

Sintesis Nanokomposit Karbon-TiO₂ Sebagai Anoda Baterai Lithium

Aflahannisa*, Astuti

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas, Padang
Kampus Unand Limau Manis, Pauh Padang 25163
*aflahannisa2011@yahoo.com

ABSTRAK

Sintesis material anoda baterai lithium telah dilakukan dengan bahan baku dari karbon aktif dan titanium dioksida (TiO₂). Pembuatan karbon aktif dilakukan dengan mengaktivasi tempurung kemiri menggunakan larutan H₃PO₄ 2,5% sebagai aktivator dengan temperatur aktivasi 700 °C. Selanjutnya dibuat material anoda dengan menggunakan metode *solid state reaction* dengan variasi massa karbon aktif-TiO₂ yaitu 5% : 95%, 10% : 90%, 15% : 85% dan 20% : 80%. Material anoda dibuat dalam bentuk pellet dan dikarakterisasi menggunakan SEM, XRD, LCR Meter dan *Cyclic Voltammetry*. Hasil SEM menunjukkan bahwa material anoda yang terbuat dari karbon aktif dan TiO₂ tercampur hampir merata. Hasil XRD menunjukkan bahwa titanium dioksida (TiO₂) memiliki struktur kristal yang sama yaitu *Tetragonal* dan karbon pada variasi massa karbon-TiO₂ (20% : 80% dan 15% : 85%) memiliki struktur kristal *Hexagonal* sedangkan variasi massa karbon-TiO₂ (10% : 90% dan 5% : 95%) memiliki struktur kristal *Rhombohedral*. Konduktivitas listrik tertinggi didapatkan pada variasi massa karbon-TiO₂ (10%:90%) yaitu $1,11 \times 10^{-7}$ S/cm dan kapasitansi tertinggi didapatkan variasi massa karbon-TiO₂ (20%:80%). Kata kunci: baterai lithium, karbon aktif, TiO₂, konduktivitas, kapasitansi

ABSTRACT

Synthesizing anode material of lithium battery has been done with the raw materials made from active carbon and titanium dioxide (TiO₂). The manufacturing of active carbon was done by activating from charcoal candlenut using H₃PO₄ solution as activator with activation temperature of 700 °C. Lithium battery anode was made using solid state reaction method with mass variation of activated carbon-TiO₂ of 5% : 95%, 10% : 90%, 15% : 85% and 20% : 80%. The anode material was manufactured in pellets form and characterized using SEM, XRD, LCR Meter and Cyclic Voltammetry. SEM images show that anode material which was made from active carbon and titanium dioxide (TiO₂) have been mixed almost uniformly. XRD patterns shows that titanium dioxide (TiO₂) has the same crystal structure that is Tetragonal and the carbon in variation of mass carbon-TiO₂ (20% : 80%) and (15% : 85%) has crystal Hexagonal structure while carbon with variation of mass carbon-TiO₂ (10% : 90% and 5% : 95%) has Rhombohedral crystal structure. The anode with variation of mass carbon-TiO₂ of (10%:90%) have the highest electrical conductivity of $1,11 \times 10^{-7}$ S/cm and sample with mass carbon-TiO₂ (20%:80%) have the highest capacitance.

Keywords: lithium battery, active carbon, TiO₂, conductivity, capacitance

I. PENDAHULUAN

Baterai merupakan teknologi penyimpanan energi listrik. Laptop, kamera digital dan telepon genggam merupakan contoh pengaplikasian penggunaan kinerja baterai. Kinerja baterai melibatkan transfer elektron yang bersifat konduktif. Transfer elektron terjadi dari elektroda negatif (anoda) ke elektroda positif (katoda) sehingga menghasilkan arus listrik dan beda potensial.

Baterai yang banyak digunakan sebagai media penyimpanan energi yaitu baterai litium. Baterai litium adalah baterai isi ulang yang banyak dikembangkan dibidang industri karena memiliki kapasitas penyimpanan yang lebih baik, tidak memiliki sifat *memory effect* dan dapat diisi ulang. Baterai litium memiliki daya serap yang tinggi, ringan, kepadatan energi yang tinggi dan bisa dipakai berkali-kali. Baterai litium merupakan baterai yang dapat mengkonversi energi kimia menjadi energi listrik melalui proses elektrokimia, dimana komponen sel baterai litium terdiri dari elektroda, elektrolit dan separator. Elektroda baterai litium terdiri dari katoda dan anoda. Anoda pada baterai litium terbuat dari litium hidroksida (LiOH) dan karbon aktif (Negara dan Astuti, 2015).

