PENGARUH PERLAKUAN PANAS TERHADAP KONDUKTIVITAS DAN ENERGI AKTIVASI KOMPOSIT (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x}

P. Purwanto ⁽¹⁾, S. Purnama ⁽¹⁾, D.S.Winatapura ⁽¹⁾, Y. Margapratala ⁽¹⁾ dan Y. Sarwanto ⁽¹⁾

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir-BATAN
 Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan 15314

 E-mail : ppurwanto88@gmail.com
 (Naskah diterima: 7-11-2011, disetujui: 13-12-2011)

ABSTRAK

PENGARUH PERLAKUAN PANAS TERHADAP KONDUKTIVITAS DAN ENERGI AKTIVASI KOMPOSIT (Lil)_x(AL₂O₃)_{1-x}. Komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} dibuat dengan cara dicampur dua padatan Lil dengan Al₂O₃. Proses mencampur dua padatan dengan memvariasi konsentarsi Lil dari 0,6 hingga 0,9. Selanjutnya komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} dibuat berbentuk pelet dengan diameter 1,5 cm dan ditekan pada tekanan 4000 psi, kemudian dipanaskan dengan variasi suhu mulai 300 [°]K hingga 570 [°]K. Difraksi sinar-x pada komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} menunjukkan bahwa puncakpuncak yang nampak adalah Lil dan Al₂O₃. Ukuran kristal komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} naik dengan naiknya konsentrasi Lil, kecuali pada fraksi berat x = 0,9. Pengukuran konduktivitas komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} dilakukan dengan alat LCR-meter pada kisaran frekuensi 0,1 Hz hingga 100 kHz. Konduktivitas komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} naik dan turun tidak teratur dengan naiknya suhu pemanasan dan konsentrasi Lil.

Kata kunci: bahan komposit padat, panas, difraksi sinar-x, konduktivitas.

ABSTRACT

INFLUENCE OF HEAT TREATHMENT TO CONDUCTIVITY AND ACTIVATION ENERGY IN COMPOSITE OF (LiI)_x(AL₂O₃)_{1-x}. The composite $(LiI)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ has been prepared by mixing of Lil with Al_2O_3 powders. Process mixture both powder with various concentration Lil begin 0.6 to 0.9. Then composit of $(LiI)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ was compacted with diameter 1.5 cm and pressure 4000 psi, then the composite had been done heated with heating to begin 300 °K to 570 °K. The x-ray diffraction of $(LiI)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ show that peaks of Lil and Al_2O_3 . The composite crystall size of $(LiI)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ increase with increasing concentration of Lil, except at weight fraction x = 0.9. The composite conductivity of $(LiI)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ is measured by LCR-meter method at the frequence between 0.1 Hz to 100 kHz. The result show that the composite conductivities of $(LiI)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ increased with increasing temperature, but activation energy the composite of $(LiI)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ increased and decreased disorder with increasing of heating temperature and concentration of Lil.

Keywords: solid state electrolyte, thermal, x-ray diffraction, conductivity.

PENDAHULUAN

Bahan padat bila dipanaskan di suhu transisi akan terjadi ketidakaturan pada strukturnya. Hal tersebut akibat dari getaran termal pada bahan yang menyebabkan atom berenergi, sehingga mampu melakukan perpindahan dari tempat yang satu tempat ke tempat lain, yang di dalam suatu kristal menimbulkan kekosongan. Kekosongan pada Kristal disebut cacat Schottky dan Frenkel yang dapat digunakan untuk mobilitas ion. Banyaknya cacat pada bahan tergantung perlakuan panas yang diberikan bahan tersebut ^[1].

Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya tentang konduktivitas dan sifat termal elektrolit padat $(Cul)_x(\beta-Al_2O_3)_{1-x}$. Konduktivitas menunjukkan (4,5-9,7)×10⁻⁵ S/cm untuk frekuensi (0,1-100) Hz, sedangkan pada frekuensi (0,2-100) kHz yaitu (4-10)×10⁻⁵ S/cm ^[2]. Telah dilakukan pengukuran konduktivitas dan sifat termal elektrolit padat $(Cu)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ ^[3], yang menunjukkan konduktivitas (0,06-4,74)×10⁻⁵ Begitu ukuran S/cm. juga partikel mempengaruhi konduktivitas listrik pada komposit Cu-Al₂O₃ ^[4,5].

