

Pembuatan Elektrolit Padat $\text{KMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ dengan Variasi Konsentrasi Larutan Kalium Asetat

Cipto Harjono^a, Linda Suyati^a, Rahmad Nuryanto^{a*}

^a Physical Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang

* Corresponding author: nuryantorahmad@live.undip.ac.id

Article Info

Keywords:

Potassium acetate, Solid electrolytes, Conductivity, FTIR and XRD

Kata kunci:

Kalium asetat, Elektrolit padat, Konduktivitas, FTIR dan XRD

Abstract

The fabrication process of solid electrolyte $\text{KMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ with variation of concentration of potassium acetate solution has been conducted. Potassium as a metal ion in a solid electrolyte serves as an energy producer by an electrolysis process so the effect of concentration changes on structure and conductivity need to be reviewed in. This research used gradual heating and sol-gel method by mixing CH_3COOK solution of 0,1–0,5 M, $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 0,3M, $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ and $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 0,3 M with stirring and heating at 80°C , drying at 175°C and calcination of 650°C . Increased concentration resulted in a decrease in conductivity i.e. at a concentration of 0.1 M, the conductivity was 36.90 S/m whereas at a concentration of 0.5 M, the conductivity was 13.75 S/m. FTIR results showed a peak of 3332.99 cm^{-1} and 3170.97 cm^{-1} (K–O–Mn bending), 594.08 cm^{-1} and 478.35 cm^{-1} (Mg–O stretching), 1450.47 cm^{-1} and 1404.18 cm^{-1} (K–O stretching). The XRD results showed that all products in crystalline form and the structure formula was $\text{KMn}_{1,7}\text{Mg}_{0,3}\text{O}_4$.

Abstrak

Proses pembuatan elektrolit padat $\text{KMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ dengan variasi konsentrasi larutan kalium asetat telah dilakukan. Kalium sebagai ion logam dalam elektrolit padat berfungsi sebagai penghasil energi dengan proses elektrolisis sehingga perlu ditinjau pengaruh perubahan konsentrasi terhadap struktur dan daya hantar (konduktivitas). Penelitian ini menggunakan pemanasan secara bertahap dan metode sol-gel yaitu dengan mencampurkan larutan CH_3COOK 0,1–0,5M, $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 0,3M, $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 0,3M dengan pengadukan disertai pemanasan suhu 80°C , pengeringan pada 175°C , dan kalsinasi 650°C . Peningkatan konsentrasi mengakibatkan penurunan konduktivitas yaitu pada konsentrasi 0,1 M sebesar 36,90 S/m menjadi 13,75 S/m pada konsentrasi 0,5 M. Hasil FTIR menunjukkan adanya puncak $3332,99\text{ cm}^{-1}$ dan $3170,97\text{ cm}^{-1}$ (K–O–Mn bending), $594,08$ dan $478,35\text{ cm}^{-1}$ (Mg–O stretching), $1450,47$ dan $1404,18\text{ cm}^{-1}$ (K–O stretching). Hasil XRD menunjukkan bahwa semua produk dalam bentuk kristalin dan struktur yang terbentuk adalah $\text{KMn}_{1,7}\text{Mg}_{0,3}\text{O}_4$.

1. Pendahuluan

Salah satu energi alternatif yang dikembangkan oleh para ilmuwan untuk mengatasi masalah ketergantungan terhadap sumber daya alam berupa minyak bumi adalah baterai [1]. Baterai merupakan sumber energi kimiawi yang dapat menghasilkan energi listrik dan mempunyai beberapa kelebihan yaitu dapat diisi ulang, ringan dan dapat menyimpan energi yang

cukup besar [2]. Beberapa komponen baterai yaitu elektroda, elektrolit, dan separator [3].

Daya simpan energi yang cukup besar memberikan inspirasi kepada para ilmuwan dalam mengembangkan baterai untuk memperbaiki kualitasnya [4]. Salah satu perkembangan yang dilakukan adalah meningkatkan kualitas elektrolit pada baterai dengan cara mengubah elektrolit cair (pasta) menjadi elektrolit padat [5].

