

KONDUKTIVITAS DAN SIFAT TERMAL ELEKTROLIT PADAT $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$

P. Purwanto, Safei Purnama dan E. Kartini

Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) - BATAN
Kawasan Puspipstek, Serpong, Tangerang 15314

ABSTRAK

KONDUKTIVITAS DAN SIFAT TERMAL ELEKTROLIT PADAT $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$. Bahan elektrolit padat $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ dibuat dengan mencampur bahan $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan CuI dengan metode reaksi padat. Setelah dikompaksi dan dibentuk pelet, dilakukan pemanasan pada suhu 500 °C selama 3 jam. Nilai konduktivitas $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ pada potensial 1 volt pada frekuensi rendah (0,1–100) Hz adalah $(4,5\text{-}9,7) \times 10^{-5}$ S/cm, dan pada frekuensi tinggi (0,2–100) kHz dengan nilai konduktivitas berkisar $(4\text{-}10) \times 10^{-5}$ S/cm. Pada potensial 2 volt pada frekuensi rendah nilai konduktivitasnya $(0,90\text{-}3) \times 10^{-7}$ S/cm, sedangkan pada frekuensi tinggi nilainya berkisar $(0,85\text{-}2,1) \times 10^{-7}$ S/cm. Data termal analisis menunjukkan proses endotermis, yang merupakan pelelehan dari unsur-unsur pembentuk elektrolit padat $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$.

Kata kunci : Bahan elektrolit padat $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$, termal, konduktivitas

ABSTRACT

CONDUCTIVITY AND THERMAL PROPERTIES OF SOLID STATE ELECTROLYTE OF $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$. The solid state electrolyte materials conductivity $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ have been prepared by solid state reaction. After the compaction and shaped into pellet, then the sample are annealed at the suhu 500 °C for 3 hours. The conductivity value of $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ at the voltage 1 volt for low frequency region (0.1–100) Hz with the conductivity value are $(4.5\text{-}9.7) \times 10^{-5}$ S/cm, for high frequency region (0.2–100) kHz with the conductivity value are $(4\text{-}10) \times 10^{-5}$ S/cm. The conductivity value of $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ are $(0.9\text{-}3) \times 10^{-7}$ S/cm at the voltage 2 volt with low frequency region, and for high frequency region with the conductivity value are $(0.85\text{-}2.1) \times 10^{-7}$ S/cm. The thermal data, show that endothermic peaks and the melting of substances of solid state electrolyte of $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$.

Key words : Solid state electrolyte $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$, thermal, conductivity.

PENDAHULUAN

Bahan elektrolit padat seperti beta alumina ($\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$) merupakan salah satu bahan konduktor ionik dengan nilai konduktivitasnya sekitar $\sigma > 10^{-3} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ [1].

Bahan $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ mempunyai sifat yang telah diketahui untuk mengidentifikasi terjadinya mobilisasi ion yang merupakan kemampuan untuk menggantikan ion sodium dengan kation lain dengan cara pertukaran ion. Kerapatan pada bahan $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ merupakan hal yang sangat penting, karena perubahan kerapatan dapat menyebabkan terjadinya mobilisasi ion sodium dan adanya kation logam pada bidang konduktivitas, sehingga menyebabkan $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ mempunyai konduktivitas ionik yang tinggi [2,3].

Karakteristik termal berperan dalam pembentukan $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan CuI untuk membentuk elektrolit padat dalam proses pencampuran, pembentukan dan pemanasan. Dengan mengetahui karakterisasi termal dan konduktivitas pada bahan tersebut dapat ditentukan

kestabilan termal terhadap fungsi suhu dan kestabilan konduktivitas ionik terhadap frekuensi [3].

Pencampuran CuI dengan $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ untuk pembentukan bahan komposit $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ untuk mendapatkan sifat konduktivitas yang lebih baik.

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan bahan elektrolit padat $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ sebagai bahan elektrolit padat dengan konduktivitas yang diharapkan agar dapat berfungsi sebagai baterai.

METODE PERCOBAAN

Pembuatan bahan elektrolit padat dengan mencampur antara CuI dan $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode reaksi padatan, dimana serbuk $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan CuI dengan komposisi persen berat tertentu dicampur sampai homogen lalu dilakukan proses metalurgi serbuk yaitu pengompakan dan pemanasan pada suhu 500 °C selama 3 jam.

