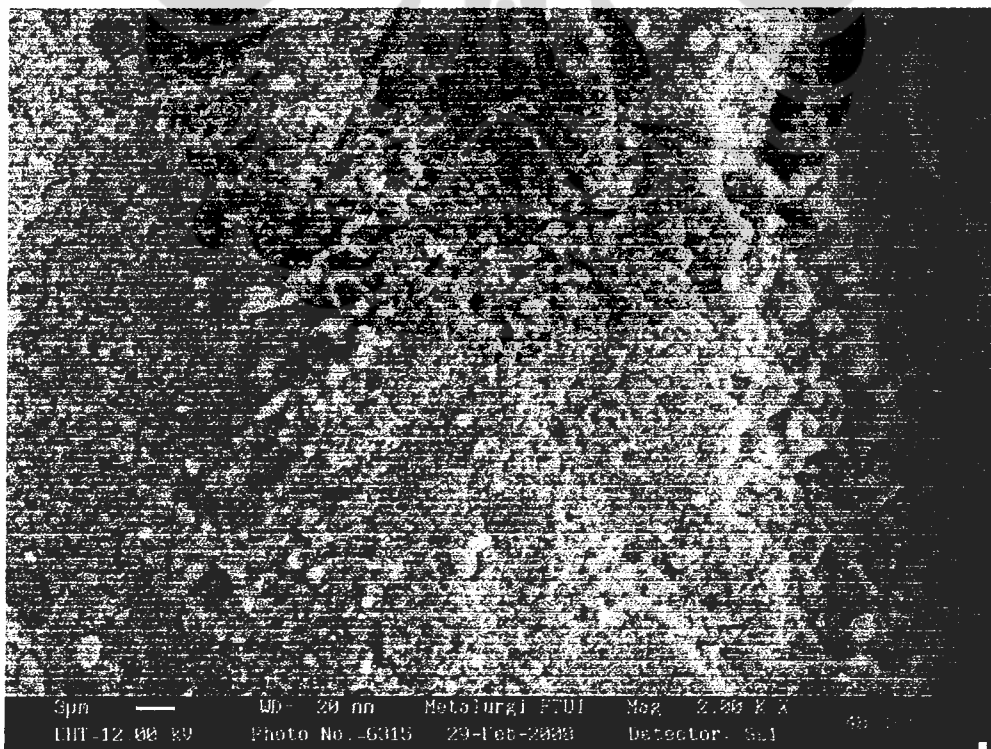
Gambar L4.2. Hasil SEM sampel dengan penghalusan selama 12 jam



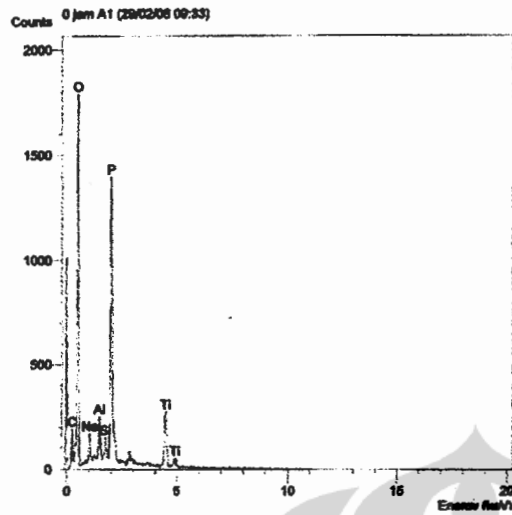
Gambar L4.3. Hasil SEM sampel dengan penghalusan selama 24 jam



Gambar L4.4. Hasil SEM sampel dengan penghalusan selama 36 jam



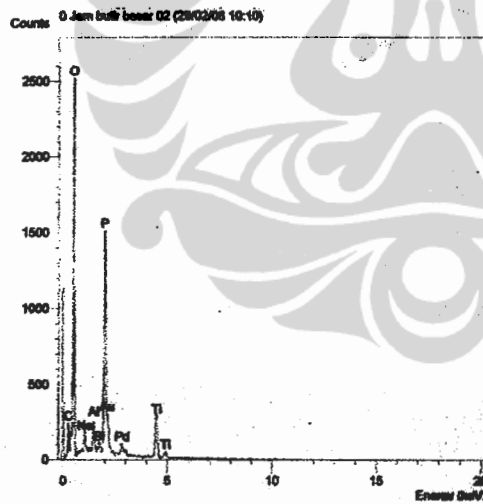
Gambar L4.5. Hasil SEM sampel dengan penghalusan selama 48 jam



Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C	K ED	1.05	1.97
O	K ED	43.98	61.87
Na	K ED	2.41	2.36
Al	K ED	2.10	1.75
Si	K ED	0.63	0.50
P	K ED	31.67	23.01
Ti	K ED	18.16	8.53
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

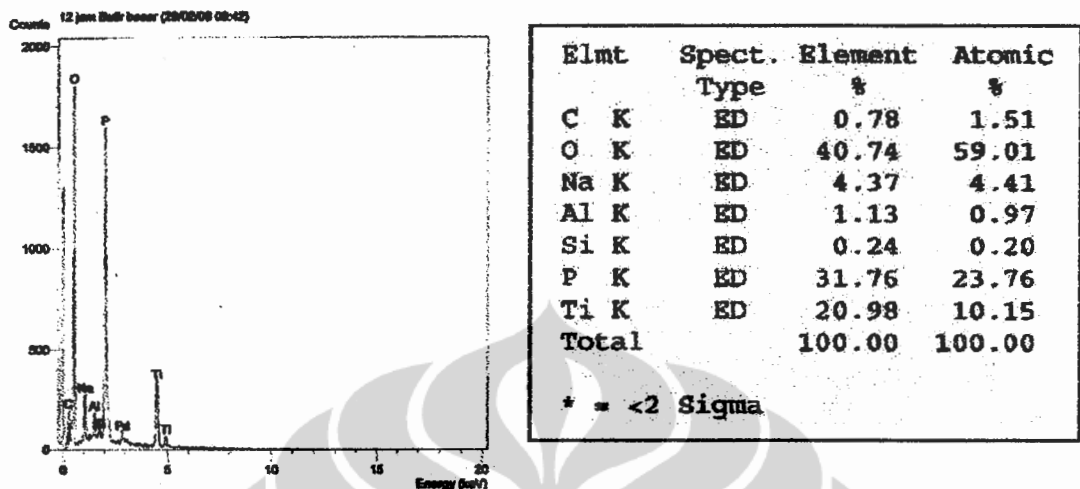
Gambar L4.6. Hasil EDX 1 sampel dengan tanpa penghalusan



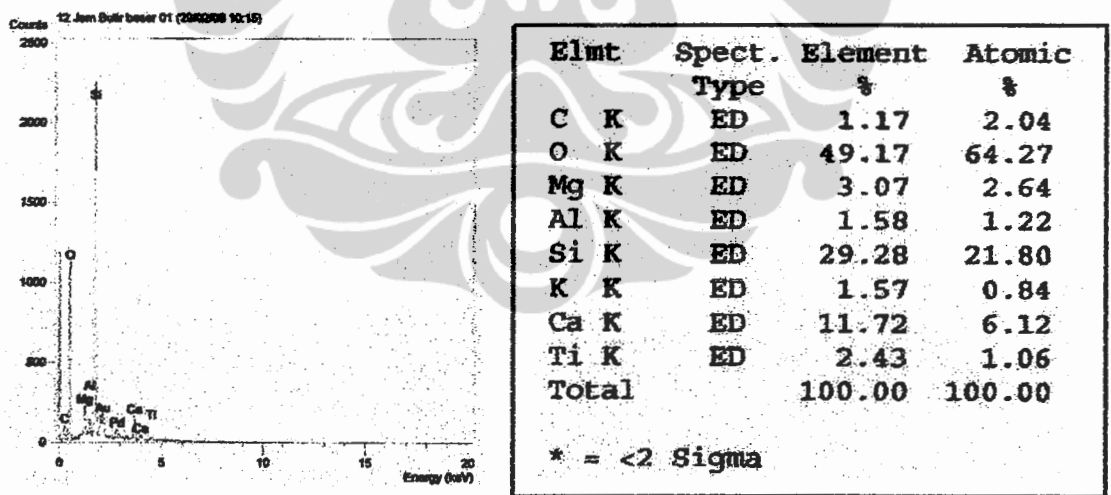
Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C	K ED	1.07	1.84
O	K ED	50.78	65.26
Mg	K ED	2.90	2.45
Al	K ED	1.55	1.18
Si	K ED	31.15	22.81
K	K ED	1.60	0.84
Ca	K ED	10.94	5.61
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