Penelitian lain telah dilakukan juga tentang pengaruh suhu terhadap konduktivitas elektrolit padat $(Cul)_{0,5}(\beta-Al_2O_3)_{0,5}$ dengan nilai konduktivitas $1,48 \times 10^{-5}$ S/cm pada suhu ruang dan $8,23 \times 10^{-4}$ S/cm pada suhu 300°C ^[6]. Dari hasil penelitian sebelumnya yang merupakan berbasis alumina, hal ini menunjukkan alumina memiliki sifat fisis yang baik sebagai fungsi suhu.

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya, maka dilanjutkan dengan membuat suatu bahan campuran antara Lil dan AI_2O_3 dengan formula $(LiI)_x(AI_2O_3)_{1-x}$ dengan variasi x = 0,6 hingga 0,9, campuran tersebut dipanaskan pada suhu 300 °K hingga 570 °K. Diharapkan dari penelitian ini didapatkan bahan konduktor lebih baik sifat konduktivitasnya sehingga dapat digunakan untuk komponen pada baterai.

Penerapan alat LCR-meter dapat digunakan untuk mengukur bahan bakar reaktor dan kelongsong sebelum dan sesudah perlakuan panas. Bahan komposit yang berbasis alumina suatu saat dapat dipakai sebagai bahan bakar reaktor dengan mengetahui sifat fisis.

TATA KERJA

Dalam percobaan ini dilakukan tiga jenis kegiatan sebagai berikut:

- Pembuatan komposit berbasis alumina (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} dengan mencampur serbuk Lil dan Al₂O₃ dipelet dan ditekan pada 4000 psi.
- Penentuan struktur kristal komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} dengan difraksi sinar-x. Pengukuran difraksi sinar dengan kondisi panjang gelombang Cu = 1,542 Å, tegangan 30 kV dan dengan arus = 30 mA.
- Pengukuran konduktivitas komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} dilakukan menggunakan alat LCR-meter, pada frekuensi 0,1 Hz sampai 100 kHz dengan variasi suhu 250 °K hingga 600 °K.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Difraksi sinar-x

Pola difraksi sinar-x bahan komposit (LiI)_x(Al₂O₃)_{1-x} dengan x = 0,6 sampai 0,9 ditunjukkan pada Gambar 1. Dari penelitian ini, diperoleh pola difraksi komposit (LiI)_x(Al₂O₃)_{1-x} dengan variasi fraksi berat LiI menunjukkan masih bentuk kristal dan strukturnya sama.

Pada Gambar 1, kemudian dilakukan analisis menggunakan program *Igor* terhadap puncak-puncaknya dan sudut dua theta (θ) dan lebar setengah puncak (β) pada bahan komposit (LiI)_x(Al₂O₃)_{1-x}. Hasil

(P. Purwanta, S. Purnama, D.S Winatapura, Y. Margapratala, Y. Srwanto)

analisis pola difraksi sinar-x ditunjukkan dalam Tabel 1a, puncak-puncak difraksi yang nampak yaitu Lil dan Al₂O₃.

Menggunakan data dari Tabel 1b, dapat dihitung ukuran kristal komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} dengan mengunakan persamaan Williams dan Hall^[7,8], yaitu:

$$(\beta \cos \theta) / \lambda = 0.9/D + (2\eta \sin \theta) / \lambda$$
 (1)

Keterangan: β : lebar setengah puncak difraksi, θ : sudut *Bragg*, λ : panjang gelombang sinar-x, D: ukuran kristal, η adalah regangan.

Membuat kurva antara ($\beta \cos \theta$)/ λ terhadap (sin θ)/ λ ditunjukkan pada Gambar 2, maka dapat ditentukan nilai regangan kisi dari kemiringan garis hasil *fitting*, yang ditunjukkan pada Tabel 2.

Hasil perhitungan nilai ukuran kristal komposit $(\text{Lil})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ naik seiring dengan naiknya fraksi berat Lil. Hal ini membuktikan bahwa komposit $(\text{Lil})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ telah terjadi suatu regangan. Akibat regangan ini, komposit $(\text{Lil})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$, terjadi penyisipan atau substitusi atom Lil ke dalam komposit tersebut. Sedangkan pada fraksi berat x = 0,9 ukuran kristal turun, hal ini dikarenakan atom Lil sudah mencapai titik jenuh atau ruang antar kisi Al₂O₃ sudah terisi penuh oleh atom Lil, sehingga atom Lil tidak dapat menyisip.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-x komposit $(LiI)_x(AI_2O_3)_{1-x}$

Tabel	1a.	Analisis puncak-puncak				pola
		difraksi sinar-x kom				posit
		(LiI) _x (Al ₂ O ₃) _{1-x}				

