



REPUBLIK INDONESIA
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

SERTIFIKAT PATEN SEDERHANA

Menteri Hukum dan Hak Asasi Manusia atas nama Negara Republik Indonesia berdasarkan Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten, memberikan hak atas Paten Sederhana kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten : UNIVERSITAS DIPONEGORO
Jl. Prof. Soedarto, SH.
Tembalang
Semarang 54275

Untuk Inovasi dengan Judul : PROSES PEMBUATAN ELEKTRODA $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$

Inventor : Eko Siswoyo
Faisal Aprialdi
Gunawan
Alfin Darari
Agus Subagio

Tanggal Penerimaan : 15 Juni 2017

Nomor Paten : IDS000002556

Tanggal Pemberian : 27 September 2019

Perlindungan Paten Sederhana untuk inovasi tersebut diberikan untuk selama 10 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 23 Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten).

Sertifikat Paten Sederhana ini dilampiri dengan deskripsi, klaim, abstrak dan gambar (jika ada) dari inovasi yang tidak terpisahkan dari sertifikat ini.



a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL

Dr. Freddy Harris, S.H., LL.M., ACCS.
NIP. 196611181994031001

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDS000002556 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 27 September 2019

(51) Klasifikasi IPC⁸ : H 01M 10/052(2010.01), B 05C 1/00(2006.01)

(21) No. Permohonan Paten : S00201703932

(22) Tanggal Penerimaan: 15 Juni 2017

(30) Data Prioritas :
(31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara

(34) Tanggal Pengumuman: 24 November 2017

Dokumen Pembanding:
JP2016-4-775A (seluruh dokumen)
CN102035015A (seluruh dokumen)
Applications of Carbon Nanotubes for Lithium Ion Battery Anodes
Zhili Xiong, Young Soo Yun and Hyoung-Joon Jin,
<https://www.mdpi.com/journal/materials>

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :
UNIVERSITAS DIPONEGORO
Jl. Prof. Soedarto, SH.
Tembalang
Semarang 54275

(72) Nama Inventor :
Eko Siswoyo, ID
Faisal Aprialdi, ID
Gunawan, ID
Alfin Darari, ID
Agus Subagio, ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Pemeriksa Paten : Drs. Said Nafik, M.Si.

Jumlah Klaim : 1

Judul Invensi : PROSES PEMBUATAN ELEKTRODA $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$

Abstrak :

Abstrak ini berhubungan dengan proses pembuatan elektroda $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ menggunakan metode *doctor blade* sebagai bahan dasar anoda dan katoda pada baterai ion lithium dengan tujuan mendapatkan struktur material berukuran nanometer dan meningkatkan nilai konduktivitas. Dengan metode tersebut pembentukan material $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ dilakukan pada temperatur pemanasan selama 2, 4, dan 6 jam diperoleh ukuran kristalin berturut-turut adalah 101,6; 60,07; 34,74 dan 15,93 nm. Ukuran kristalin yang lebih kecil akan meningkatkan nilai konduktivitas berturut-turut sebesar $1,881 \times 10^{-7}$; $2,451 \times 10^{-7}$; $2,744 \times 10^{-7}$ dan $3,602 \times 10^{-7}$ S/m.



Deskripsi

PROSES PEMBUATAN ELEKTRODA $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan elektroda $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ menggunakan metode *doctor blade* sebagai bahan dasar pengembangan bahan katoda pada baterai ion litium dengan tujuan mendapatkan struktur material berukuran nanometer dan peningkatan nilai konduktivitas.

10

Latar Belakang Invensi

15

Pada saat ini pengembangan nanoteknologi terus dilakukan oleh para peneliti baik di kalangan akademisi maupun industri. Nanoteknologi merupakan ilmu dan rekayasa dalam penciptaan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nanometer.