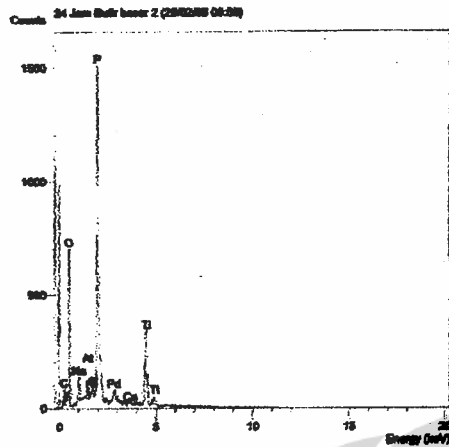
Gambar L4.7. Hasil EDX 2 sampel dengan tanpa penghalusan



Gambar L4.8. Hasil EDX 1 sampel dengan penghalusan selama 12 jam



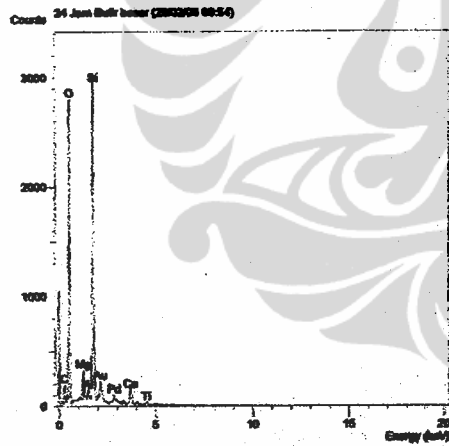
Gambar L4.9. Hasil EDX 2 sampel dengan penghalusan selama 12 jam



Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C	K ED	1.09	2.02
O	K ED	45.71	63.37
Na	K ED	4.05	3.90
Mg	K ED	0.24	0.22
Al	K ED	1.31	1.08
Si	K ED	1.52	1.20
P	K ED	26.92	19.28
Ca	K ED	0.79	0.44
Ti	K ED	18.37	8.50
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

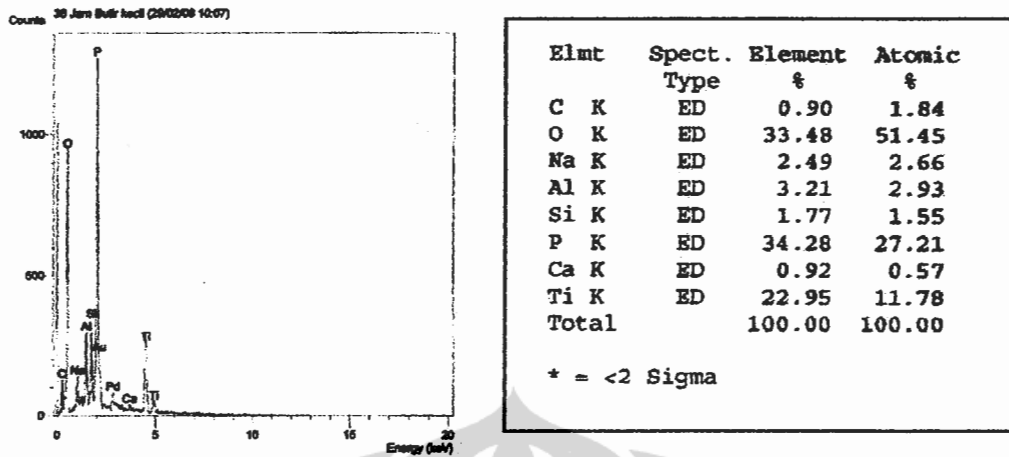
Gambar L4.10. Hasil SEM sampel dengan penghalusan selama 24 jam



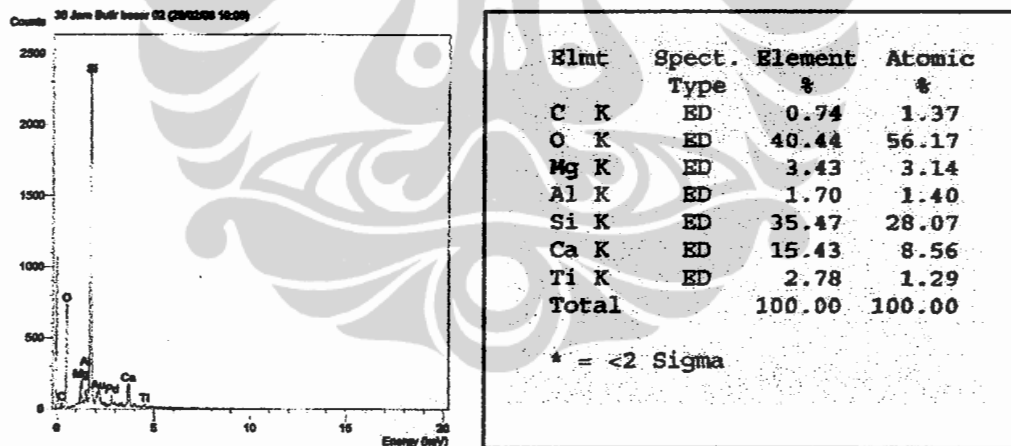
Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C	K ED	1.15	1.87
O	K ED	60.62	73.57
Mg	K ED	3.13	2.50
Al	K ED	1.02	0.73
Si	K ED	23.98	16.57
Ca	K ED	8.40	4.07
Ti	K ED	1.70	0.69
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

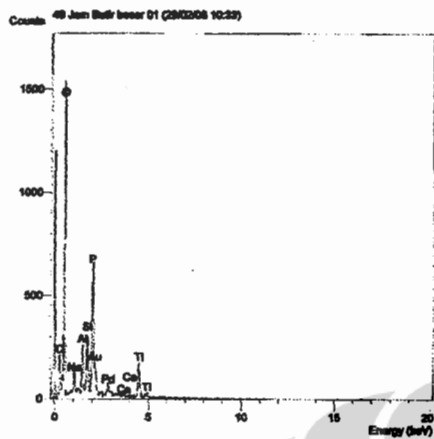
Gambar L4.11. Hasil EDX 2 sampel dengan penghalusan selama 24 jam



Gambar I4.12. Hasil EDX 1 sampel dengan penghalusan selama 36 jam



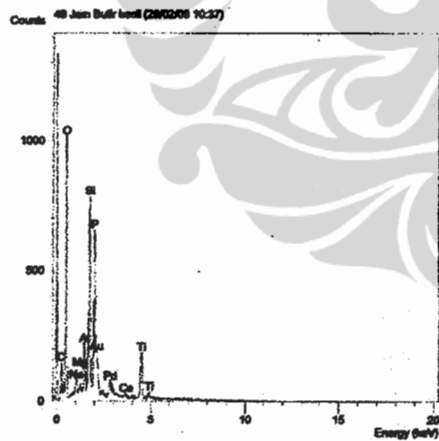
Gambar I4.13. Hasil EDX 2 sampel dengan penghalusan selama 36 jam



Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C	K ED	1.39	2.48
O	K ED	49.52	66.34
Na	K ED	3.23	3.01
Al	K ED	3.54	2.81
Si	K ED	2.72	2.07
P	K ED	22.40	15.50
Ca	K ED	0.84	0.45
Ti	K ED	16.37	7.32
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Gambar L4.14. Hasil SEM sampel dengan penghalusan selama 48 jam