Pelet $(CuI)_x(\beta-Al_2O_3)_{1-x}$ yang telah dianalisis dengan mempergunakan LCRmeter untuk mengukur perubahan konduktivitas ionik, analisis termal dilakukan dengan DTA untuk menentukan suhu transisi, suhu leleh dan entalpi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Konduktivitas $(CuI)_x(\beta-Al_2O_3)_{1-x}$

Telah dilakukan pengukuran konduktivitas bahan elektrolit padat $(CuI)_x(\beta-Al_2O_3)_{1-x}$ sebagai fungsi dari frekuensi dengan tegangan konstan 1 volt dan 2 volt pada suhu ruang. Hasil konduktivitas menunjukkan adanya perubahan pada konduktivitas terhadap frekuensi dan tegangan. Untuk menganalisis konduktivitas elektrolit padat $(CuI)_x(\beta-Al_2O_3)_{1-x}$ diterapkan persamaan konduktivitas $\sigma = \sigma_0 f^s$ [4], dimana σ adalah konduktivitas dan s adalah faktor eksponen *power* ($0 < s < 1$), eksponen *power* ini sudah dipengaruhi suhu untuk mencapai harga limit 1. Persamaan konduktivitas $\sigma = \sigma_0 f^s$ diubah menjadi bentuk logaritma yaitu $\log \sigma = \log \sigma_0 + s \log f$.

Hasil perhitungan konduktivitas bahan elektrolit padat $(CuI)_x(\beta-Al_2O_3)_{1-x}$ yang merupakan hasil *fitting* pada daerah frekuensi rendah (0,2-100) Hz dan tinggi (0,2-100) kHz yang dianalisis dari Gambar 1a-1e dengan hasil ditunjukkan pada Tabel 1 dan Tabel 2.

Tabel 1. Konduktivitas elektroli padat $(CuI)_x(\beta-Al_2O_3)_{1-x}$ pada v=1 volt.

Sampel	So ₁	So ₂	σ _{o1} (S/cm)	σ _{o2} (S/cm)
$(\beta-Al_2O_3)$	0,063	0,040	$4,466 \cdot 10^{-5}$	$4,746 \cdot 10^{-5}$
CuI-0,05	0,054	0,057	$9,504 \cdot 10^{-5}$	$9,612 \cdot 10^{-5}$
CuI-0,10	0,053	0,057	$8,736 \cdot 10^{-5}$	$8,772 \cdot 10^{-5}$
CuI-0,15	0,038	0,057	$9,703 \cdot 10^{-5}$	$9,141 \cdot 10^{-5}$
CuI-0,25	0,057	0,085	$5,122 \cdot 10^{-5}$	$4,213 \cdot 10^{-5}$

Tabel 2. Konduktivitas elektrolit padat $(CuI)_x(\beta-Al_2O_3)_{1-x}$ pada v=2 volt

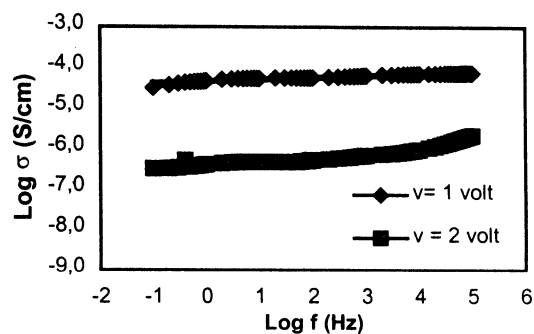
Sampel	So ₁	So ₂	σ _{o1} (S/cm)	σ _{o2} (S/cm)
$(\beta-Al_2O_3)$	0,057	0,178	$3,836 \cdot 10^{-7}$	$2,114 \cdot 10^{-7}$
CuI-0,05	0,054	0,057	$1,449 \cdot 10^{-7}$	$8,192 \cdot 10^{-8}$
CuI-0,10	0,126	0,262	$1,628 \cdot 10^{-7}$	$8,498 \cdot 10^{-8}$
CuI-0,15	0,103	0,328	$8,985 \cdot 10^{-8}$	$3,462 \cdot 10^{-8}$
CuI-0,25	0,060	0,029	$1,975 \cdot 10^{-7}$	$4,134 \cdot 10^{-8}$