20	Puncak	20	Puncak
25,61	Lil	35,80	Lil
26,97	Alumina	42,30	Lil
28,50	Alumina	45,64	Lil
33,20	Lil	48,50	Lil
34,90	Alumina	54,17	Lil

Tabel 1b.	Hasil pe	erhitungan	sudut 2θ dan β
	bahan	komposit	$(\text{Lil})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$
	dengan program <i>Igor</i>		gor

Bahan	2θ (derajat)	β (radian)
(Lil) _{0,6} (Al ₂ O ₃) _{0,4}	25,4516	0,0189
	35,4827	0,0189
	41,8762	0,0170
	48,3342	0,0018
	54,0909	0,0206
(LiI) _{0,7} (Al ₂ O ₃) _{0,3}	25,3619	0,0097
	35,4228	0,0122
	41,7480	0,0093
	48,2789	0,0089
	53,9843	0,0089
(LiI) _{0,8} (Al ₂ O ₃) _{0,2}	25,5909	0,0063
	35,6366	0,0107
	41,9523	0,0111
	48,4555	0,0121
	54,1729	0,0181
(LiI) _{0,9} (Al ₂ O ₃) _{0,1}	25,4475	0,0096
	35,5151	0,0117
	41,8262	0,0114
	48,3553	0,0147
	54,0598	0,0152











(d)

Gambar 2. Kurva antara (β cos θ)/λ terhadap (sinθ)/λ (a). (Lil)_{0,6}(Al₂O₃)_{0,4} (b). (Lil)_{0,7}(Al₂O₃)_{0,3} (c). (Lil)_{0,8}(Al₂O₃)_{0,2} (d). (Lil)_{0,9}(Al₂O₃)_{0,1}

Tabel 2. Ha	sil perhitungan ukuran kristal (D))
pa	da komposit (LiI) _x (Al ₂ O ₃) _{1-x}	

Bahan	D (Å)
(Lil) _{0,6} (Al ₂ O ₃) _{0,4}	62,06
(Lil) _{0,7} (Al ₂ O ₃) _{0,3}	176,46
(Lil) _{0,8} (Al ₂ O ₃) _{0,2}	272,73
(Lil) _{0,9} (Al ₂ O ₃) _{0,1}	257,14

2. Konduktivitas

Pengukuran konduktivitas komposit $(LiI)_{0,6}(AI_2O_3)_{0,4}$ dilakukan dengan variasi suhu dan frekuensi tetap, ditunjukkan pada Gambar 3. Begitu juga untuk komposit $(LiI)_{0,7}(AI_2O_3)_{0,3}$; $(LiI)_{0,8}(AI_2O_3)_{0,2}$ dan $(LiI)_{0,9}(AI_2O_3)_{0,1}$, masing-masing ditunjukkan pada Gambar 4, Gambar 5 dan Gambar 6.

Analisis konduktivitas dengan menerapkan model yang dilakukan oleh W.K.Lee dkk ^{[9]:}

$$\sigma = \sigma_{\rm o} f^{\rm s} \tag{2}$$

Keterangan: σ: konduktivitas dan s: faktor eksponent power (0<s<1). Persamaan 2 diubah menjadi bentuk logaritma yaitu:

$$\log \sigma = \log \sigma_{o} + s \log f$$
 (3)

Dengan dibuat kurva antara log σ terhadap log f atau log σ terhadap T dengan frekuensi tetap, didapat kurva konduktivitas.



Gambar 3. Konduktivitas bahan komposit (Lil)_{0,6}(Al₂O₃)_{0,4}

34

(P. Purwanta, S. Purnama, D.S Winatapura, Y. Margapratala, Y. Srwanto)







Gambar 5. Konduktivitas bahan komposit (Lil)_{0.8}(Al₂O₃)_{0.2}



 $(Lil)_{0,9}(Al_2O_3)_{0,1}$

Konduktivitas pada komposit $(LiI)_{x}(AI_{2}O_{3})_{1-x}$ menurun seiring dengan naiknya suhu pemanasan. Penurunan konduktivitas komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} tidak terjadi akibat cacat Frenkel atau Schotky. Pada umumnya kedua jenis cacat dapat meningkatkan konduktivitas ionik pada komposit^[1]. Hal ini menunjukkan suhu pemanasan tidak selalu menyebabkan cacat, tetapi tergantung pada suhu tertentu untuk dapat meningkatkan konduktivitas ionik. Pada penelitian sebelumnya, konduktivitas Al₂O₃ naik sebagai fungsi suhu pemanasan sampai suhu 300 °C. Terjadi

cacat atau tidak, tidak dapat dijelaskan dengan pola difraksi sinar-x.