20

Salah satu bagian yang menarik banyak peneliti di bidang nanoteknologi adalah pengembangan metode sintesis atau pembuatan nanomaterial. Nanomaterial ini dapat terjadi secara alamiah maupun melalui proses sintesis yang dilakukan oleh manusia. Sintesis nanomaterial ini berarti pembuatan material dalam ukuran kurang dari 100 nm dengan konsekuensi kemungkinan adanya perubahan sifat maupun fungsinya. Orang semakin berkeyakinan bahwa material berukuran nanometer mempunyai sejumlah sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar (*bulk*). Material ukuran nanometer memiliki sifat-sifat yang lebih kaya karena menghasilkan beberapa sifat yang tidak dimiliki oleh material *bulk*. Material berukuran nano akan mempunyai sifat fisik dan kimia yang berbeda sehingga akan berpengaruh ke arah manfaat dari nanomaterial tersebut. Lebih menarik lagi bahwa sifat-sifat tersebut dapat diubah-ubah dengan pengontrolan ukuran dan bentuk geometri material, komposisi kimiawi, modifikasi permukaan maupun

25

30

35

pengontrolan interaksi antar partikel. Karakteristik unik yang membuat nanomaterial berbeda dengan material dalam ukuran besar adalah ukuran yang kecil menyebabkan nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume menjadi lebih besar dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Hal ini membuat nanomaterial bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain.

Dalam material skala nanometer mengalami peningkatan yang cukup signifikan dengan ditandai oleh berbagai invensi baru untuk berbagai aplikasi diantaranya adalah pengembangan elektroda LiFePO_4 melalui *doping* CNT (*carbon nanotube*) sebagai bahan katoda pada baterai ion litium. Pemanfaatan LiFePO_4 dengan *doping carbon nanotube* akan memberikan pengaruh terhadap sifat dan karakteristik dari material bahan elektroda dan tentunya akan berdampak pada proses *rechargeable* (pengisian) baterai ion litium.

Bahan elektroda yang sangat menjanjikan adalah LiFePO_4 dengan kapasitas teoritis 170 mAh/g, energi spesifik 0,59 Wh/g, dan densitas 3,60 g/cm³, voltage rata-rata 3,5 V, harga murah, tidak beracun, ramah terhadap lingkungan, dan memiliki stabilitas termal yang baik. LiFePO_4 saat ini sedang dalam penelitian yang luas karena biaya rendah, toksitas rendah, stabilitas termal tinggi dan spesifik kapasitas 170 mAh/g. Namun kelemahan dari material ini adalah konduktivitas listrik rendah yaitu berorde 10^{-9} S/cm dan difusi ion lithium yang lamban. Dua kelemahan tersebut membatasi aplikasi LiFePO_4 sebagai material katoda. Difusi ion litium yang rendah dapat diatasi dengan menurunkan dimensi partikel sampai skala nanometer. Untuk mengatasi konduktivitas listrik yang rendah dapat diatasi juga dengan *conductive agent* seperti penambahan karbon dan polimer yang dapat meningkatkan kinerja (*performance*) LiFePO_4 . *Carbon nanotubes* (CNT) merupakan material baru memiliki kelebihan untuk dibuat elektroda, di antaranya resistivitas rendah, konduktivitasnya tinggi, dan kestabilan yang tinggi. CNT juga

memiliki keunggulan lebih murah jika dibandingkan dengan kobalt dan nikel. Di sisi lain CNT sedang berkembang pesat dalam bidang nanoteknologi. Hal ini disebabkan karena material ini tersusun atas karbon yang sangat melimpah di alam. Potensi lain aplikasi material CNT dalam bidang elektronik adalah sebagai kawat transmisi dengan resistansi yang sangat kecil, disamping kegunaannya sebagai material dasar dalam pembuatan divais nanoelektronik mengingat bahwa material CNT ini mempunyai sifat superior dengan struktur pori yang teratur berukuran nanometer.

10 Berbagai metode telah dikembangkan adalah *double layer*. Namun, metode ini memiliki kelemahan yakni biaya yang mahal dan lapisan elektroda yang tebal, sehingga akan mempengaruhi konduktivitas dan kapasitansi elektroda. Dari kelemahan metode tersebut, perlu adanya pemilihan metode yang baru yakni *doctor blade*. Metode ini memiliki keunggulan yakni murah, mudah dilakukan, menghasilkan lapisan elektroda yang bervariasi, dan bisa diatur sesuai keinginan peneliti.