Keterangan :
 CuI-0,05 = $(CuI)_{0,05}(\beta-Al_2O_3)_{0,95}$
 CuI-0,10 = $(CuI)_{0,10}(\beta-Al_2O_3)_{0,90}$
 CuI-0,15 = $(CuI)_{0,15}(\beta-Al_2O_3)_{0,85}$
 CuI-0,25 = $(CuI)_{0,25}(\beta-Al_2O_3)_{0,75}$
 σ_{o1} dan σ_{o2} = Konduktivitas daerah frekuensi rendah dan tinggi

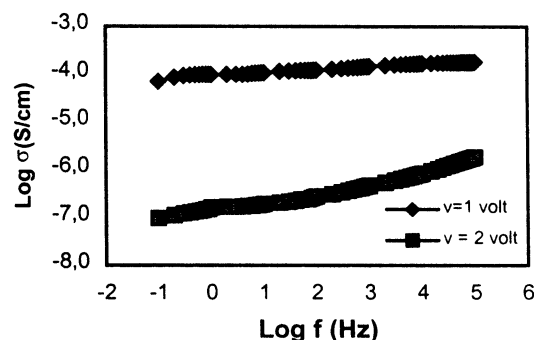
Dari Tabel 1, nilai faktor eksponen *power* (s) berkisar 0,03-0,10 pada potensial 1 volt dan 2 volt untuk frekuensi rendah 0,1 Hz sampai 100 Hz sedangkan untuk frekuensi tinggi 200 Hz sampai 100 kHz nilai faktor eksponen berkisar antara 0,29-0,33. Konduktivitas $(CuI)_x(\beta-Al_2O_3)_{1-x}$ pada potensial 1 volt untuk frekuensi rendah, nilai konduktivitas berkisar $(4,5-9,7) \times 10^{-5}$ S/cm, sedangkan untuk potensial 2 volt nilai konduktivitasnya $(0,9-3,0) \times 10^{-7}$ s/cm dan untuk frekuensi tinggi pada potensial 1 volt nilai konduktivitas berkisar $(4-10) \times 10^{-5}$ S/cm, sedangkan pada potensial 2 volt nilainya berkisar $(0,85-2,1) \times 10^{-7}$ S/cm.

Dari hasil perhitungan tersebut, baik untuk frekuensi rendah dan tinggi dengan potensial 1 volt dan 2 volt menunjukkan bahwa bahan elektrolit padat ini tergantung frekuensi. Nilai konduktivitas elektrolit padat $(CuI)_x(\beta-Al_2O_3)_{1-x}$ yang baik pada potensial 1 volt, pada frekuensi rendah dan tinggi dibandingkan nilai konduktivitas pada potensial 2 volt. Perbedaan nilai konduktivitas pada potensial yang berbeda tidak dapat dijelaskan karena setiap sampel mempunyai sifat-sifat yang berbeda. Hal ini tergantung dari sifat fisis sampel tersebut. Pada umumnya bila potensial naik, sampel tersebut konduktivitasnya akan naik.

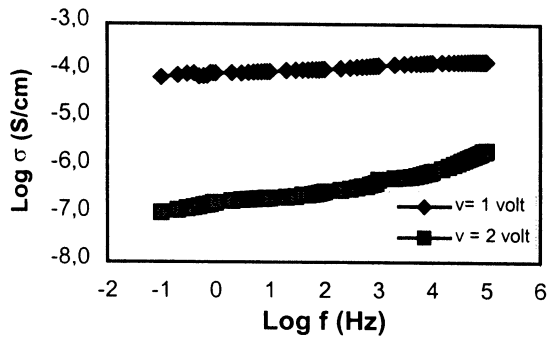
Gambar grafik antara : $\log \sigma$ terhadap $\log f$, ditunjukkan pada Gambar 1a sampai dengan Gambar 1e. Perbedaan nilai konsentrasi pada CuI diharapkan pada batas konsentrasi berapa penambahan CuI yang diperkenankan untuk mencapai nilai konduktivitas optimum



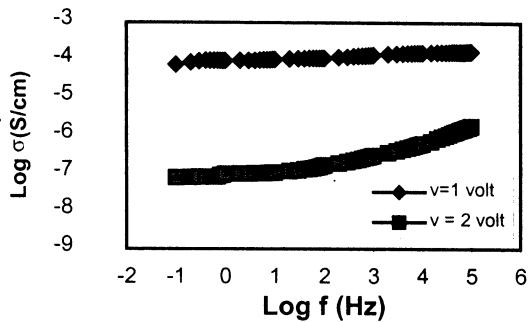
Gambar 1a. Konduktivitas $(\beta-Al_2O_3)$



