

ANALISIS RIETVELD KOMPONEN AKTIF BATERAI α -PbO₂ DAN β -PbO₂

Muhammad Hikam¹, Teguh Yogaraksa¹ dan Hendro Sutisna²

¹Departemen Fisika, FMIPA - UI
Kampus Baru UI, Depok 16424

²GS - Battery
Kawasan Industri Surya Cipta BTB 9, Karawang Timur

ABSTRAK

ANALISIS RIETVELD KOMPONEN AKTIF BATTERY α -PbO₂ DAN β -PbO₂. Telah diperiksa 3 buah sampel yang berbeda dari komponen baterai positif dengan pengukuran XRD standar, data yang diperoleh kemudian diproses dengan analisis *Rietveld* yang dijalankan dengan EXPGUI-GSAS. Dalam hal ini telah diperhalus lebih dari 8 parameter termasuk konstanta kisi, latar belakang, koefisien absorpsi, posisi atom, kesalahan nol pada sudut dua theta, faktor termal dan fungsi profil puncak. Semua sampel menunjukkan adanya dua fasa yaitu *scrutinyite* dan *plattnerite*, grup ruang mereka masing-masing Pbcn dan P4₂/mmm.

Kata kunci : Analisis *Rietveld*, baterai

ABSTRACT

RIETVELD ANALYSIS OF ACTIVE COMPONENT BATTERY α -PbO₂ AND β -PbO₂. We have examined 3 different specimens of positive battery component by a standard XRD measurement, we then further processed the XRD spectra by Rietveld analysis run on EXPGUI-GSAS platform. We have refined more than 8 parameters include lattice parameters, background, absorption coefficient, atomic positions, two theta zero error, thermal factors, and profile peak functions. All the samples show that they have two phases i.e. *scrutinyite* and *plattnerite*, their space groups are Pbcn and P4₂/mmm respectively.

Key words : Rietveld analysis, battery

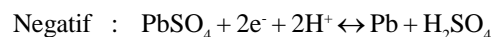
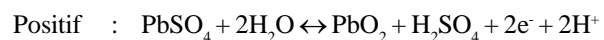
PENDAHULUAN

Penyimpanan energi merupakan proses cukup penting dalam kehidupan sehari-hari. Salah satu tata cara penyimpanan energi listrik ini dalam bentuk baterai. Pada saat sekarang ini meskipun sudah cukup banyak jenis-jenis baterai, pada akumulator jenis timbal-asam (*lead-acid*) masih dominan di pasar [1].

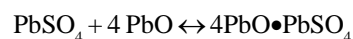
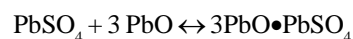
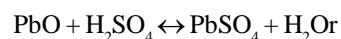
Akumulator timbal-asam modern merupakan pengembangan lebih lanjut dari penemuan Gaston Plante pada tahun 1859. Elektroda negatif merupakan timbal lunak, elektroda positif merupakan timbal dioksida pada penyangga timbal, dan larutan elektrolit merupakan asam sulfat. Ketika pembuangan muatan (*discharge*), permukaan material kedua elektroda dikonversi menjadi timbal sulfat, dan elektrolit makin menjadi encer. Garche pada tahun 2001 menunjukkan bahwa proses semacam ini masih terus menerus digunakan dan masih dapat dipercaya. Namun demikian, perubahan konsentrasi masing-masing konstituen baterai masih terbuka untuk diselidiki untuk mendapatkan kinerja baterai yang lebih optimum.

Untuk membuat formasi, plat negatif dan positif dimasukkan pada asam sulfat lemah dan dihubungkan

pada penguat. Penguat ini bertindak seperti sebuah pompa untuk memindahkan elektron dari plat positif dan mendorong mereka ke bagian negatif. Persamaan berikut merupakan penyederhanaan proses tersebut [1] :



Sementara untuk pembuatan plat sendiri digunakan reaksi :



Dalam makalah ini akan didiskusikan karakteristik kristalografi sel positif baterai yang berasal dari PT GS *Battery* untuk mendapatkan gambaran secara kualitatif dan kuantitatif jenis sel ini, sementara teknik pembuatan baterai tidak akan dibicarakan secara mendetail. Analisis *Rietveld* digunakan dalam penelitian ini untuk rekonfirmasi struktur kristal dan parameter kisi,

serta untuk mendapatkan data kuantitatif komposisi yang ada. Informasi ini sangat diperlukan untuk perbaikan proses-proses dan peningkatan kualitas pembuatan baterai pada tahap berikutnya.