Invensi ini berhubungan dengan elektroda dengan beberapa material lain yang telah ditemukan oleh peneliti lain. Proses pelapisan CNT (*carbon nanotube*) pada LiFePO_4 dan metode penelitiannya masih ada kaitanya dengan penelitian lainnya. Beberapa paten yang berhubungan dengan elektroda $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ di antaranya *Carbon-coated Li-containing powders and process for production there of* yakni LiFePO_4 berlapis karbon dalam bentuk serbuk sebagai bahan pembuatan elektroda baterai lithium dengan nomor publikasi CA2490091A1 dan nomor PCT EP2003/006628 serta tahun 2003. Kemudian paten selanjutnya yang berkaitan dengan paten penelitian ini yakni *Lithium transition-metal phosphate powder for rechargeable batteries*. Invensi ini berkaitan dengan pembuatan dan penggunaan fosfat logam transisi sebagai elektroda positif untuk baterai lithium sekunder dan mengungkapkan suatu proses untuk memproduksi LiMPO_4 dengan ukuran dan morfologi terkontrol. Paten ini telah terpublikasi dengan nomor CA2448175 A1 dan nomor PCTnya yakni EP2002/005714 serta tahun paten 2002.

35 W.B Luo dkk. juga telah melakukan penelitian berkaitan

modifikasi LiFePO_4 dengan penambahan CNT menggunakan metode *ball-milling* and *spray-drying* dibantu pengikat glukosa untuk pembuatan elektrodanya. Melalui metode ini telah berhasil ditingkatkan nilai kapasitansinya pada elektroda tersebut.

5

Uraian Singkat Invensi

Satu tujuan spesifik dari invensi ini adalah untuk mengungkapkan suatu proses pembuatan elektroda $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ dengan menggunakan metode *doctor blade* sebagai bahan dasar pengembangan bahan katoda pada baterai ion litium. Bahan dasar yang digunakan adalah nanopartikel LiFePO_4 , *carbon nanotube*, etil selulosa dan terpineol. Proses pemanasan dilakukan pada temperatur 200°C dengan lama waktu pemanasan untuk elektroda LiFePO_4 murni selama 2 jam, sedangkan elektroda $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ bervariasi selama 2, 4 dan 6 jam.

Selanjutnya proses yang sesuai dengan invensi ini adalah terdiri atas tahapan sebagai berikut:

- a. melarutkan 0,4 gram etil selulosa dalam 4 mL etanol dan 1,2 mL terpineol dengan disertai proses pengadukan selama 10 menit;
- b. menambahkan 0,005 LiFePO_4 dan 0,005 gram CNT disertai proses pengadukan selama 10 menit sampai dihasilkan larutan dalam bentuk pasta berwarna hitam kental;
- c. melapiskan pasta pada elektroda tembaga ukuran 2×5 cm dengan metode *doctor blade*; dan
- d. mengeringkan lapisan yang dihasilkan dari poin c. dengan pemanasan di dalam oven pada temperatur 200°C selama 2, 4 dan 6 jam.

30 Uraian Singkat Gambar

Gambar 1 merepresentasikan citra SEM yang mengilustrasikan morfologi serbuk material katoda a) LiFePO_4 dan b) $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ pada temperatur pemanasan 200°C selama 2 jam.

Gambar 2 merepresentasikan hasil pengukuran nilai konduktivitas menggunakan analisa LCR.

Uraian Lengkap Invensi

Material nanopartikel LiFePO_4 mempunyai banyak aplikasi seperti pembuatan bahan elektroda dan bahan campuran pada implantasi pembuatan baterai ion lithium. Begitu juga dengan CNT, misalnya untuk membuat divais-divais elektronik seperti transistor, biosensor, superkapasitor, baterai atau penyimpan energi, maupun sebagai elektroda pada sistem elektrokimia untuk desalinasi.

10 Bahan elektroda yang sangat menjanjikan sampai saat ini adalah LiFePO_4 dengan kapasitas teoritis 170 mAh/g, energi spesifik 0,59 Wh/g, dan densitas 3,60 g/cm³, voltage rata-rata 3,5 V, harga murah, tidak beracun, ramah terhadap lingkungan, dan memiliki stabilitas termal yang baik. Material CNT
15 diprediksi dapat meningkatkan nilai konduktivitas dari LiFePO_4 , sehingga penggabungan keduanya untuk aplikasi baterai menjadi menarik.