Elektrolit merupakan suatu zat terlarut dalam larutan yang berfungsi sebagai konduktor elektrik [6]. Pembuatan elektrolit padat pada baterai telah banyak dikembangkan dari tahun 1973 sampai 2002 oleh para peneliti seperti Meluca, Bullock, West, James, dsb.

Nilai konduktivitas yang kecil merupakan kelemahan dalam penelitian sehingga digunakan sebuah cara yaitu metode sol-gel pada awal 2004 oleh Suresh. Metode sol-gel adalah suatu metode dalam pembuatan elektrolit padat dengan adanya pembentukan materi menjadi sol dan gel [7]. Sejak pengembangan baterai Li-ion yaitu penggunaan logam lithium dalam LiMn_2O_4 seorang peneliti dari India yaitu Suryakala mulai meneliti pembuatan elektrolit padat dengan metode sol-gel [8]. Prosedur yang lebih sederhana dengan menyisipkan logam Mg dalam struktur LiMnO_4 antara lain menghasilkan ukuran partikel yang seragam, struktur kristal rapih, dan kapasitas isi ulang mencapai 140 mAhg^{-1} akan tetapi terdapat kelemahan yaitu waktu kalsinasi yang lama [9]. Penyisipan logam Mg diharapkan dapat memperbaiki sifat elektrokimia dari LiMn_2O_4 yaitu struktur dan bentuk produk menjadi lebih baik sehingga lebih stabil [9].

Penelitian kali ini untuk mengetahui hubungan konsentrasi dengan konduktivitas dan menentukan karakteristik elektrolit padat $\text{KMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$. Penggantian logam Li oleh logam K dalam penelitian ini disebabkan oleh lebih elektropositif, mudah membentuk ion, termasuk golongan 1A, kandungannya melimpah yang terdapat di air laut seluruh perairan Indonesia dan diharapkan mempunyai nilai konduktivitas elektrolit padat $\text{KMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ lebih tinggi daripada $\text{LiMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$.

Pembuatan elektrolit padat $\text{KMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ dengan memvariasi konsentrasi larutan kalium asetat yang digunakan sehingga dapat diketahui efisiensinya [10], pengadukan secara konstan disertai dengan pemanasan, penguapan dan kalsinasi dengan waktu yang lebih cepat [9]. Uji yang dilakukan untuk analisa elektrolit padat $\text{KMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ adalah uji konduktivitas, *Fourier Transform-Infrared (FT-IR)* dan *X-Ray Diffraction (XRD)*.

2. Metode Penelitian

Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan antara lain larutan kalium asetat, magnesium asetat, mangan asetat, asam sitrat dan aquabides. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas standar, *magnetic stirrer*, oven, *furnace* dan multimeter.

Variabel yang dinilai adalah konduktivitas elektrolit padat $\text{KMn}_{1,7}\text{Mg}_{0,3}\text{O}_4$. Variabel yang diubah pada pembuatan elektrolit padat $\text{KMn}_{1,7}\text{Mg}_{0,3}\text{O}_4$ adalah konsentrasi larutan kalium asetat. Variabel yang dikonstantakan adalah volume larutan elektrolit dan konsentrasi larutan magnesium asetat, mangan asetat dan asam sitrat.

Preparasi Sampel

Pembuatan larutan CH_3COOK 0,1–0,5M dengan melarutkan kristal $\text{CH}_3\text{COOK}\cdot\text{H}_2\text{O}$ 0,1963; 0,3926; 0,5889; 0,7852 dan 0,9815 g dilanjutkan dengan penambahan aquabides sampai 20 mL. Pembuatan larutan $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 0,3M dengan melarutkan kristal $\text{MgSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 1,4788 g dengan aquabides sampai volume 20 mL dan dicampurkan dengan larutan $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 0,3M. Pembuatan larutan $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 0,3M dengan melarutkan kristal $\text{MnSO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ 1,014 g dengan aquabides sampai volume 20 mL dan dicampurkan dengan larutan $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 0,3M.