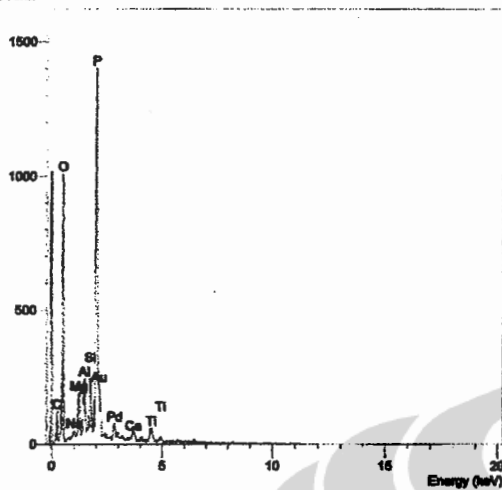


Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C	K ED	1.40	2.63
O	K ED	42.37	59.84
Na	K ED	2.01	1.98
Mg	K ED	0.37	0.35
Al	K ED	3.10	2.60
Si	K ED	8.01	6.45
P	K ED	23.03	16.80
Ca	K ED	0.75	0.42
Ti	K ED	18.96	8.94
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Gambar L4.15. Hasil EDX 2 sampel dengan penghalusan selama 48 jam

Counts 0% butiran besar (20/02/08 10:41)

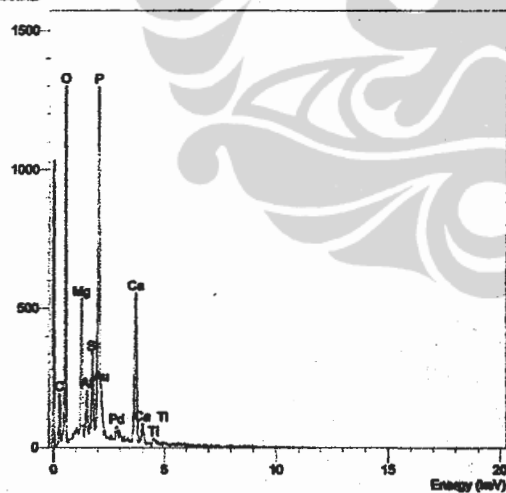


Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C	K ED	1.54	2.97
O	K ED	34.71	50.17
Na	K ED	0.47	0.47
Mg	K ED	2.27	2.16
Al	K ED	2.80	2.40
Si	K ED	1.86	1.53
P	K ED	48.80	36.43
Ca	K ED	2.34	1.35
Ti	K ED	5.20	2.51
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Gambar L4.16. Hasil EDX 1 sampel dengan tanpa penambahan LiBr

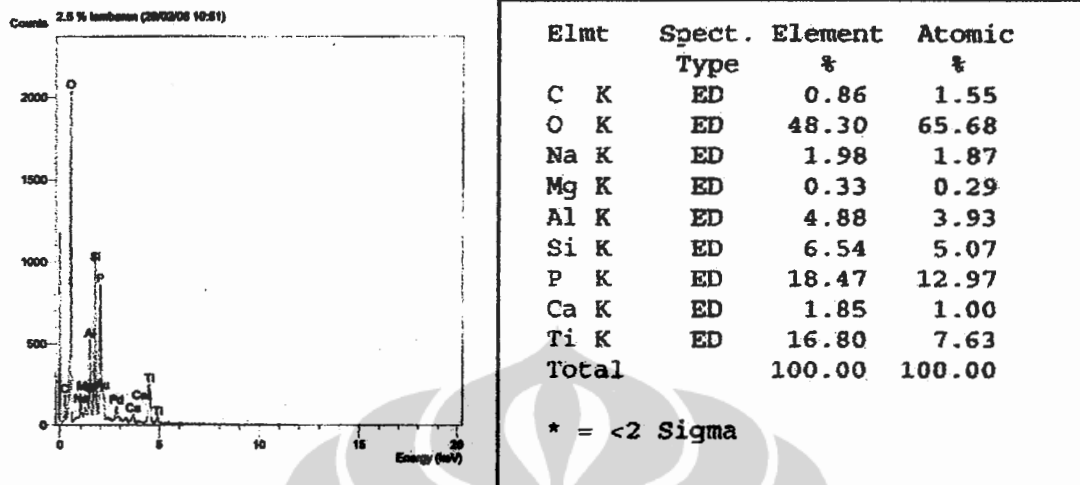
Counts 0% butiran kecil (20/02/08 10:43)



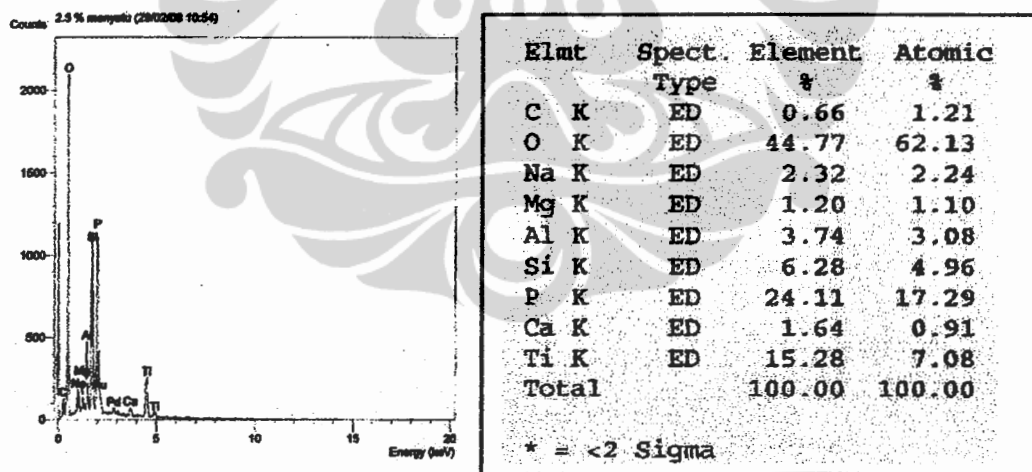
Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C	K ED	1.15	2.23
O	K ED	37.57	54.64
Mg	K ED	4.51	4.31
Al	K ED	1.69	1.46
Si	K ED	1.90	1.57
P	K ED	29.43	22.11
Ca	K ED	22.57	13.10
Ti	K ED	1.18	0.57
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

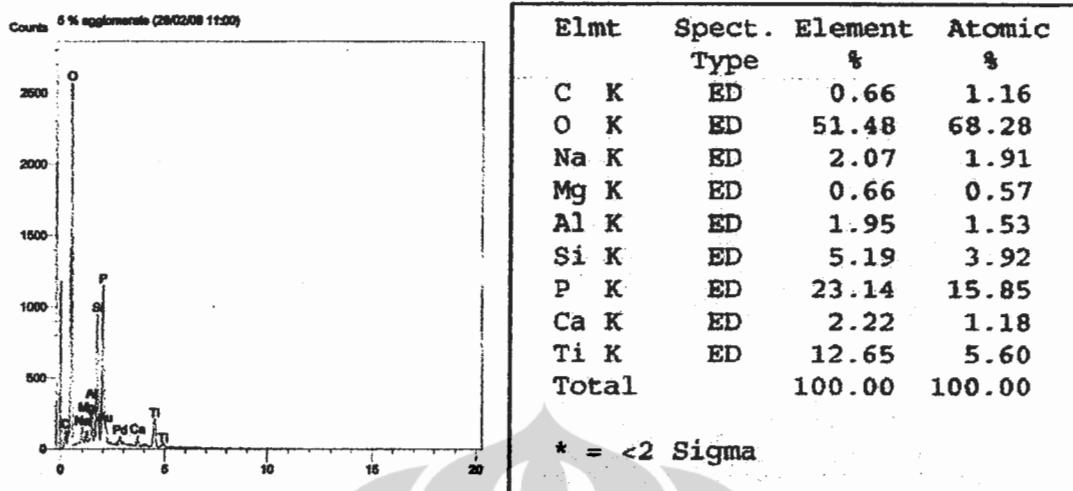
Gambar L4.17. Hasil EDX 2 sampel dengan tanpa penambahan LiBr