Indikator kerja baterai litium adalah kapasitas, kemampuan siklus elektrokimia yang bergantung kepada bahan anoda. Dalam Subhan (2011), Sawai (1994) dan Ohzuku dkk (2001) menyatakan bahwa elektroda negatif pada baterai konvensional terbuat dari grafit karena biaya

yang murah, kepadatan energi yang tinggi (2,21 g/cc) dan potensial yang rendah. Kekurangan dari grafit yaitu grafit hanya bisa beroperasi pada potensial rendah dan pembentukan pola litium yang tidak teratur (dendritik) pada permukaan anoda grafit dan siklus hidup baterai yang pendek (Zhao, dkk., 2015).

Untuk mengurangi siklus pendek yang terjadi dan dapat beroperasi pada potensial yang tinggi bahan grafit didoping dengan TiO₂. Keuntungan menggunakan TiO₂ yaitu stabilitas yang baik, kepadatan arus yang tinggi serta peningkatan kapasitas kerja baterai. Selain itu TiO₂ dapat bekerja pada potensial tinggi untuk menghindari reaksi dengan elektrolit organik dan sirkuit pendek yang disebabkan oleh ekspansi elektroda.

TiO₂ memiliki 3 jenis struktur kristal yaitu *anatase*, *rutil*, dan *brookite*. *Brookite* dan *rutil* memiliki kapasitas yang kecil untuk menampung Li⁺. Sedangkan *anatase* memiliki kapasitas yang lebih besar dalam penyisipan ion lithium. TiO₂ hanya memiliki kapasitas energi 168 mAhg⁻¹ dikarenakan konduktivitas elektronik dan jumlah ion Li⁺ yang sedikit sehingga membatasi aplikasi TiO₂ sebagai anoda baterai litium.

Karbon aktif digunakan sebagai bahan anoda litium bertujuan untuk memperluas permukaan material dengan munculnya pori-pori pada material dan dapat meningkatkan sifat penyerapannya. Karbon aktif yang akan digunakan dalam pencampuran TiO₂ yaitu karbon aktif yang berasal dari tempurung kemiri. Tempurung kemiri adalah bahan yang mengandung karbon dan berpori sehingga dapat diolah untuk menghasilkan karbon aktif (Lempang, dkk., 2009).

Pada penelitian ini akan disintesis material anoda baterai litium menggunakan bahan baku karbon-TiO₂ yang terbuat dari tempurung kemiri dengan variasi massa TiO₂. Partikel TiO₂ yang digunakan adalah fase anatase (Bratachem). Nanokomposit karbon-TiO₂ dibuat dengan metode *solid state reaction*, dimana keunggulan metode ini yaitu menggunakan temperatur tinggi sehingga dapat menjaga kemurnian kristal dan mempunyai kristalinitas yang baik. Pengaruh variasi massa TiO₂ dalam nanokomposit karbon-TiO₂ akan dilihat berdasarkan sifat listrik, struktur kristal dan morfologinya. Untuk mengukur ukuran kristal digunakan persamaan *Sherrer*.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

II. METODE

2.1 Pembuatan Karbon Aktif Tempurung Kemiri

Tempurung kemiri dibersihkan kemudian dipanaskan dalam *furnance* pada temperatur 500 °C selama 20 menit. Setelah itu dihaluskan menggunakan *Los Angeles Abrasion Machine* hingga berbentuk serbuk. Serbuk tersebut diayak dengan *Standard test 200 Smesh*, kemudian direndam dengan larutan H₃PO₄ dengan konsentrasi 2,5% selama 24 jam. Setelah direndam, dipanaskan menggunakan *furnace* pada temperatur 700 °C dan menghasilkan karbon aktif. Karbon aktif dicuci dengan aquades hingga pH netral kemudian dikeringkan dalam *furnace* pada temperatur 120 °C. Karbon aktif yang telah dikeringkan dikarakterisasi menggunakan SEM untuk melihat morfologi permukaan, ukuran pori dan ukuran partikel.