Gerakan ionik pada komposit $(LiI)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ yaitu ion Li yang berperan dalam meningkatkan atau menurunnya konduktivitas komposit. Menurut teori yang dijabarkan oleh S. Chandra ^[1], konduktivitas komposit dapat meningkat bila terjadi cacat Frenkel atau Schotky, banyak cara untuk melakukan suatu cacat pada bahan yaitu salah satunya perlakuan panas dan radiasi sinar- γ .

3. Energi aktivasi

Energi Aktivasi (E_a) bahan komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} dihitung dengan mempergunakan persamaan Arrhenius yaitu:

$$\sigma = \sigma_{o.} \exp(-E_a/k.T)$$
(4)

Keterangan: σ : konduktivitas, E_a : energi aktivasi, k: konstanta boltzman, dan T: suhu ^[1,2]. Dengan membuat kurva antara In σ terhadap 1000/T, diperoleh kemiringan garis yang merupakan energi aktivasi.

Kurva Arrhenius bahan komposit $(LiI)_x(AI_2O_3)_{1-x}$ ditunjukkan pada Gambar 7 sampai Gambar 10. Energi aktivasi dapat ditentukan dengan membuat kurva antara In β terhadap 1000/T, dari kemiringan kurva dapat dihitung energi aktivasi E_a. Perhitungan energi aktivasi dibagi dalam dua bagian interval suhu yaitu pertama suhu 300 °K sampai 420 °K dan interval suhu kedua 450 °K sampai 570 °K.



Gambar 7a. Kurva Arrhenius pada komposit $(Lil)_{0,6}(Al_2O_3)_{0,4}$ interval suhu 300-420 °K







Gambar 8a. Kurva Arrhenius pada komposit (LiI)_{0,7}(Al₂O₃)_{0,3} interval suhu 300-420 [°]K.



Gambar 8b. Kurva Arrhenius pada komposit (Lil)_{0,7}(Al₂O₃)_{0,3} interval suhu 450-570 [°]K.







Gambar 9b. Kurva Arrhenius pada komposit (LiI)_{0,8}(Al₂O₃)_{0,2} interval suhu 450-570 [°]K



Gambar 10a. Kurva Arrhenius pada komposit (LiI)_{0,9}(Al₂O₃)_{0,1} interval suhu 300-420°K. (P. Purwanta, S. Purnama, D.S Winatapura, Y. Margapratala, Y. Srwanto)





Hasil perhitungan energi aktivasi $(LiI)_{x}(AI_{2}O_{3})_{1-x}$ dengan x = 0.6 - 0.9ditunjukkan pada Tabel 3-6. Tabel 3, komposit (Lil)_{0.6}(Al₂O₃)_{0.4} mempunyai energi aktivasi tetap pada suhu 300-420 °K dan menurun pada suhu 450-570 °K seiring dengan naiknya frekuensi. Tabel 4, komposit (Lil)_{0,7}(Al₂O₃)_{0,3} mempunyai energi aktivasi naik pada suhu 300-420 °K dan tetap pada suhu 450-570 K seiring dengan naiknya frekuensi. Tabel 5, komposit (Lil)_{0.8}(Al₂O₃)_{0.2} mempunyai energi aktivasi tetap pada suhu 300-420 °K dan menurun pada suhu 450-570 °K seiring dengan naiknya frekuensi. Tabel 6. komposit $(LiI)_{0.9}(AI_2O_3)_{0.1}$ mempunyai energi aktivasi tetap pada suhu 300-420 °K dan menurun pada suhu 450-570 K seiring dengan naiknya frekuensi. Energi aktivasi pada komposit (Lil)_x(Al₂O₃)_{1-x} naik dan turun pada interval tertentu, hal ini menunjukkan konduktivitas suatu bahan komposit tinggi dengan energi aktivasi rendah atau sebalinya. Dalam penelitian ini, energi aktivasi pada suhu interval tertentu ada yang naik dan turun, hal disebabkan gerakan ion Li didalam komposit berbeda. Gerakan ion yang $(LiI)_{x}(AI_{2}O_{3})_{1-x}$ beda ini, disebabkan ketidakaturan gerakan ion-ion dalam menyerap energi phonon. [10] dkk Menurut P. Padma Kumar konduktivitas tergantung banyak faktor seperti interstisi, ukuran ion, suhu, struktur kristal, komposisi dan perubahan fasa.