Etil selulosa merupakan turunan dari selulosa dimana beberapa kelompok hidroksil pada unit glukosa berulang diubah
20 menjadi kelompok etil eter. Etil selulosa biasanya dipakai sebagai pengikat pada kondisi yang dilarutkan pada etanol dan dicampur dengan terpineol. Pelarutan ini dilakukan dengan komposisi 0,4 gram etil selulosa dalam 4 mL etanol dan 1,2 mL terpineol. Larutan yang dihasilkan tidak mempengaruhi sifat
25 kekristalan pada hasil akhir material utamanya. Dengan demikian proses pengikatan antara LiFePO_4 dan CNT akan menghasilkan paduan yang murni dari komponen material penyusunnya.

Metode *doctor blade* merupakan teknik yang sangat sederhana dan mudah dibandingkan dengan teknik lainnya. Teknik *doctor blade* adalah teknik pelapisan material di atas substrat
30 menggunakan batang pengaduk dengan cara digelinding pada permukaan kaca untuk meratakan suspensi carbon yang telah ditetaskan dengan dibatasi selotif pada tepinya. Setelah lapisan rata, selotif dilepas dari substrat sehingga terbentuk cetakan
35 lapisan.

Invensi ini akan diuraikan secara rinci dengan mengacu pada gambar-gambar yang menyertai. Merujuk pada Gambar 1 yang merepresentasikan citra SEM berkaitan morfologi serbuk material katoda a) LiFePO_4 dan b) $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ pada temperatur pemanasan 200°C selama 2 jam. Khususnya pada material $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ akan terbentuk struktur karbon berbentuk tabung nano dengan bahan LiFePO_4 yang menempel pada dinding tabung nano seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1(b).

Elektroda hasil penggabungan antara nanopartikel LiFePO_4 dengan *carbon nanotube* ini menggunakan metode *doctor blade* dan dapat diatur untuk proses deposisi/pengendapan material dalam lapisan dengan ketebalan tertentu. Dengan adanya penambahan material *carbon nanotube* pada LiFePO_4 , akan mempengaruhi karakteristik dari elektroda LiFePO_4 pada sifat konduktivitas listriknya.

Perwujudan lain dari invensi ini dapat dilihat dari tabel 1. Pada tabel 1 terlihat semakin lama waktu pemanasan akan meningkatkan nilai konduktivitas dari bahan $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ disertai dengan penurunan ukuran kristal. Khusus pada perlakuan pemanasan 2 jam antara LiFePO_4 dengan $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ terlihat adanya perbedaan ukuran kristal yakni 101,64 nm dan 60,07 nm dengan bahan $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ yang mempunyai ukuran kristal lebih kecil menunjukkan peningkatan nilai konduktivitasnya.

Tabel 1. Konduktivitas $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$ dengan proses pemanasan

Sampel	Waktu pemanasan	Ukuran Kristal (nm)	Konduktivitas (S/m)
LiFePO_4	2 Jam	101,64	$1,881 \times 10^{-7}$
$\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$	2 Jam	60,07	$2,451 \times 10^{-7}$
$\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$	4 Jam	34,74	$2,744 \times 10^{-7}$
$\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$	6 Jam	15,93	$3,602 \times 10^{-7}$

Dengan mengacu pada Gambar 2 yang merepresentasikan hasil analisa LCR (*inductance, capacitance, and resistance*) untuk nilai konduktivitas terlihat adanya peningkatan nilai konduktivitas dari variasi peningkatan waktu pemanasan pada