2.2 Preparasi Komposit Karbon-TiO₂

Komposit karbon-TiO₂ dibuat dengan cara mencampurkan karbon aktif dengan TiO₂ dengan rasio massa 5% : 95%, 10% : 90%, 15% : 85% dan 20% : 80%. Kemudian komposit tersebut dikalsinasi pada temperatur 400°C selama 6 jam menggunakan *furnace*.

2.3 Pembuatan Bahan Anoda

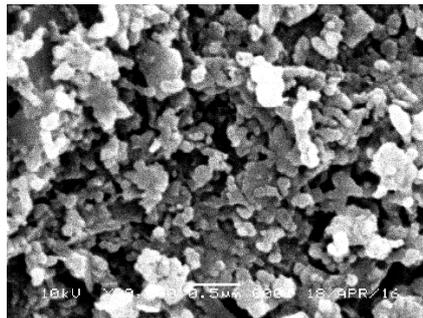
Bahan baku berupa 1 g serbuk LiOH dan 2 g komposit karbon-TiO₂ dicampur, diaduk dan digerus. PEG 6000 sebanyak 45 g dilarutkan dengan 60 mL etanol 95% didalam gelas ukur dengan temperatur 50 °C dan diaduk menggunakan *Hot Plate Magnetic Stirrer*. Campuran komposit karbon-TiO₂ dimasukkan kedalam gelas ukur yang berisi PEG 6000 kemudian diaduk dan diikuti dengan penambahan asam sitrat 4 molar hingga pH 4-5. Setelah pH tercapai, suhu pengadukan dinaikkan hingga 100 °C selama 1 jam hingga berbentuk gel. Gel tersebut dimasukkan kedalam cawan lalu dikalsinasi dalam *furnace* pada temperatur 300 °C. Gel yang

kering dicetak dalam bentuk pellet dan kemudian *disintering* pada temperatur 400 °C dalam *furnace*. Pellet dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, CV Meter dan LCR Meter.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Mofologi dan Ukuran Partikel Permukaan Karbon Aktif

Berdasarkan Gambar 1 terlihat bahwa terbentuknya pori-pori dengan distribusi pori-pori pada permukaan karbon aktif hampir merata. Pori-pori yang terbentuk diakibatkan karena adanya proses aktivasi pada temperatur 500 °C sehingga pori-pori pada permukaan aktif banyak yang terbuka. Hal ini juga dikarenakan adanya pemberian larutan pengaktivasi H_3PO_4 yang dapat mengurangi hidrokarbon yang terdapat pada permukaan karbon aktif. Ukuran partikel yang terdapat pada permukaan karbon aktif dihitung menggunakan *software ImageJ*. Perhitungan menunjukkan ukuran partikel karbon aktif berkisar antara 30-70 nm.



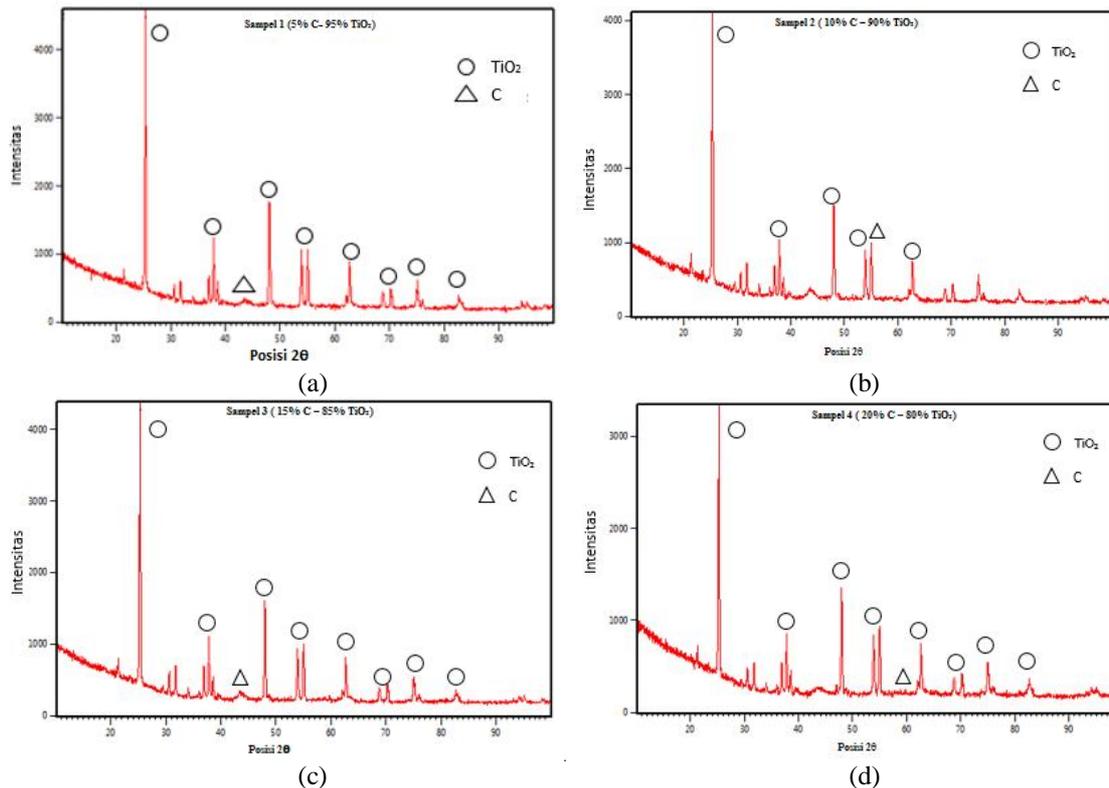
Gambar 1 Foto SEM karbon aktif dengan pembesaran 30.000x