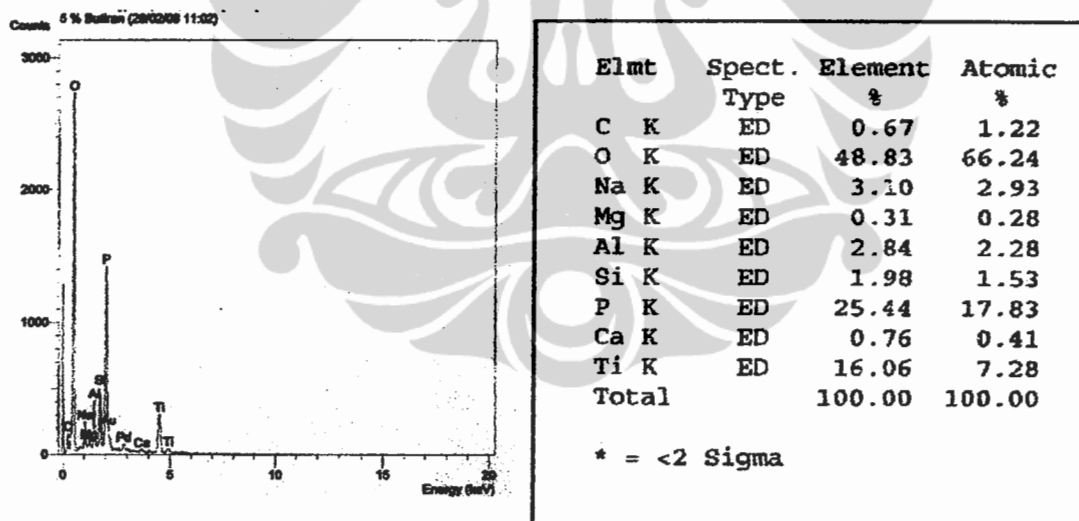
Gambar L4.18. Hasil EDX 1 sampel dengan penambahan LiBr 2,5%wt



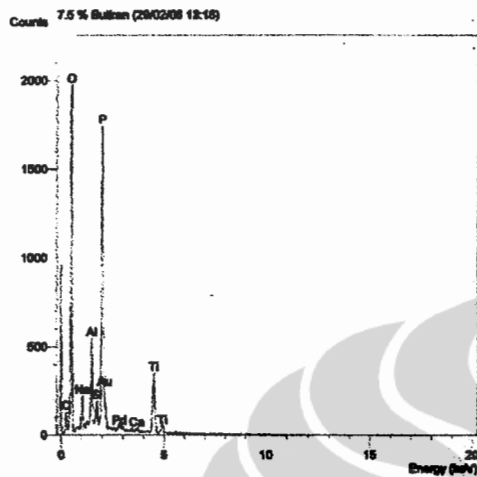
Gambar L4.19. Hasil EDX 2 sampel dengan penambahan LiBr 2,5%wt



Gambar L4.20. Hasil EDX 1 sampel dengan penambahan LiBr 5%wt



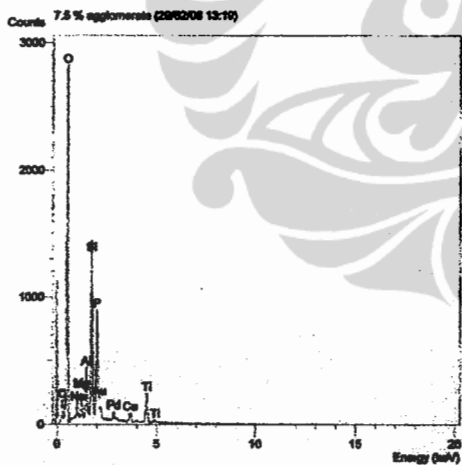
Gambar L4.21. Hasil EDX 1 sampel dengan penambahan LiBr 2,5%wt



Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C K	ED	0.50	0.97
O K	ED	40.61	58.76
Na K	ED	2.77	2.79
Al K	ED	4.20	3.61
Si K	ED	0.68	0.56
P K	ED	32.18	24.05
Ca K	ED	0.56	0.32
Ti K	ED	18.50	8.94
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Gambar I4.22. Hasil EDX 1 sampel dengan penambahan LiBr 7,5%wt

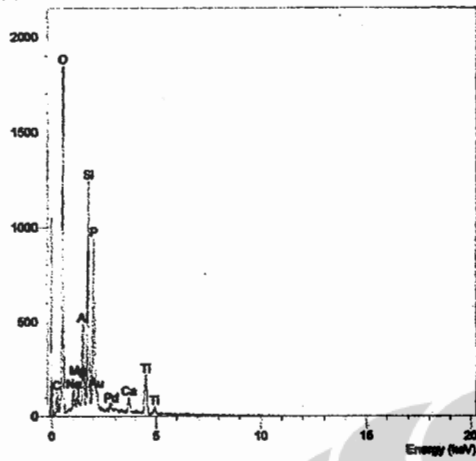


Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C K	ED	0.86	1.55
O K	ED	48.14	65.17
Na K	ED	2.37	2.23
Mg K	ED	0.46	0.41
Al K	ED	4.94	3.97
Si K	ED	2.78	2.14
P K	ED	24.87	17.39
Ca K	ED	1.08	0.58
Ti K	ED	14.51	6.56
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Gambar I4.23. Hasil EDX 2 sampel dengan penambahan LiBr 7,5%wt

Counts 10 % buliran (25/02/08 13:30)

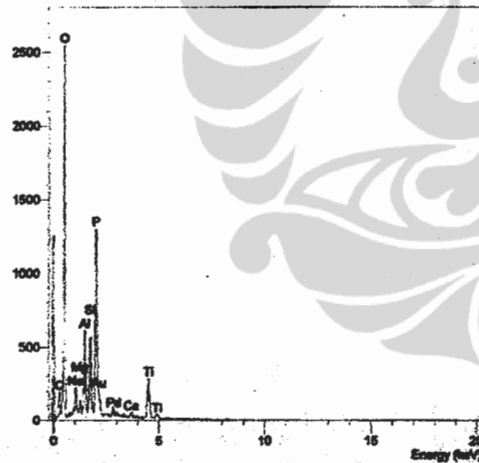


Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C K	ED	0.74	1.37
O K	ED	44.26	61.53
Na K	ED	2.12	2.05
Mg K	ED	0.85	0.78
Al K	ED	4.79	3.95
Si K	ED	7.72	6.11
P K	ED	22.06	15.84
Ca K	ED	2.94	1.63
Ti K	ED	14.51	6.74
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Gambar L4.24. Hasil EDX 1 sampel dengan penambahan LiBr 10%wt

Counts 10 % agglomerate 02 (25/02/08 13:31)



Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C K	ED	0.86	1.55
O K	ED	48.14	65.17
Na K	ED	2.37	2.23
Mg K	ED	0.46	0.41
Al K	ED	4.94	3.97
Si K	ED	2.78	2.14
P K	ED	24.87	17.39
Ca K	ED	1.08	0.58
Ti K	ED	14.51	6.56
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Gambar L4.25. Hasil EDX 2 sampel dengan penambahan LiBr 10%wt

Lampiran 5: PENGUKURAN DENSITAS DAN POROSITAS

Perhitungan densitas sesuai dengan persamaan 2,4 yaitu :

$$\rho = \frac{W_k}{W_b - (W_g - W_k)} \times \rho_{\text{acetone}} \quad (3,3)$$

Contohnya :

$$\begin{aligned} \text{Densitas LTAP A} &= 1,6516 / (2,1061 - (0,7989)) \\ &= 1,1902 \text{ g/cm}^3 \end{aligned}$$

Dan untuk perhitungan porositasnya dihitung sesuai dengan persamaan 2,5 :

$$\text{Porositas} = \frac{W_b - W_k}{W_b - (W_g - W_k)} \times 100\% \quad (3,4)$$

Contohnya :

$$\begin{aligned} \text{Porositas sampel 1} &= \{(2,1061 - 1,6516) / (2,1061 - (0,7989))\} \times 100\% \\ &= 35,1456\% \end{aligned}$$