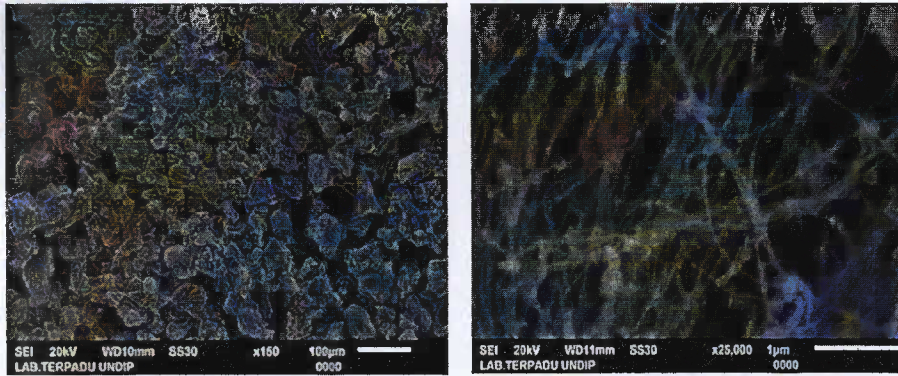
temperatur 200°C. Hasil peningkatan terbaik adalah pada waktu pemanasan 6 jam.

Klaim

1. Proses pembuatan $\text{LiFePO}_4/\text{carbon nanotube}$ yang terdiri dari:
 - 5 a. melarutkan 0,4 gram etil selulosa dalam 4 mL etanol dan 1,2 mL terpineol dengan disertai proses pengadukan dengan stirrer selama 10 menit;
 - 10 b. menambahkan 0,005 gram LiFePO_4 dan 0,005 gram CNT disertai proses pengadukan dengan stirrer selama 10 menit sampai dihasilkan larutan dalam bentuk pasta berwarna hitam kental;
 - c. melapiskan pasta pada elektroda tembaga ukuran 2x5 cm dengan metode doctor blade; dan
 - d. mengeringkan lapisan yang dihasilkan dari poin c dengan pemanasan di dalam oven pada temperatur 200°C selama 6 jam.

Abstrak**PROSES PEMBUATAN ELEKTRODA $\text{LiFePO}_4/\text{CNT}$**

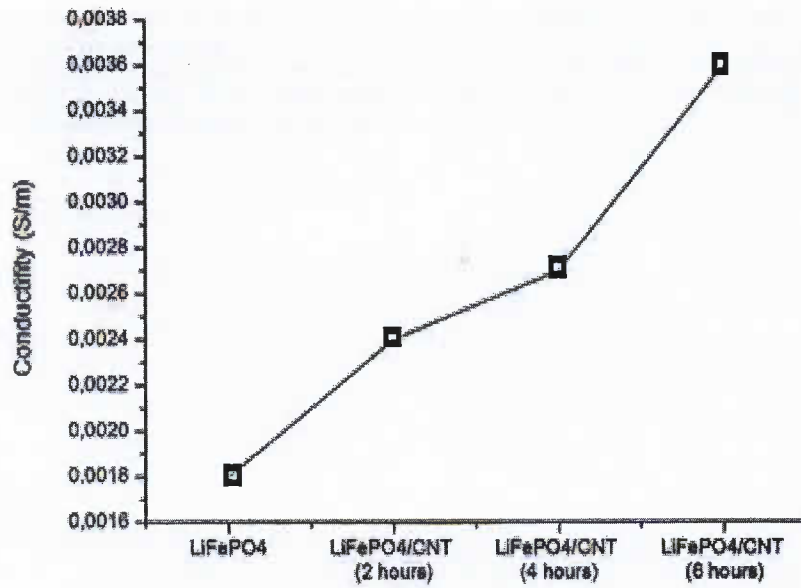
5 Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan elektroda
LiFePO₄/CNT menggunakan metode *doctor blade* sebagai bahan dasar
pengembangan bahan katoda pada baterai ion lithium dengan tujuan
mendapatkan struktur material berukuran nanometer dan
peningkatan nilai konduktivitas. Dengan metode tersebut
10 pembentukan material LiFePO₄/CNT dilakukan pada temperatur
pemanasan 200°C selama 2, 4, dan 6 jam diperoleh ukuran
kristalin berturut-turut adalah 101,6; 60,07; 34,74 dan 15,93
nm. Ukuran kristalin yang semakin kecil akan meningkatkan nilai
konduktivitas berturut-turut sebesar $1,881 \times 10^{-7}$; $2,451 \times 10^{-7}$;
15 $2,744 \times 10^{-7}$ dan $3,602 \times 10^{-7}$ S/m.



(a)

(b)

Gambar 1



Gambar 2