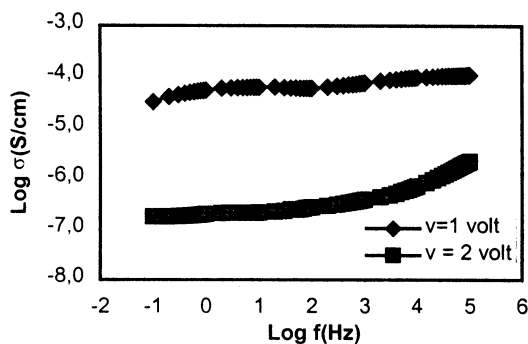
Gambar 1b. Konduktivitas $(CuI)_{0,05}(\beta-Al_2O_3)_{0,95}$



Gambar 1c. Konduktivitas $(\text{CuI})_{0,10}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,90}$

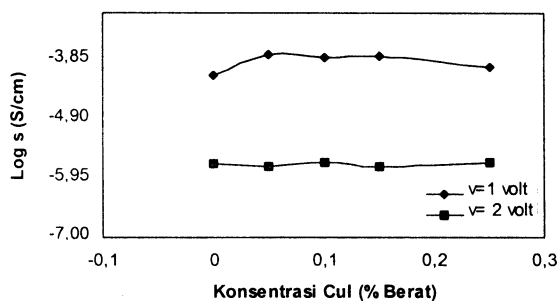


Gambar 1d. Konduktivitas $(\text{CuI})_{0,16}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,85}$



Gambar 1e. Konduktivitas $(\text{CuI})_{0,25}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,75}$

Konduktivitas $\text{CuI-Al}_2\text{O}_3$



Gambar 2. Hubungan konduktivitas $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ terhadap konsentrasi CuI.

Hubungan antara konduktivitas bahan elektrolit padat $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ terhadap konsentrasi penambahan CuI kedalam bahan $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ ditunjukkan pada Gambar 2. Dari gambar tersebut ditunjukkan dengan nilai konduktivitas stabil sampai penambahan 45% berat CuI baik pada potensial 1 volt dan 2 volt. Jika dibandingkan dari kurva konduktivitas pada Gambar 1f, menunjukkan nilai konduktivitas pada potensial 1 volt lebih tinggi dibandingkan nilai pada potensial 2 volt.

Jika dihubungkan dengan suatu perumusan konduktivitas $\sigma = (1/A).G$, dimana $G \propto 1/R$, maka sesuai dengan hubungan tersebut potensial lebih tinggi adalah yang mengalami kenaikan konduktivitas pada potensial 1 volt dibandingkan 2 volt.

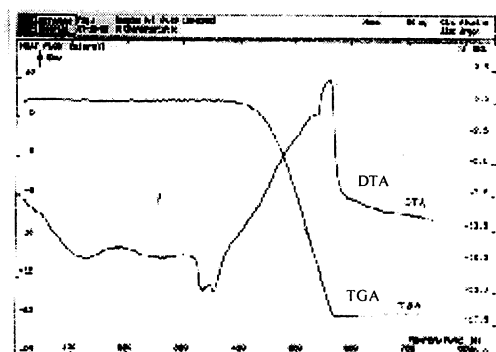
Sifat Termal

Termogram DTA dan TGA (diferensial termal analisis dan termogravimetri analisis) pada bahan elektrolit konduktor, ditunjukkan pada Gambar 2(a-f). Dari parameter termal ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Parameter termal $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$

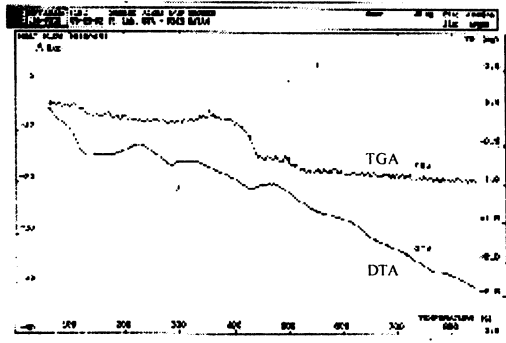
Sampel	Entalpi (mj/mg)	T-transisi (°C)
$\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$	-86,81 (endotermis-1)	102,43
	-28,72 (endotermis-2)	240,93
	-42,39 (endotermis-3)	359,17
CuI-0,05	-253,81 (endotermis-1)	100,53
	-336,41 (endotermis-2)	243,53
	-206,19 (endotermis-3)	687,37
	-46,48 (endotermis-4)	765,87
CuI-0,10	-111,51 (endotermis-1)	103,40
	-62,19 (endotermis-2)	241,77
CuI-0,15	-233,51 (endotermis-1)	102,43
	-152,62 (endotermis-2)	254,17
	-116,44 (endotermis-3)	661,80
CuI-0,25	-184,4 (endotermis -1)	107,20
	-85,14 (endotermis -2)	239,30
	-2,10 (endotermis -3)	799,47