Tabel L5.1. Hasil Pengukuran berat sampel dari variasi Li₂O 0%wt sampai dengan 15%wt

Sampel	Li ₂ O (%wt)	Berat Kering W _k	Berat Basah W _b	berat gantung W _g	Porositas (%)	Porositas Rata-rata (%)	Densitas (g/cm ³)	densitas rata-rata (g/cm ³)
1	0	1,6516	2,1061	0,7989	34,7690	35,1456	1,2635	1,1902
		1,4362	1,8753	0,6362	35,4370		1,1591	
		1,2567	1,6423	0,5478	35,2307		1,1482	
2	5	1,4197	1,8462	0,6405	35,3736	41,2530	1,1775	1,1618
		1,3319	1,9053	0,7529	49,7570		1,1558	
		1,2264	1,6376	0,5731	38,6285		1,1521	
3	7,5	1,6996	2,2412	0,6962	35,0550	37,6916	1,1001	1,0858
		1,5837	2,1463	0,7474	40,2173		1,1321	
		1,3643	1,8673	0,5367	37,8025		1,0253	
4	10	1,4881	2,1511	0,6954	45,5451	46,6931	1,0223	1,0234
		1,4532	2,0321	0,7183	44,0630		1,1061	
		1,2093	1,8573	0,5734	50,4712		0,9419	
5	12,5	1,5667	2,1883	0,7815	44,1854	41,7474	1,1137	1,1289
		1,2742	1,6743	0,6453	38,8824		1,2383	
		1,3247	1,8647	0,5843	42,1743		1,0346	
6	15	1,5704	2,2202	0,8086	46,0329	45,2077	1,1125	0,9579
		1,4209	2,0572	0,5124	41,1898		0,9198	
		1,2572	1,9804	0,4862	48,4005		0,8414	

Tabel L5.2. Hasil Pengukuran berat sampel dari variasi LTAP 0%wt sampai dengan 45%wt

Sampel	LTAP (%wt)	Berat Kering	Berat Basah	berat gantung	Porositas	Porositas Rata-rata	Densitas	densitas rata-rata
		Wk	Wb	Wg	(%)	(%)	(g/cm ³)	(g/cm ³)
1	0	1,3757	1,752	0,7157	36,3119	40,7644	1,3275	1,2452
		1,3358	1,8542	0,7431	46,6565		1,2022	
		1,2324	1,6343	0,6123	39,3249		1,2059	
2	30	1,4031	1,8085	0,7901	39,8075	43,1697	1,3777	1,2204
		1,3027	1,7981	0,6527	43,2513		1,1373	
		1,3529	1,9012	0,7208	46,4504		1,1461	
3	35	1,2143	1,6846	0,6209	44,2136	44,6969	1,1416	1,1524
		1,0942	1,5729	0,5531	46,9406		1,0730	
		0,9852	1,3256	0,5328	42,9364		1,2427	
4	40	1,2075	1,589	0,6601	41,0701	45,5621	1,2999	1,2890
		1,3769	1,872	0,7632	44,6519		1,2418	
		1,0856	1,5031	0,6839	50,9644		1,3252	
5	45	1,2527	1,646	0,7195	42,4501	49,9720	1,3521	1,1558
		0,9753	1,4321	0,5263	50,4306		1,0767	
		0,8563	1,3265	0,5021	57,0354		1,0387	

Tabel L5.3. Hasil Pengukuran berat sampel dari variasi LTAP 50%wt sampai dengan 80%wt

Sampel	LTAP (%wt)	Berat Kering	Berat Basah	berat gantung	Porositas	Porositas Rata-rata	Densitas	densitas rata-rata		
		Wk	Wb	Wg	(%)	(%)	(g/cm ³)	(g/cm ³)		
1	50	0,9324	1,1292	0,6557	41,5628	43,7954	1,9692	1,8328		
		0,8721	1,1198	0,6235	49,9093		6,1140		1,7572	0,0607
		0,9057	1,1097	0,5986	39,9139		1,7721			
2	60	0,9531	1,1462	0,6845	41,8237	45,5006	2,0643	1,7085		
		0,8922	1,1172	0,5976	43,3025		2,1981		1,7171	0,3644
		0,8061	1,1142	0,5145	51,3757		1,3442			
3	70	0,8606	1,1914	0,6264	58,5487	47,3144	1,5232	1,5796		
		1,0012	1,2943	0,6132	43,0333		6,9532		1,4700	0,1096
		0,9762	1,2019	0,6427	40,3612		1,7457			
4	75	0,9222	1,1416	0,6817	47,7060	49,7085	2,0052	1,8248		
		1,0026	1,2515	0,7073	45,7369		3,9717		1,8423	0,1979
		0,9618	1,1836	0,6416	40,9225		1,6269			
5	80	0,9189	1,1353	0,6597	45,5004	45,9499	1,9321	1,6130		
		1,0186	1,3311	0,6356	44,9317		0,4494		1,4646	0,3191
		0,9438	1,2541	0,5997	47,4175		1,4422			

Tabel L5.4. Hasil Pengukuran berat sampel dari variasi lama penghalusan

Sampel	Lama Milling (jam)	Berat Kering Wk (gram)	Berat Basah Wb (gram)	Berat Gantung Wg (gram)	Porositas (%)	Porositas rata-rata (%)	Densitas (g/cm ³)	Densitas rata-rata (g/cm ³)
1	0	0.3515	0.4657	0.1975	42.5802	46.1785	1.3106	1.2701
		0.2974	0.4231	0.1785	51.3900		1.2159	
		0.3425	0.4614	0.1946	44.5652		1.2837	
2	12	0.2025	0.2643	0.123	43.7367	45.0247	1.4331	1.4961
		0.1698	0.2212	0.1155	48.6282		1.6064	
		0.1679	0.2174	0.1015	42.7092		1.4487	
3	24	0.4914	0.644	0.308	45.4167	44.0861	1.4625	1.4789
		0.4565	0.5808	0.282	41.5997		1.5278	
		0.266	0.3492	0.1653	45.2420		1.4464	
4	36	0.3721	0.4524	0.2355	37.0217	40.6346	1.7155	1.6196
		0.2375	0.3012	0.1584	44.6078		1.6632	
		0.2374	0.302	0.1416	40.2743		1.4800	
5	48	0.4519	0.5421	0.3129	39.3543	37.9005	1.9716	1.6539
		0.2966	0.3685	0.1825	38.6559		1.5946	
		0.3452	0.4335	0.1861	35.6912		1.3953	

Tabel L5.5. Hasil Pengukuran berat sampel dari variasi LiBr 0%wt sampai dengan 10%wt

Sampel	LiBr (%wt)	Berat Kering Wk	Berat Basah Wb	berat gantung Wg	Porositas (%)	Porositas Rata-rata (%)	Densitas (g/cm ³)	densitas rata-rata (g/cm ³)
F	0	0,3822	0,5023	0,217	42,0960	38,4953	1,3396	1,3766
		0,4044	0,486	0,215	30,1107		1,4923	
		0,3428	0,4571	0,193	43,2791		1,2980	
G	2,5	0,5539	0,7201	0,317	41,2305	46,5590	1,3741	1,4297
		0,471	0,6206	0,313	48,6346		1,5312	
		0,4784	0,6506	0,3049	49,8120		1,3839	
H	5	0,8529	1,1303	0,4782	42,5395	46,1695	1,3079	1,3910
		0,7468	0,9783	0,467	45,2767		1,4606	
		0,7505	1,0214	0,487	50,6924		1,4044	
I	7,5	0,4536	0,5941	0,2721	43,6335	45,0323	1,4087	1,7456
		0,5186	0,6654	0,3294	43,6905		1,5435	
		0,4103	0,4961	0,3165	47,7728		2,2845	
J	10	0,3103	0,4113	0,1906	45,7635	49,9510	1,4060	1,5905
		0,2474	0,3183	0,1764	49,9648		1,7435	
		0,2733	0,3645	0,196	54,1246		1,6220	