Pembuatan elektrolit padat $\text{KMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$

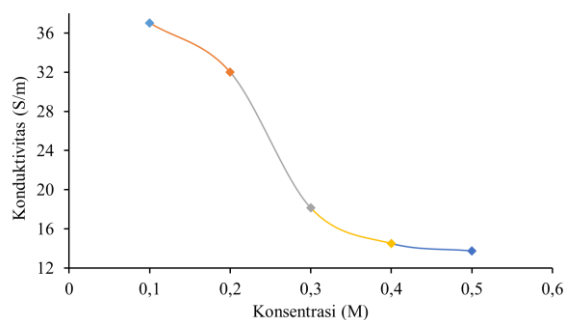
Pembuatan kristal $\text{KMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ dilakukan dengan mencampurkan larutan CH_3COOK , $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ dan penambahan larutan asam sitrat. Pengadukan secara konstan selama 2 jam dan pemanasan dengan suhu 80°C selama 2 jam, pengeringan dengan suhu 175°C selama 12 jam, dan kalsinasi dengan suhu 650°C selama 6 jam.

Analisis FTIR & XRD

Analisis Spektroskopi FTIR dilakukan untuk menentukan senyawa dari interaksi antar atom. Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui morfologi produk.

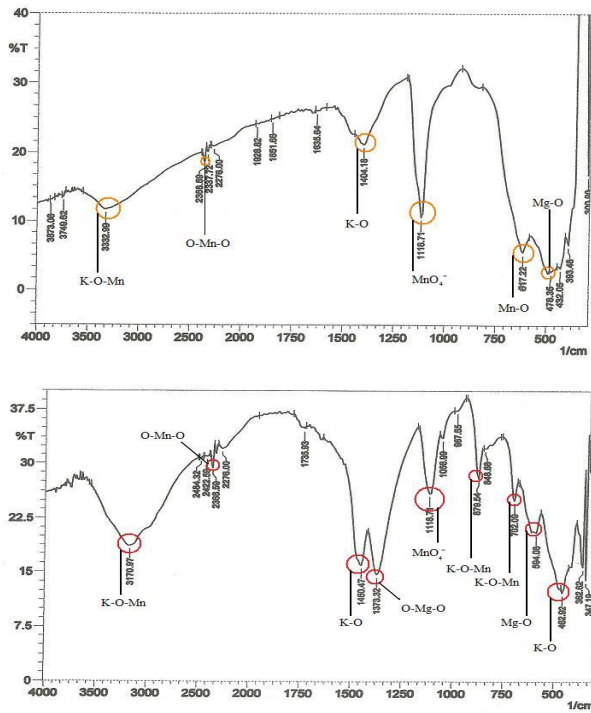
3. Hasil dan Pembahasan

Hasil pengukuran konduktivitas menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi maka semakin kecil konduktivitasnya. Hal ini disebabkan oleh semakin tinggi konsentrasi maka semakin sulit partikel untuk bergerak [11].



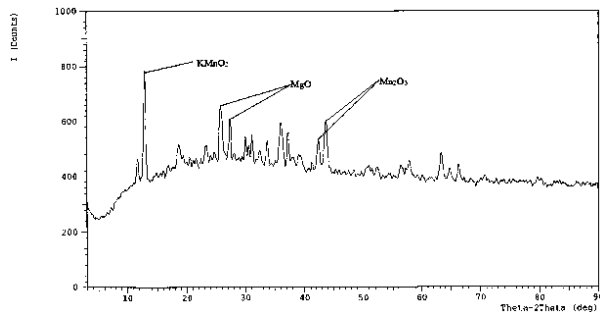
Gambar 1. Grafik perbandingan variasi konsentrasi terhadap konduktivitas

Hasil FTIR menunjukkan bahwa pada konsentrasi 0,1M dan 0,5M adanya K–O–Mn *bending* pada bilangan gelombang $3332,99$ dan $3170,97 \text{ cm}^{-1}$, Mg–O *stretching* pada bilangan gelombang $594,08$ dan $478,35 \text{ cm}^{-1}$, K–O *stretching* pada bilangan gelombang $1450,47$ dan $1404,18 \text{ cm}^{-1}$. Selain itu, tidak adanya vibrasi O–H *stretching* dari molekul yang memiliki ikatan hidrogen di daerah bilangan gelombang $3412\text{--}3448 \text{ cm}^{-1}$.