METODE PERCOBAAN

Tiga buah sampel dari PT GS Battery dengan nomor kode HS01, HS02, dan HS03 diperiksa dengan *X-Ray Diffractometer Philips* tipe PW1710 di Departemen Metalurgi Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Semua pengamatan dilakukan pada suhu kamar.

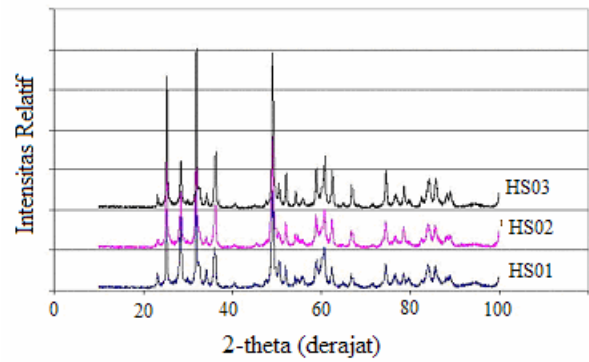
Sumber sinar-x yang digunakan berasal dari anoda Cu dengan panjang gelombang $K\alpha_1 \approx 1,54056 \text{ \AA}$ dan $K\alpha_2 \approx 1,54439 \text{ \AA}$ dengan rasio 1 : 0,5. Tegangan pemercepat elektron yang digunakan 40 kV dan arus pada filemen tabung 30 mA. Jangkauan sudut difraksi (2θ) yang diamati dari 10° sampai 100° dengan kenaikan 0,02° Waktu setiap *scan* adalah 1 detik, sehingga setiap sampel memerlukan waktu periksa sekitar 75 menit.

Ketiga spektrum XRD yang didapat kemudian diproses dengan program *APD (Automatic Powder Diffraction)* dari *Philips* untuk mendapatkan sudut-sudut difraksi dan intensitas yang berkaitan dengan hal ini [2]. Program ini memberikan informasi analisis kualitatif sampel yang diteliti. Pencocokan kurva puncak-puncak difraksi lebih lanjut dilakukan dengan *database PDF-ICDD* [3] untuk mendapatkan informasi kristalografi secara lebih lengkap. Sumber informasi dari internet juga telah digunakan untuk kelengkapan data [4]

Hasil ini kemudian digunakan sebagai masukan awal analisis *Rietveld* [5] yang dijalankan dengan *GSAS (General Structure Analysis System)* [6,7] pada platform *EXPGUI* [8]. Platform merupakan sebuah *Graphical User Interface* untuk menjalankan *GSAS* secara mudah (*User Friendly*).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kurva XRD untuk ketiga sampel dapat dilihat pada Gambar 1. Tampak sekali ada kemiripan pada ketiga kurva tersebut. Analisis kualitatif dengan *APD* menunjukkan bahwa ketiga spesimen terdiri dari dua mineral yaitu *scrutinyite* dan *plattnerite*.



Gambar 1. Kurva XRD dari sampel HS01, HS02 dan HS03

Tabel 1. Fasa-fasa yang terbentuk

Sampel	Rumus Kimia	Nama Mineral	Grup Ruang	PDF-No
HS01, HS02, HS03	α -PbO ₂	<i>Scrutinyite</i>	Pbcn	45-1416
	β -PbO ₂	<i>Plattnerite</i>	P4 ₂ /mnm	08-0185

Lebih lanjut *PDF-ICDD* [3] memberikan informasi seperti dalam Tabel 1.

Data informasi lengkap kristalografi kedua mineral tersebut terdapat dalam Tabel 2.

Data-data ini digunakan untuk masukan awal program *EXPGUI-GSAS* untuk ketiga spesimen. Untuk perbandingan kurva eksperimen dan teori telah diperhalus parameter-parameter seperti konstanta kisi, *background*, posisi atom, *two theta zero*, faktor termal, dan fungsi profil puncak Gambar 2 menunjukkan probabilitas normal untuk sampel HS01. Meskipun tidak berbentuk garis lurus, tetapi kurva ini menunjukkan bahwa proses penghalusan sudah memadai. Hal ini juga terkonfirmasi secara lebih tegas pada Gambar 3 yang menunjukkan bahwa hasil perhitungan penghalusan *Rietveld* tidak jauh berbeda dengan kurva eksperimen untuk HS01. Hal yang sama juga berlaku untuk sampel-sampel HS02 dan HS03.