LAMPIRAN 6 : PENGUKURAN MIKRO HARDNESS

Perhitungan kekerasan sampel dilakukan dengan persamaan :

$$HV = 1.854 \frac{F}{d^2} \quad (3.10)$$

Dimana $d = (d1+d2)/2$

$$d1 = \text{absolut (d1a - d1b)} = 18,46 - 18,22 = 0,24 \text{ mm}$$

$$d2 = \text{absolute (d2a - d2b)} = 12,31 - 12,05 = 0,26 \text{ mm}$$

maka $d = (0,24 + 0,26) / 2 = 0,25 \text{ mm}$

Sehingga kekerasan sampel A menjadi :

$$\begin{aligned} H_v &= 1,854 \times 25 \times 10^{-3} / 0,25^2 \\ &= 0,74 \text{ kgf/mm}^2 \\ &= 9,807 \times 0,74 = 7,2729 \text{ MPa} \end{aligned}$$

Sedangkan kekuatan bahan dihitung dari nilai kekerasan sampel rata – rata, seperti di Tabel dengan persamaan :

$$H_V = c\sigma_y \approx 3\sigma_y$$

(3.11)

$$\sigma = H_v/3 = 5,6702 / 3 = 1,8901 \text{ MPa.}$$

Tabel L6.1. Hasil pengukuran dan perhitungan mikro hardness dan kekuatan bahan dari sampel dengan variasi lama milling

Sampel	Lama Milling jam	F (gram)	A (mm)		B (mm)		d1 mm	d2 mm	Hardness (Hv)		Hv rata-rata MPa	σ MPa
			d1a	d1b	d2a	d2b			kgf/mm ²	MPa		
A	0	25	18.46	18.22	12.31	12.05	0.24	0.26	0.74	7.2729	5.6702	1.8901
		25	19.1	18.78	12.68	12.34	0.32	0.34	0.43	4.1741		
		25	17.58	17.29	12.83	12.53	0.29	0.3	0.53	5.2233		
		25	15.2	14.92	12.89	12.62	0.28	0.27	0.61	6.0106		
B	12	25	21.41	21.2	2.39	2.21	0.21	0.18	1.22	11.9541	9.5424	3.1808
		25	20.02	19.8	3.03	2.81	0.22	0.22	0.96	9.3916		
		25	20.03	19.81	3.17	2.96	0.22	0.21	1.00	9.8335		
		25	25.66	25.37	3.19	2.97	0.29	0.22	0.71	6.9905		
C	24	25	17.73	17.41	2.43	2.2	0.32	0.23	0.61	6.0106	11.1274	3.7091
		25	22.45	22.25	2.36	2.15	0.2	0.21	1.10	10.8163		
		25	22.41	22.21	3.22	3.41	0.2	0.19	1.22	11.9541		
		25	24.63	24.43	6.3	6.16	0.2	0.14	1.60	15.7285		
D	36	50	22.09	22.45	7.97	7.81	0.36	0.16	1.37	13.4484	23.8410	7.9470
		50	20.12	19.95	8.12	7.99	0.17	0.13	4.12	40.4048		
		50	25.16	24.93	7.97	7.8	0.23	0.17	2.32	22.7277		
		50	17.9	17.66	8.15	7.95	0.24	0.2	1.92	18.7832		
E	48	50	18.01	17.77	8.37	8.26	0.24	0.11	3.03	29.6852	30.5664	10.1888
		50	17.87	17.66	9.33	9.1	0.21	0.23	1.92	18.7832		
		50	17.01	16.84	9.99	9.83	0.17	0.16	3.40	33.3924		
		50	16.07	15.92	11.44	11.29	0.15	0.15	4.12	40.4048		

Tabel L6.2. Hasil pengukuran dan perhitungan mikro hardness dan kekuatan bahan dari sampel dengan variasi penambahan LiBr

Sampel	Libr %wt	F (gram)	A (mm)		B (mm)		d1 mm	d2 mm	Hardness (Hv)		Hv rata-rata MPa	σ MPa
			d1a	d1b	d2a	d2b			kgf/mm ²	MPa		
F	0	50	11.14	10.67	11.93	11.65	0.47	0.28	0.66	6.4648	7.2324	2.4108
		50	12.6	12.2	10.2	9.95	0.4	0.25	0.88	8.6069		
		50	12.76	12.12	11.27	11.03	0.64	0.24	0.48	4.6958		
		50	11.09	10.79	11.25	10.92	0.3	0.33	0.93	9.1621		
G	2,5	50	11.37	11.6	10.32	10.7	0.23	0.38	1.00	9.7727	10.6898	3.5633
		50	9.15	8.9	10.27	10.63	0.25	0.36	1.00	9.7727		
		50	11.41	11.15	10.42	10.11	0.26	0.31	1.14	11.1925		
		50	11.22	11.49	10.55	10.27	0.27	0.28	1.23	12.0213		
H	5	50	11.14	10.88	10.89	10.7	0.26	0.19	1.83	17.9577	20.6378	6.8793
		50	11.13	10.99	10.98	10.72	0.14	0.26	2.32	22.7277		
		50	11.14	10.92	10.77	10.6	0.22	0.17	2.44	23.9082		
		50	11.14	11.37	10.44	10.22	0.23	0.22	1.83	17.9577		
I	7,5	50	16.17	15.9	11.17	11.37	0.27	0.2	1.68	16.4619	18.9551	6.3184
		50	14.03	13.82	11.13	10.86	0.21	0.27	1.61	15.7831		
		50	15.01	14.79	10.97	10.76	0.22	0.21	2.01	19.6670		
		50	13.94	13.73	11.32	11.14	0.21	0.18	2.44	23.9082		
J	10	50	11.08	10.89	10.53	10.4	0.19	0.13	3.62	35.5121	32.4981	10.8327
		50	10.94	10.78	10.68	10.53	0.16	0.15	3.86	37.8401		
		50	10.34	10.12	10.09	9.93	0.22	0.16	2.57	25.1831		
		50	10.21	10.06	9.81	9.62	0.15	0.19	3.21	31.4571		

LAMPIRAN 7: PENGUKURAN KONDUKTIFITAS

1. Pengujian Impedansi kompleks sampel dengan variasi penambahan Li₂O

Konduktivitas listrik dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$\sigma = \frac{l}{AR}$$

Contoh perhitungan konduktivitas listrik :

Untuk sampel 5% Li₂O

$$\begin{aligned} \sigma &= \frac{t}{AxR} \\ \sigma &= \frac{0,447}{(7,23 \times 10^{-1})(1,937500 \times 10^6)} \\ \sigma &= \frac{0,447 \text{ cm}}{14,008125 \times 10^5 \text{ ohmcm}^2} \\ \sigma &= 3,1910 \times 10^{-7} \text{ Scm}^{-1} \end{aligned}$$

Tabel L7.1. Hasil pengukuran impedansi kompleks dan perhitungan konduktifitas ionik dari gelas konduktif

No	Komposisi Li ₂ O (%)	t _{kiri} (cm)	t _{tengah} (cm)	t _{kanan} (cm)	Tebal rata-rata (cm)	\bar{d} (cm)	Luas (A) (cm ²)	Konduktivitas (S/cm)
1	0	0.512	0.493	0.471	0.492	0.782	0.480	4.6624x10 ⁻⁷
2	5	0.449	0.447	0.445	0.447	0.96	0.723	3,1910 X 10 ⁻⁷
3	7.5	0.596	0.581	0.589	0.528	0.810	0.25120	1,6264 x 10 ⁻⁶
4	10	0.471	0.47	0.472	0.471	0.655	0.336	1,62777 x 10 ⁻⁶
5	12.5	0.588	0.58	0.584	0.582	0.728	0.208	8.6453 x 10 ⁻⁷
6	15	0.500	0.509	0.51	0.506	0.704	0.389	1.17165 x 10 ⁻⁶