Tabel 3.	Energi aktivasi	$(LiI)_{0,6}(AI_2O_3)_{0,4}$
----------	-----------------	------------------------------

Frekuensi	E _{a1} (eV)	E _{a2} (eV)
1 kHz	2,43× 10 ⁻¹	0,50× 10 ⁻¹
10 kHz	2,66× 10 ⁻¹	0,57× 10 ⁻¹
100 kHz	2,42× 10 ⁻¹	0,20× 10 ⁻¹

	Tabel 4.	Energi aktivasi	$(Lil)_{0,7}(Al_2O_3)_{0,3}$
--	----------	-----------------	------------------------------

Frekuensi	E _{a1} (eV)	E _{a2} (eV)
1 kHz	0,50× 10 ⁻¹	5,04× 10 ⁻¹
10 kHz	0,53× 10 ⁻¹	5,60× 10 ⁻¹
100 kHz	0,71× 10 ⁻¹	4,18× 10 ⁻¹

Tabel 5. Energi aktivasi (Lil)_{0,8}(Al₂O₃)_{0,2}

Frekuensi	E _{a1} (eV)	E _{a2} (eV)
1 kHz	2,60× 10 ⁻¹	1,20× 10 ⁻¹
10 kHz	2,50× 10 ⁻¹	0,80× 10 ⁻¹
100 kHz	2,40× 10 ⁻¹	0,60× 10 ⁻¹

Tabel 6. Energi aktivasi (Lil)_{0,9}(Al₂O₃)_{0,1}

Frekuensi	E _{a1} (eV)	E _{a2} (eV)
1 kHz	3,40× 10 ⁻¹	0,10× 10 ⁻¹
10 kHz	2,90× 10 ⁻¹	0,20× 10 ⁻¹
100 kHz	2,50× 10 ⁻¹	0,40× 10 ⁻¹

Keterangan: E_{a1} = Energi aktivasi pada interval suhu 300°K hingga 420°K, E_{a2} = Energi aktivasi pada interval suhu 450°K hingga 570°K.

SIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa perlakuan panas terhadap komposit (LiI)_x(Al₂O₃)_{1-x} dapat mempengaruhi nilai konduktivitas dan energi aktivasinya. Konduktivitas komposit $(Lil)_{x}(Al_{2}O_{3})_{1-x}$ menurun seiring dengan naiknya suhu. Energi aktivasinya naik dan turun tidak teratur seiring dengan naiknya konsentrasi Lil dan suhu. Struktur kristal

ISSN 0852-4777

yang terbentuk adalah struktur Lil dan AI_2O_3 . Ukuran kristal komposit (Lil)_x(AI_2O_3)_{1-x} naik seiring dengan naiknya konsentrasi Lil, kecuali pada fraksi berat x = 0,9.

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada teman-teman di BKAN-PTBIN yang telah membantu dalam penelitian ini. Penelitian ini merupakan subagian dari program Block Grand tahun 2009.

DAFTAR PUSTAKA

- S. CHANDRA and A. LASKAR. (1990). Superionic Solid and Slid Electrolyte. Principle and Applications, Academic Press, New York, hal.17-28.
- [2]. P. PURWANTO, E. KARTINI dan SAFEI PURNAMA. (2004). J.Sains.Materi.Ind. Vol.5,No.2, 14-18.

- [3]. P. PURWANTO, E. KARTINI dan SAFEI PURNAMA. (2004). J.Teknologi.Vol.2, No.2, 108-114.
- [4]. V. RAJKOVIC, D. BOZIC, M. POPVIC, M.T. JOVANOVIC. (2009). J. Science of Sintering.41, 185-192.
- [5]. N. LIU, Y. YUAN, X. GAO. (2008). Int.J. of. Microstructure and Materials Properties.3, No.6, 763-779.
- [6]. P. PURWANTO, E. KARTINI dan SAFEI PURNAMA. (2004). J.Sains.Materi.Ind.Vol.6,No.1, 40-44.
- [7]. K.G. WILLIAMS and HALL. (1953). Acta.Met. 1, 22-31.
- [8]. K.N.R. REHANI, P.B. JOSHI, K.N. LAD and A. PRATAP. (2006). Indian J.of Pure Physics, 44, 157-161.
- [9]. W.K. LEE, J.F LIU and A.S NOWICK. (1991). Physc.Rev.Lett.67,No.12, 1559-1561.
- [10]. P. PADMA KUMAR and S. YASHONATH. (2006). J. of. Chem.Sci. 118, No. 1, 134-154.