Dari Tabel 3 tersebut semua sampel dilakukan analisis termal dengan metode DTA dengan kecepatan pemanasan 20 °C/menit.



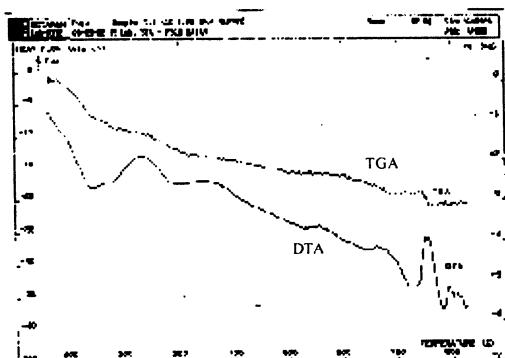
Gambar 3. Termogram DTA-TGA pada CuI.

Bahan CuI sebagai campuran elektrolit padat dilakukan pemanasan mulai dari 50 – 850 °C dengan kecepatan pemanasan 20 °C/menit, ditunjukkan pada Gambar 3. Dari termogram tersebut ditunjukkan suatu reaksi endotermis yang merupakan pelelehan dari unsur I₂ dan CuI.



Gambar 4. Termogram DTA-TGA pada $(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)$

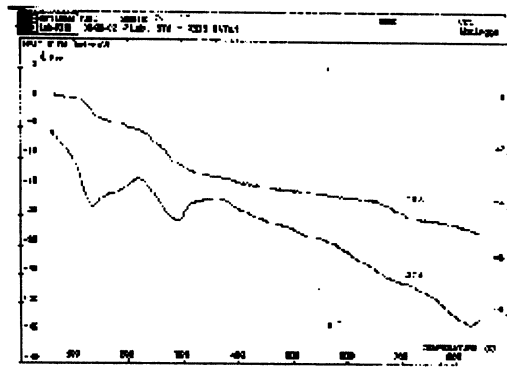
Dengan dilakukan pemanasan mulai dari suhu 50 °C-850 °C. Pada Gambar 4, menunjukkan termogram $(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)$. Termogram tersebut, pada selang suhu 110 °C-600 °C berlangsung suatu reaksi endotermis dan pada selang suhu tersebut merupakan panas penguapan dan pelelehan dari unsur Na, dan diatas selang suhu 600 °C tidak menunjukkan adanya reaksi endotermis maupun eksotermis. Pada selang suhu 600-850 °C, diprediksi tidak terbentuknya senyawa oksida yang lain.



Gambar 5. Termogram DTA-TGA pada $(\text{CuI})_{0,05}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,95}$

Pada Gambar 5, menunjukkan termogram DTA elektrolit padat $(\text{CuI})_{0,05}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,95}$ pada selang suhu 150-400 °C terjadi reaksi endotermis yang merupakan pelelehan dari unsur Na, sedangkan pada suhu 500-850 °C ditunjukkan adanya suatu reaksi eksotermis dari CuI.

Termogram DTA elektrolit padat $(\text{CuI})_{0,10}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,90}$ ditunjukkan pada Gambar 6. Pada gambar tersebut, menunjukkan reaksi endotermis terjadi pada selang suhu 150-400 °C, yang merupakan pelelehan unsur Na, sedangkan diatas suhu 400 °C tidak menunjukkan suatu reaksi endotermis dan eksotermis.