Gambar 2. Spektra FTIR $KMn_{1.7}Mg_{0.3}O_4$ untuk konsentrasi 0,1M dan 0,5M

Hasil analisis dengan XRD menunjukkan bahwa terdapat 3 peak dengan intensitas tertinggi yaitu pada 2 theta dengan nilai 29.6034 untuk MgO, 13,2545 untuk $KMnO_2$ dan 33,1000 untuk Mn_2O_3 . Semua produk elektrolit padat $KMn_{1.7}Mg_{0.3}O_4$ berupa kristalin.



Gambar 3. Spektogram XRD

4. Kesimpulan

Konsentrasi 0,1M kalium asetat merupakan nilai konduktivitas tertinggi sebesar 36,90 S/m dan konsentrasi 0,5M nilai konduktivitas terendah sebesar 13,75 S/m sehingga semakin tinggi konsentrasi kalium asetat maka semakin rendah nilai konduktivitas $KMn_{2-x}Mg_xO_4$. Hasil pembuatan elektrolit padat $KMn_{2-x}Mg_xO_4$ dengan variasi konsentrasi logam kalium berupa kristalin yaitu $KMn_{1.7}Mg_{0.3}O_4$.

5. Daftar Pustaka

[1] Vladimir S Bagotsky, Fundamentals of electrochemistry, John Wiley & Sons, 2005.
 [2] Brian Russel Einsla, High temperature polymers for proton exchange membrane fuel cells, Virginia Tech,

[3] Patrick E Trapa, You-Yeon Won, Simon C Mui, Elsa A Olivetti, Biying Huang, Donald R Sadoway, Anne M Mayes, Steven Dallek, Rubbery graft copolymer electrolytes for solid-state, thin-film lithium batteries, *Journal of the Electrochemical Society*, 152, 1, (2005) A1-A5
 [4] Steven E. Bullock, Peter Kofinas, Nanoscale battery materials based on the self-assembly of block copolymers, *Journal of Power Sources*, 132, 1, (2004) 256-260
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jpowsour.2003.12.045>
 [5] Yang-Kook Sun, Dong-Won Kim, Sung-Ho Jin, Yoo-Eup Hyung, Sung-In Moon, Dong-Kyu Park, Synthesis and cycling behavior of $LiMn_2O_4$ cathode materials prepared by glycine-assisted sol-gel method for lithium secondary batteries, *Korean Journal of Chemical Engineering*, 15, 1, (1998) 64-70
<http://dx.doi.org/10.1007/bf02705307>
 [6] Do Kyung Kim, P Muralidharan, Hyun-Wook Lee, Riccardo Ruffo, Yuan Yang, Candace K Chan, Hailin Peng, Robert A Huggins, Yi Cui, Spinel $LiMn_2O_4$ nanorods as lithium ion battery cathodes, *Nano Letters*, 8, 11, (2008) 3948-3952
<http://dx.doi.org/10.1021/nl8024328>
 [7] Manickam Minakshi Sundaram, Electrochemistry of cathode materials in aqueous lithium hydroxide electrolyte, Murdoch University, Western Australia
 [8] Ying-Shing Shiao, Ding-Tsair Su, Jui-Liang Yang, Rong-Wen Hung, Electrochemistry theorem based state-of-charge estimation of the lead acid batteries for electric vehicles, *WSEAS Transactions on Systems*, 7, 10, (2008) 1092-1103
 [9] K Suryakala, G Paruthimal Kalaignan, T Vasudevan, Synthesis and electrochemical improvement of nanocrystalline $LiMn_{2-x}Mg_xO_4$ powder using sol-gel method, *International Journal of Electrochemical Science*, 1, 7, (2006) 372-378
 [10] Tsutomu Minami, Solid state ionics for batteries, Springer Science & Business Media, 2006.
 [11] Lesley E Smart, Elaine A Moore, Solid state chemistry: an introduction, CRC press, 2012.