3.2 Struktur dan Ukuran Kristal

Pengamatan struktur kristal yang terbentuk dalam material anoda dengan variasi massa karbon-TiO₂ (5% : 95%, 10% : 90%, 15% : 85% dan 20% : 80%) dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* yang dicocokkan dengan ICCD (*International Centre for Diffraction Database*) pada PDF (*Powder Diffraction File*).

Pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa TiO₂ yang terbentuk untuk setiap sampel mengalami pergeseran nilai puncak tertinggi. Semakin besar penambahan massa karbon maka semakin besar pertambahan pergeseran nilai puncak tertinggi pada fasa TiO₂. Karbon juga mengalami pergeseran nilai puncak tertinggi. Dimana semakin besar penambahan massa TiO₂ maka semakin besar perubahan nilai puncak tertinggi. Tetapi pada massa 15% karbon dan 85% TiO₂ terjadi penurunan nilai puncak tertinggi. Penurunan nilai puncak tertinggi ini disebabkan karena pencampuran TiO₂ dan karbon kurang merata. Pada sampel keempat yaitu 20% karbon dan 80% TiO₂ kembali terjadi penambahan nilai puncak tertinggi.

Ketiga material anoda dengan variasi massa karbon-TiO₂ 10% : 90%, 15% : 85% dan 20% : 80% memiliki struktur kristal titanium dioksida (TiO₂) yang sama yaitu *Tetragonal* dengan nomor PDF yang sama yaitu 01-075-8897, sedangkan material anoda dengan variasi massa karbon-TiO₂ 5% : 95% memiliki struktur kristal titanium dioksida (TiO₂) yang sama dengan ketiga material anoda yang lainnya tetapi memiliki nomor PDF yang berbeda yaitu 01-078-2486. Dua material anoda dengan variasi massa karbon-TiO₂ 20% : 80% dan 15% : 85% memiliki struktur karbon yang sama yaitu *Hexagonal* dengan nomor PDF yang berbeda, sedangkan dua material anoda lainnya dengan variasi massa karbon-TiO₂ 10% : 90% dan 5% : 95% memiliki struktur kristal yang sama yaitu *Rhombohedral* dengan nomor PDF yang berbeda. Menurut Ratnasari dan Purwaningsih (2014) perbedaan nomor PDF ini disebabkan adanya proses *sintering*/pemanasan sehingga terjadi *vacancy* kation.