2. Pengujian Impedansi kompleks sampel dengan variasi penambahan LTAP di bawah 50%wt

Tabel L7.2. Diameter dari setiap variasi

Pengukuran ke-	Diameter ke- (cm)					
	variasi 1	variasi 2	variasi 3	variasi 4	variasi 5	variasi 6
1	0.67	0.625	0.725	0.635	0.755	0.71
2	0.635	0.61	0.72	0.67	0.72	0.72
3	0.665	0.62	0.64	0.74	0.7	0.725
4	0.68	0.6	0.685	0.71	0.68	0.72
5	0.65	0.62	0.745	0.7	0.685	0.755
diameter rata-rata (cm)	3.3	3.075	3.515	3.455	3.54	3.63
	0.66	0.615	0.703	0.691	0.708	0.726

Tabel L7.3. Perhitungan konduktifitas ionik dengan variasi penambahan LTAP di bawah 50%wt

sampel	Tebal (cm)	Jari-jari [r] (cm)	impedansi (10^6 Ohm)	konduktifitas (10^{-7} S/cm)
1	0.425	0.2125	56	1.68067
2	0.475	0.2375	34	2.47678
3	0.415	0.2075	58	1.66182
4	0.43	0.215	67	1.38841
5	0.325	0.1625	65	1.89349
6	0.49	0.245	45	1.81406

3. Pengujian Impedansi kompleks sampel dengan variasi penambahan LTAP di atas 50%wt

Tabel L7.4. Hasil pengukuran Impedansi kompleks dengan variasi penambahan LTAP

No	Komposisi %wt LTAP	t1 (mm)	t2 (mm)	t3 (mm)	Tebal rata-rata (mm)	A cm^2	R 10^5 Ohm	σ 10^{-7} S/cm
1	50	3.82	4.05	2.76	3.54	9	1.9	2.072125
2	60	3.72	3.44	3.54	3.57	9	0.9	4.403292
3	70	4.29	3.99	3.64	3.97	9	17	0.259695
4	75	4.32	4.32	4.33	4.32	3	1.5	9.607407
5	80	3.86	4.00	4.23	4.03	3	1.6	8.395833

4. Pengujian Impedansi kompleks sampel dengan variasi lama milling

Tabel L7.5. Hasil pengukuran impedansi dan perhitungan konduktifitas ionic sampel dengan variasi lama milling

no	Lama Milling Jam	t1 (mm)	t2 (mm)	t3 (mm)	Tebal rata-rata (mm)	A (cm2)	R 10 ⁵ Ohm	σ 10 ⁻⁷ S/cm
1	0	2.08	2.91	2.93	2.67	3.00	120	0.074
2	12	2.50	2.54	2.32	2.48	3.00	75	0.110
3	24	2.90	2.81	2.63	2.81	9.00	0,5	6.254
4	36	2.75	2.92	2.62	2.80	1.00	4,5	6.217
5	48	3.35	3.44	3.49	3.47	1.00	3	11.559

5. Pengujian Impedansi kompleks sampel dengan variasi penambahan LiBr

Tabel L7.6. Hasil pengujian impedansi kompleks dan perhitungan konduktifitas ionic sampel dengan variasi penambahan LiBr.

No	LiBr (%wt)	t1 (mm)	t2 (mm)	t3 (mm)	Tebal rata-rata (mm)	A (cm2)	R 10 ⁵ Ohm	σ 10 ⁻⁷ S/cm
1	0	2.34	2.63	2.60	2.56	6	4	1.0661
2	2.5	4.67	4.75	4.97	4.85	9	6,5	0.8299
3	5	4.91	5.06	4.68	4.94	9	6	0.9152
4	7.5	4.21	4.38	4.59	4.45	6	2,2	3.3691
5	10	2.91	2.97	3.99	3.33	1	20	0.1666

LAMPIRAN 8: BIODATA

Nama Lengkap : Ir. Bambang Prihandoko, M.T.
NIP : 320005627
Tempat/Tanggal Lahir : Pasuruan, 25 Desember 1965
Jenis Kelamin : Pria
Bidang Keahlian : Material Science and Engineering
Jabatan Fungsional : Peneliti Muda
Kantor/Unit Kerja : Puslit Fisika - LIPI
Alamat Kantor : Puslit Fisika LIPI Kawasan PUSPIPTEK
Kota : Tangerang
Kode Pos : 15314
Telepon : (021) 7560570
Faksimile : (021) 7560554
E-Mail : <http://fisika.lipi.go.id>
Alamat Rumah : Kompleks PUSPIPTEK IIA no. 5, Serpong
Kota : Tangerang
Kode Pos : 15314
Telepon :
Faksimile : ---
E-Mail : bamb012@lipi.go.id
Pendidikan :



No	Perguruan Tinggi	Kota&Negara	Tahun Lulus	Bidang Studi
1	T.U. Delft	Delft, Belanda	1987-1998	Material Science (S1/S2)
2	Fakultas Teknik UI	Depok, Indonesia	2003 – 2005	Teknik Material (S2)

Pengalaman Riset

1. Peneliti Pusat Penelitian Fisika LIPI sejak 1987
2. RUT Pembuatan Na- β Alumina sebagai Elektrolit Padat, 1999/2000
3. Proyek Sistem Informasi Management SISKKA – LIPI dan CSIRO 2000 s/d 2005
4. Koordinator Penelitian Baterai Padat Lithium sejak tahun 2000
5. Koordinator Penelitian Pelajar dan Mahasiswa di Pusat Penelitian Fisika – LIPI, 2000 s/d 2005.
6. Peneliti pada RUSNAS Fuel Cell, 2002 s/d 2003
7. Peneliti pada Proyek Penelitian SOFC, 2002 s/d 2007
8. Koordinator Penelitian Bipolar Plate PEMFC sejak 2006
9. Anggota Tim Riset Fuel Cell Vehicle LIPI sejak 2006
10. Anggota Tim Pakar Energi LIPI dalam RENSTRA LIPI 2009 – 2014, 2008

A. Publikasi Paten :

1. Bambang Prihandoko dan Priyo Sardjono, Pembuatan Keramik Komposit Elektrolit Litium Titanium Alumunium Posfat Bermatrik Gelas Kaca Jendela (Paten Indonesia, P00200600675) (terdaftar 2006)
2. Bambang Prihandoko, Metoda Pembuatan Sel Dan Kluster Baterai Padat Lithium Berbasis Keramik (Paten Indonesia, sedang didaftarkan 2008)

B. Publikasi Internasional :

1. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, and Anne Zulfia, Study of Li_2O Addition at Electrolyte LTAP with Windows Glasses as Matrix, Proceedings of Sub Committee on Material Science and Technology, The 2nd ASEAN Congress and Sub Committee Conference, Jakarta, 2005.
2. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, and Anne Zulfia, The Effect of Sintering Time on Glass Matrix Composite LTAP, Proceeding of The 8th International Conference on QIR, Depok, 2005.

3. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, Anne Zulfia and Eddy S. Siradj, The Effect of Composition Variation of LTP on a Quenched Windows Glasses, Proceeding of The 9th International Conference on QIR, Depok, 2006.
4. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, Anne Zulfia and Eddy S. Siradj, The Effect of Li₂O on Composite LTAP and Windows Glasses, Proceeding of International Conference on Solid State Ionics, Serpong, 2007.
5. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, dan Anne Zulfia, The Effect of Ball Mill Time on the Electrolyte Composite of Lithium Battery, Workshop Advanced Materials Science and Nanotechnology, Nhatrang - Vietnam 15-21 September 2008, submitted

C. Publikasi Nasional :

6. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, Anne Zulfia dan Wihatmoko Waskitoaji, The Phase Transformation on LTAP Composite With Soda Lime Silica Glasses Matrices on Sintering at Above Glass Transition, Proceeding of The 6th National Seminar on Neutron and X-ray Scattering, Serpong, 2005.
7. Bambang Prihandoko, Priyo Sardjono, Anne Zulfia dan Eddy S Siradj, The Effect of Li₂O Addition on a Quenched Windows Glasses, Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia 2005, Surabaya, 2005.