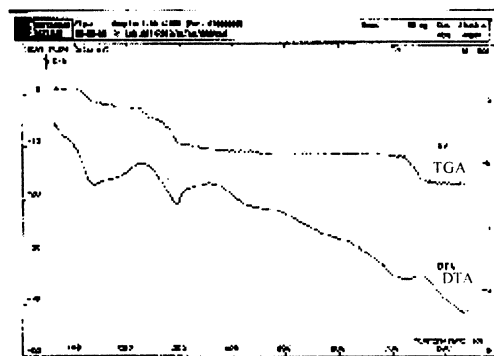


Gambar 6. Termogram DTA - TGA pada $(\text{CuI})_{0,15}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,85}$

Termogram DTA $(\text{CuI})_{0,15}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,85}$ ditunjukkan pada Gambar 7. Pada gambar tersebut, menunjukkan reaksi endotermis terjadi pada selang suhu 100 °C-400 °C, yang merupakan pelelehan dari unsur pembentukan bahan elektrolit padat, sedangkan antara suhu 600 °C-850 °C menunjukkan suatu reaksi eksotermis.

Penambahan CuI membawa efek termal yang mempengaruhi pada perubahan pada elektrolit padat $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$. Pada kurva DTA nampak terlihat suatu perubahan pada puncak-puncak yang terjadi.

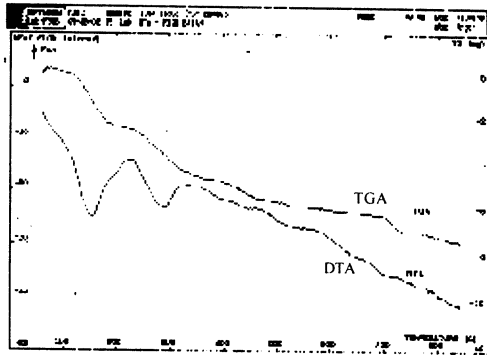
Termogram DTA $(\text{CuI})_{0,25}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,75}$ ditunjukkan pada Gambar 8. Pada gambar tersebut, menunjukkan reaksi endotermis terjadi pada selang suhu 100-400 °C, yang merupakan pelelehan dari unsur pembentuk elektrolit padat, sedangkan pada interval suhu 700-850 °C menunjukkan suatu reaksi endotermis.



Gambar 7. Termogram DTA-TGA pada $(\text{CuI})_{0,15}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,85}$

Dari Gambar 5 sampai dengan Gambar 8, menunjukkan suatu termogram DTA pada bahan elektrolit padat $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ yang dipanaskan sampai suhu 850 °C dengan hasil pelelehan dari I pada interval suhu 100-300 °C, pelelehan NaOH pada interval suhu 300-700 °C, dan pelelehan NaI pada interval suhu 700-850 °C.

Pada termogram TGA pada bahan elektrolit padat $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ ditunjukkan pada Gambar 4 sampai dengan Gambar 8, pada interval suhu 300-700 °C bahan



Gambar 8. Termogram DTA-TGA pada
 $(\text{CuI})_{0,25}(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{0,75}$

elektrolit padat tersebut tidak mengalami perubahan berat terhadap fungsi suhu, berarti stabilitas bahan tersebut stabil pada interval suhu tersebut.

KESIMPULAN

Diperoleh nilai konduktivitas elektrolit padat $(\text{CuI})_x(\beta\text{-Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ pada potensial 1 volt untuk frekuensi rendah dengan nilai konduktivitas berkisar $(4,5-9,7) \times 10^{-5}$ S/cm, sedangkan untuk frekuensi tinggi nilai konduktivitas berkisar $(4-10) \times 10^{-5}$ S/cm. Nilai konduktivitas pada potensial 2 volt berkisar $(0,9-3) \times 10^{-7}$ S/cm pada potensial 2 volt untuk frekuensi rendah dan untuk frekuensi tinggi berkisar $(0,85-2,1) \times 10^{-7}$ S/cm. Dari data termal ditunjukkan suatu pelelehan dari unsur pembentuk elektrolit padat yaitu CuI dan NaI.

DAFTAR ACUAN

- [1]. WEST ANTHONY R, *Solid State Chemistry and Its Application*, John Wiley & Son, Singapura, (1989)
- [2]. URRTAVIZCAYA,G., MANUEL, J., *Mat. Res. Bull.*, **27**, (1991) 375-385
- [3]. CHANDRA, S., *Superionic Solid, Principle and Applications*, North Holland Pulish, Co., Amsterdam, Newyork, Oxford, (1981)
- [4]. W.K .LEE, J.F LIU and A.S NOWICK, *Physc.Rev.Lett.* **67** (12), (1991) 1959
- [5]. SADAO HOSHINO, *North-Holland Solid State Ionics* **48**, (1991) 179-201