Gambar 2 Hasil uji XRD material anoda dengan variasi massa (a) 5% karbon dan 95% TiO_2 , (b) 10% karbon dan 90% TiO_2 , (c) 15% karbon dan 85% TiO_2 dan (d) 20% karbon dan 80% TiO_2

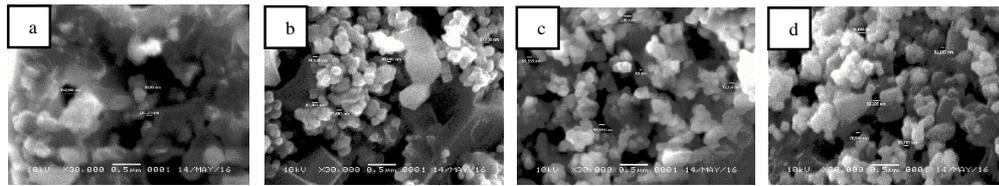
Dari hasil pengujian XRD, dapat ditentukan ukuran kristal yang terdapat pada material anoda. Ukuran kristal pada material anoda dihitung menggunakan persamaan *Scherrer* pada Persamaan (1). Hasil perhitungan ukuran kristal material anoda dengan variasi massa karbon- TiO_2 (5% : 95%, 10% : 90%, 15% : 85% dan 20% : 80%) dilihat pada Tabel 1. Dari Tabel 1, dapat disimpulkan bahwa terjadi perubahan ukuran kristal dengan variasi massa karbon terhadap TiO_2 . Penambahan massa karbon menyebabkan terjadinya peningkatan ukuran kristal, yang terbesar yaitu pada sampel 2 dengan massa karbon 10%. Namun ukuran kristal menurun jika massa karbon terus ditingkatkan seperti pada sampel 3 dan 4, dimana ukuran kristal menjadi 44,76 nm.

Tabel 1 Ukuran kristal material anoda

Variasi Massa	Unsur	K	λ (nm)	β (rad)	θ ($^\circ$)	D (nm)
5% Karbon dan 95% TiO_2	C	0,9	0,154	$2,23 \times 10^{-3}$	21,7091	66,89
10% Karbon dan 90% TiO_2	C	0,9	0,154	$8,92 \times 10^{-4}$	27,5021	175,17
15% Karbon dan 85% TiO_2	C	0,9	0,154	$1,57 \times 10^{-3}$	27,4944	99,52
20% Karbon dan 80% TiO_2	C	0,9	0,154	$1,56 \times 10^{-3}$	27,4944	44,76

3.3 Morfologi Permukaan Material Anoda

Morfologi permukaan dari material anoda baterai litium dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan pembesaran 30.000x. Dari Gambar 3 terlihat permukaan material anoda yang berbeda-beda untuk setiap variasi massa nanokomposit karbon- TiO_2 (5% : 95%, 10% : 90%, 15% : 85% dan 20% : 80%).

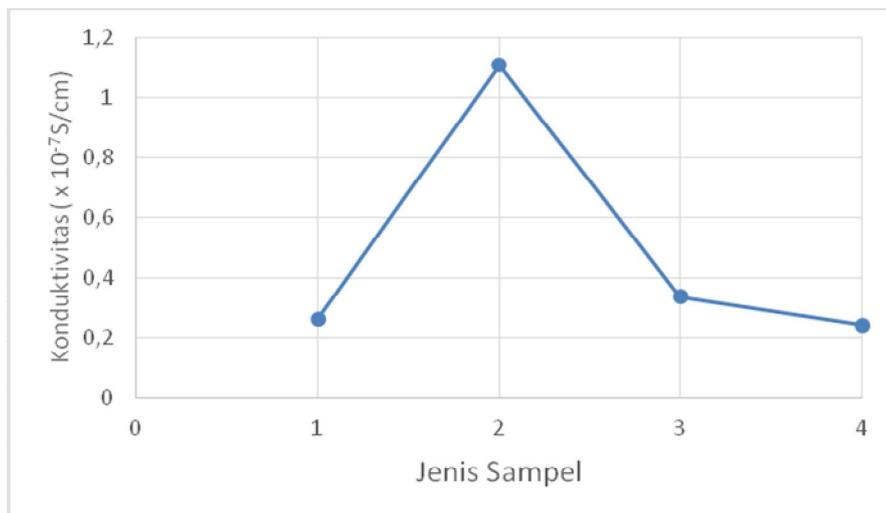


Gambar 3 Hasil SEM material anoda dengan variasi massa (a) 5% karbon dan 95% TiO₂, (b) 10% karbon dan 90% TiO₂, (c) 15% karbon dan 85% TiO₂ dan (d) 20% karbon dan 80% TiO₂