UNIVERSITAS INDONESIA

KEPUTUSAN REKTOR UNIVERSITAS INDONESIA
NOMOR : 807 /SK/RI/2008

TENTANG

PENGANGKATAN PANITIA UJIAN PROMOSI DOKTOR
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL
DI FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA
ATAS NAMA BAMBANG PRIHANDOKO NOMOR POKOK MAHASISWA: 640300081Y
DENGAN KUDUL DISERTASI
"PEMANFAATAN SODA LIME SILICA DALAM PEMBUATAN KOMPOSIT ELEKTROLIT
BATERAI LITHIUM".

REKTOR UNIVERSITAS INDONESIA.

Menimbang

- a. bahwa dalam rangka pelaksanaan program Doktor, Program Studi Teknik Metalurgi dan Material di Fakultas Teknik Universitas Indonesia, s.n. BAMBANG PRIHANDOKO, harus menyelesaikan ujian promosi doktor;
- b. bahwa untuk keperluan dimaksud, perlu diangkat Panitia Ujian Promosi Doktor yang ditetapkan dengan Keputusan Rektor Universitas Indonesia.

Mengingat

1. Undang-undang Nomor 20 Tahun 2003 tentang Sistem Pendidikan Nasional;
2. Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 60 Tahun 1999 tentang Pendidikan Tinggi;
3. Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 61 Tahun 1999 tentang Pembentukan Perguruan Tinggi Negeri sebagai Badan Hukum;
4. Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 152 Tahun 2000 tentang Pembentukan Universitas Indonesia sebagai Badan Hukum Milik Negara;
5. Keputusan Mendikbud Republik Indonesia Nomor 212A/1999 tentang Pedoman Penyelenggaraan Program Doktor;
6. Keputusan Majelis Wali Amanat Universitas Indonesia Nomor 01/SK/MWA-UI/2003 tentang Anggaran Rumah Tangga Universitas Indonesia;
7. Keputusan Majelis Wali Amanat Universitas Indonesia Nomor 009/SK/MWA-UI/2007 tentang Pengangkatan dan Penugasan Rektor Universitas Indonesia Periode 2007 - 2012;
8. Keputusan Majelis Wali Amanat Universitas Indonesia Nomor 011/SK/MWA-UI/2007 tentang Perubahan Pasal 37 ayat (1) Anggaran Rumah Tangga Universitas Indonesia;
9. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 312/SK/RI/1999 tentang Pengalihan sebagian Penyelenggaraan Pendidikan Program Studi tingkat Magister dan Doktor dari Program Pascasarjana Universitas Indonesia ke Jurusan di Fakultas-fakultas terkait di Lingkungan Universitas Indonesia;
10. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 313/SK/RI/1999 tentang Kedudukan Program Pascasarjana Universitas Indonesia setelah berlakunya PP Nomor 60 Tahun 1999;
11. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 363/SK/RI/1999 tentang Perbaikan Surat Keputusan Rektor Nomor 312/SK/RI/1999.

12. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 364/SK/R/UI/1999 tentang Petunjuk Pelaksanaan Surat Keputusan Rektor Nomor 312/SK/R/UI/1999 jo Surat Keputusan Rektor Nomor 363/SK/R/UI/1999;
13. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 102/SK/R/UI/2001 tentang Organisasi dan Tatakelola Penyelenggaraan Pendidikan Pascasarjana di Universitas Indonesia;
14. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 263/SK/R/UI/2004 tentang Penyelenggaraan Program Doktor di Universitas Indonesia;
15. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 213/SK/R/UI/2007 tentang Pengangkatan Pembimbing Disertasi Program Doktor Bidang Ilmu Teknik di Fakultas Teknik Universitas Indonesia a.n. Bambang Prihandoko, NPM: 840500001Y;
16. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 690/SK/R/UI/2007 tentang Perubahan Struktur Organisasi Inti Universitas Indonesia;
17. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 691/SK/R/UI/2007 tentang Pemberhentian dan Pengangkatan Para Wakil Rektor di Lingkungan Universitas Indonesia;
18. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 756/SK/R/UI/2007 tentang Kelengkapan Struktur Organisasi Inti Universitas Indonesia;
19. Keputusan Rektor Universitas Indonesia Nomor 114/SK/R/UI/2008 tentang Pemberhentian dan Pengangkatan Dekan, Fakultas Teknik Universitas Indonesia;
20. Surat Tugas Rektor Universitas Indonesia Nomor 370/PT02.H/TU/1/2007 tentang penugasan kepada Wakil Rektor Bidang Akademik dan Kemahasiswaan Universitas Indonesia, untuk menandatangani Surat Keputusan Rektor tentang Pengangkatan Promotor, Kopro-motor dan Panitia Penguji Disertasi Program Doktor.

Memperhatikan : Surat Dekan Fakultas Teknik Universitas Indonesia Nomor 1877/PT02.HAFT/U/2008 tanggal 7 Juli 2008 perihal permohonan Penerbitan Surat Keputusan Rektor tentang Pengangkatan Panitia Ujian Promotor dan ujian Promosi a.n. Bambang Prihandoko (840500001Y).

MEMUTUSKAN:

Menetapkan
Peraturan

- Mengangkat Panitia Ujian Promosi Program Doktor, Program Studi Teknik Material dan Material di Fakultas Teknik Universitas Indonesia a.n. Bambang Prihandoko yang selanjutnya disebut Panitia Ujian, dengan susunan sebagai berikut:

Ketua Promotor : Prof. Dr. Ir. Eddy S. Siradj, M.Eng.
NIP 131 286 214
Guru Besar Tetap
Fakultas Teknik
Universitas Indonesia.

Kopromotor : 1. Prof. Dr. Ir. Anne Zelfa, M.Sc.
NIP 131 644 678
Guru Besar Tetap
Fakultas Teknik
Universitas Indonesia.
2. Dr. Ing Priyo Santjono
NIP 320 002 584
Peneliti Muda
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia

Anggota

1. Dr. Ir. Dedi Priadi, D.E.A.
NIP 131 805 028
Staf Pengajar Tetap
Fakultas Teknik Universitas Indonesia;
2. Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, D.E.A.
NIP 131 627 864
Guru Besar Tetap
Fakultas Teknik Universitas Indonesia;
3. Prof. Dr. Ir. Johnny Wahyuadi, D.E.A.
NIP 131 627 863
Guru Besar Tetap
Fakultas Teknik Universitas Indonesia;
4. Prof. Dr. Bambang Prasetyo
NIP 320 004 911
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia;
5. Rifaid M. Nur, Ph.D.
NIP 330 000 124
Peneliti Muda
Badan Tenaga Nuklir Nasional
6. Dr. Sunil Hendran
NIP 32 000 6275
Peneliti Muda
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia

- Kedua - Panitia ujian bertugas melaksanakan ujian prapromosi dan promosi tersebut;
- Ketiga - Panitia ujian melalui Ketua Pelaksanaanya menyampaikan laporan kepada Rector Universitas Indonesia, bilamana disortasi calon doktor tersebut sudah memenuhi persyaratan yang ditentukan dan yang bersangkutan diizinkan menempuh ujian promosi doktor;
- Kemapat - Biaya pelaksanaan kegiatan ini dibebankan pada anggaran yang relevan di Fakultas Teknik Universitas Indonesia;
- Kelima - Keputusan ini berlaku sejak tanggal ditetapkan sampai dengan calon doktor tersebut berhasil menyelesaikan pendidikan program Doktor di Universitas Indonesia dengan ketentuan bilamana di kemudian hari terdapat kekeliruan, akan diadakan perbaikan sebagaimana mestinya.

Ditetapkan di Jakarta
Pada tanggal 25 Juli 2008

A.n. Rector
Wakil Rector Bidang Akademik dan
Kemahasiswaan

Dr. Ir. Muhammad Anis, M.Met
NIP 131 475 422

Tembusan Yth:

1. Rector;
2. Sekretaris Universitas;
3. Dekan Fakultas Teknik;
4. Direktur Pendidikan;
5. KPS Teknik Metalurgi dan Material Fakultas Teknik;
6. Yang bersangkutan.