Karena kesesuaian ini maka analisis ini dapat dipercaya untuk menghitung besaran-besaran yang berkaitan dengan informasi struktur kristal dan juga analisis komposisi. Dalam paper ini kami hanya akan melaporkan hasil-hasil kuantitatif karena informasi struktur kristal seperti parameter kisi dan posisi

Tabel 2. Informasi Kristalografi [3,4,9]

	Fasa	
	Scrutinyite – α -PbO ₂	Plattnerite – β -PbO ₂
Klas Simetri	Ortorombik	Tetragonal
Parameter Kisi	$a = 4,971 \text{ \AA}, b = 5,956 \text{ \AA}, c = 5,438 \text{ \AA}$	$a = 4,9578 \text{ \AA}, c = 3,3878 \text{ \AA}$
Jumlah formula per-unit	$Z = 4$	$Z = 2$
Jumlah atom per-unit	$P/U = 12$	$P/U = 6$
Posisi Atom Pb	(0,0000; 0,3317; 0,2500)	(0,0000; 0,0000; 0,0000)
Posisi Atom O	(0,7224; 0,1217; 0,4158)	(0,3067; 0,3067; 0,0000)

atom sangat serupa dengan masukan awal pada Tabel 2. Hasil analisis kuantitatif tersebut sebagai berikut : HS01 terdiri dari 70,51% α -PbO₂ dan 29,49% β -PbO₂, sementara HS02 dengan komposisi : 99,822 % α -PbO₂ dan 0,177% β -PbO₂, dan HS03 mengandung 34,48 % α -PbO₂ dan 65,52% β -PbO₂.

KESIMPULAN

Dari analisis *Rietveld* yang dilakukan dengan dengan program EXP-GUI GSAS didapatkan hal-hal sebagai berikut:

1. Secara umum analisis *Rietveld* dapat digunakan untuk semua material bahan baterai aktif yang telah diteliti dengan hasil yang memadai.
2. Pada ketiga sampel terkonfirmasi dua fasa mineral *scrutinyite* dan *plattnerite*
3. Prosentasi berat sampel yang dapat dianalisis sebagai berikut :
 - HS01: α -PbO₂ = 70,51% dan β -PbO₂ = 29,49%
 - HS02: α -PbO₂ = 99,822 % dan β -PbO₂ = 0,177%
 - HS03: α -PbO₂ = 34,48 % dan β -PbO₂ = 65,52%

UCAPAN TERIMAKASIH

Para penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada Bapak Herry Anggoro, Kepala Deputi R & D PT GS Battery yang telah memberi izin pemanfaatan sampel untuk diteliti secara kristalografi.

DAFTARACUAN

- [1]. J. GARCHE, Advanced Battery System – the End of the Lead-Acid Battery, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **3** (2001) 356-367
- [2]. B. D. CULLITY and S. R. STOCK, *Element of X-Ray Diffraction*. Third Edition. Prentice Hall, New Jersey, (2001)
- [3]. _____, PDF-ICDD (Powder Diffraction File, International Centre for Diffraction Data) database, 1998 (CD-ROM)
- [4]. <http://webmineral.com> dan <http://database.iem.ac.ru/mincryst>
- [5]. R. A. YOUNG (Ed.), *The Rietveld Method*, Oxford Science Publications, New York, (1993)
- [6]. A.C LARSON and R.B. VON DREELE, *General Structure Analysis System (GSAS)*, Los Alamos National Laboratory Report LAUR, (2000) 86-748
- [7]. M. HIKAM, H. WIJONO, B. SOEGIJONO dan R. EFFENDI, Studi Struktur Kristal Ytria Zirconia dengan Delphi dan GSAS, *J. Fis. HFI*, **A5** (2002) 567
- [8]. H. TOBY, *EXPGUI: A Graphical User Interface for GSAS*, *J. Appl. Cryst.* **34** (2001) 210-213
- [9]. T. HAHN (Ed), *International Tables for Crystallography*, Vol. A Space-Group Symmetry, 4th Ed., Klumer Academic Publishing, London, UK, (1995) 372-373