Pengukuran ukuran pori dan partikel dengan pembesaran 30.000x menggunakan bantuan *software* ImageJ. Dari Gambar 3 (a) dapat dilihat bahwa sampel ini memiliki pori-pori dan partikel dengan jumlah yang lebih banyak dibandingkan dengan variasi massa karbon-TiO₂ yang lainnya. Pori-pori dan partikel yang terbentuk pada variasi massa TiO₂ 95% dan karbon 5% ini memiliki bentuk yang tidak teratur. Gambar 3 (b) menjelaskan bahwa permukaan material anoda memiliki jumlah pori dan jumlah partikel yang sedikit dari pada variasi massa karbon-TiO₂ 5% : 95%. Pori-pori yang terbentuk pada variasi massa karbon 10% dan TiO₂ 90% ini memiliki bentuk yang tidak beraturan sedangkan partikelnya memiliki bentuk segi enam, lingkaran, persegi panjang dan tidak beraturan. Gambar 3 (c) menunjukkan bahwa permukaan material anoda memiliki jumlah pori dan jumlah partikel yang lebih banyak dari pada variasi massa karbon-TiO₂ 10% : 90%. Pori-pori yang terbentuk pada variasi massa karbon 15% dan TiO₂ 85% ini memiliki bentuk yang tidak beraturan sedangkan partikelnya memiliki bentuk yang hampir seragam. Gambar 3 (d) menunjukkan bahwa permukaan material anoda dengan variasi massa 20% karbon dan 80% TiO₂ memiliki jumlah pori dan jumlah partikel yang paling sedikit dari pada variasi massa karbon-TiO₂ lainnya. Pori-pori yang terbentuk pada variasi massa karbon 20% dan TiO₂ 80% ini memiliki bentuk yang tidak beraturan sedangkan partikelnya memiliki bentuk seperti lingkaran dan tidak beraturan

3.4 Konduktivitas Listrik Material Anoda

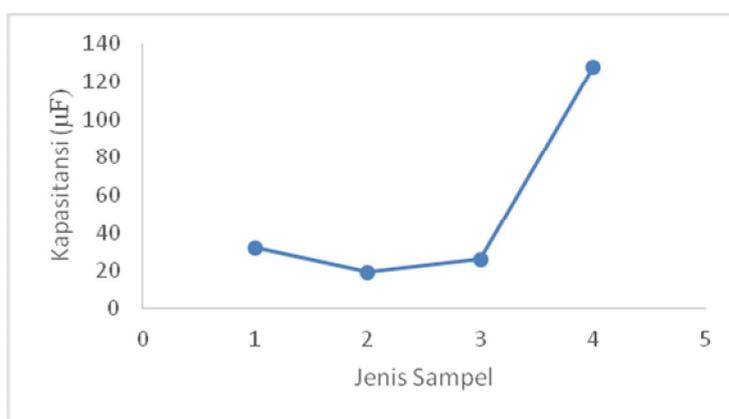
Pengukuran konduktivitas listrik material anoda yang dibuat dalam bentuk pellet dilakukan dengan menggunakan LCR Meter *Model* TH2820. Hasil yang didapatkan menggunakan LCR Meter yaitu nilai resistansi. Berdasarkan Gambar 4 dapat diketahui bahwa nilai konduktivitas listrik pada sampel 2 dengan variasi massa 10% karbon dan 90% TiO₂ memiliki nilai konduktivitas yang tertinggi yaitu sebesar $1,11 \times 10^{-7}$ S/cm. Disamping mempunyai jumlah pori-pori yang lebih sedikit, sampel 2 juga memiliki ukuran kristal yang lebih besar. Hal ini menyebabkan tingginya tingkat keteraturan atom dalam kristal sehingga meningkatkan nilai mobilitas elektron. Pada bahan material anoda dengan variasi massa karbon-TiO₂ (5%:95%, 15%:85% dan 20%:80%) nilai konduktivitas yang didapatkan lebih kecil dari pada sampel 2. Dilihat dari hasil karakterisasi SEM didapatkan ukuran pori-pori yang lebih kecil dari pada ukuran pori-pori pada material anoda 10% karbon dan 90% TiO₂ sehingga menghasilkan nilai konduktivitas yang lebih kecil.



Gambar 4 Grafik nilai konduktivitas listrik material anoda dengan variasi massa (1) 5% karbon dan 95% TiO_2 , (2) 10% karbon dan 90% TiO_2 , (3) 15% karbon dan 85% TiO_2 dan (4) 20% karbon dan 80% TiO_2

3.5 Karakterisasi Kapasitansi

Pengujian *Cyclic Voltametry* bertujuan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari material anoda baterai lithium. Data yang diperoleh berupa grafik voltammogram, yaitu kurva voltammogram yaitu kurva perbandingan antara potensial (V) terhadap arus (A). Pengujian CV meter menggunakan lembaran *stainless steel* sebagai elektroda. Dari Gambar 5 dapat dilihat bahwa nilai kapasitansi material anoda pada variasi massa karbon- TiO_2 5%:95%, 10%:90% dan 15%:85% berturut-turut yaitu 32,13 μF , 19,25 μF dan 25,95 μF . Sedangkan material anoda dengan variasi massa 20% karbon dan 80% TiO_2 didapatkan nilai kapasitansi sebesar 128 μF . Dilihat dari morfologi permukaannya, material anoda pada variasi massa ini lebih padat dibandingkan dengan variasi massa lainnya. Kepadatan material anoda berpengaruh terhadap transfer elektron antar partikel. Jika semakin padat materialnya maka akan semakin lancar proses pengisian dan pengosongannya. Selain itu luas permukaan juga mempengaruhi, dimana semakin besar luas permukaannya maka semakin besar nilai kapasitansinya. Berdasarkan grafik voltammogram menggunakan CV, arus puncak maksimum didapatkan sebesar 0,00128mA.



Gambar 5 Grafik nilai kapasitansi material anoda baterai lithium dengan variasi massa (1) 5% Karbon dan 95% TiO_2 , (2) 10% Karbon dan 90% TiO_2 , (3) 15% Karbon dan 85% TiO_2 dan (4) 20% Karbon dan 80% TiO_2

IV. KESIMPULAN

Material anoda baterai lithium dibuat dengan bahan baku karbon aktif dan TiO_2 dalam bentuk pellet menggunakan metode *solid state reaction* dengan menggunakan variasi massa karbon dan TiO_2 . Karbon aktif memiliki ukuran partikel 30-70 nm. Hasil karakterisasi XRD

menunjukkan bahwa variasi massa karbon-TiO₂ 5% : 95% dan 10% : 90% memiliki fasa karbon dengan struktur kristal *Rhombohedral* dan variasi massa karbon-TiO₂ 15% : 85% dan 20% dan 80% memiliki fasa karbon dengan struktur kristal *Hexagonal*. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa variasi massa karbon-TiO₂ 5% : 95%, 10% : 90%, 15% : 85% dan 20% : 80% memiliki fasa TiO₂ dengan struktur kristal *Tetragonal* (Fasa Anatase). Hasil karakterisasi LCR Meter menunjukkan bahwa sampel 2 dengan variasi 10% karbon dan 90% TiO₂ memiliki nilai konduktivitas tertinggi yaitu sebesar $1,11 \times 10^{-7}$ S/cm. Hasil karakterisasi *Cyclic Voltametry* menunjukkan bahwa sampel 4 dengan variasi maasa 20% karbon dan 80% TiO₂ memiliki nilai kapasitansi tertinggi yaitu 128 μ F.

DAFTAR PUSTAKA

- Lempang, M., Syafii, W. dan Pari, G., 2012, Sifat dan Mutu Arang Aktif Tempurung Kemiri (Properties and Quality of Candlenut Shell Activated Charcoal), Jurnal Penelitian Hasil Hutan, Vol. 30, No. 2, Bogor.
- Negara, V.I.S dan Astuti, 2015, Pengaruh Temperatur Sintering Karbon Aktif Berbasis Tempurung Kemiri terhadap Sifat Listrik Anoda Baterai Litium, Vol. 4, No. 2, Jurnal Fisika Unand, 178-184.
- Subhan, A., Prihandoko, B. dan Zulfia, A., 2011, Pembuatan Komposit Anoda Li₄Ti₅O₁₂, Jurnal Ilmu Teknologi TELAAH, Volume 29, Tangerang
- Zhao, C., Liu, L., Zhang, Q., Rogers, J., Zhao, H. dan Li, Y., 2015, Synthesis of Carbon-TiO₂ Nanocomposite with Enhanced Reversible Capacity and Cyclic Performance as Anodes for Lithium-Ion Batteries, Elsevier, 288-296.