

## KAJIAN PEMURNIAN SULFUR ALAM DENGAN TEKNIK DISOLUSI-REKRISTALISASI UNTUK KEBUTUHAN APLIKASI KATODE BATERAI LI-S

FARIZ PRAMUDIA MAULANA <sup>1,\*</sup>, SAHRUL HIDAYAT<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran  
Jl. Raya Bandung-Sumedang Km 21, Jatinangor 45363.

<sup>2</sup>Lembaga Penelitian Sain dan Teknologi, Jalan Jendral Sudirman Nomor 31, Jakarta Pusat.

**Abstrak.** Kebutuhan akan baterai terus meningkat seiring dengan kemajuan teknologi mobile dan elektrifikasi kendaraan bermotor. Hal ini mendorong pencarian teknologi baterai alternatif, salah satunya adalah baterai Litium-Sulfur (Li-S) yang mendapatkan perhatian besar karena kepadatan energi teoretisnya mencapai ~2500 W·h kg<sup>-1</sup> atau empat kali lebih besar dibanding baterai lithium-ion konvensional. Namun, baterai Li-S menghadapi tantangan dalam hal siklus hidup dan daya tahan baterai. Oleh karena itu, studi teknik pemurnian Sulfur disolusi-rekristalisasi diusulkan untuk mendapatkan Sulfur dengan kemurnian, *yield*, dan derajat kristalisasi yang tinggi dengan distribusi ukuran partikel yang homogen dari bahan baku Sulfur alam sebagai salah satu langkah untuk memenuhi persyaratan katoda baterai Li-S yang optimal. Sulfur yang dimurnikan memiliki kemurnian dan *yield* tertinggi pada variasi suhu pemanasan 100 °C yaitu sebesar 91,159% pada analisis *energy dispersive spectroscopy* (EDS), dan 97,530% pada analisis *X-ray fluorescence spectroscopy* (XRF), dengan *yield* sebesar 18,698%. Sulfur yang dimurnikan memiliki derajat kristalisasi sebesar 75,620% yang diukur dengan menggunakan teknik analisis *X-ray diffraction* (XRD), serta rata-rata ukuran partikel sebesar 327,9 nm dengan sebaran ukuran yang masih heterogen yang diukur dengan *particle size analyzer* (PSA).

**Kata kunci:** Baterai Litium-Sulfur, Pemurnian Sulfur, Disolusi-Rekristalisasi.

**Abstract.** The need for batteries will continue to increase along with advances in mobile technology and the electrification of motorized vehicles. This prompted the search for alternative battery technologies, one of which is the Lithium-Sulfur (Li-S) battery which has received great attention because of its theoretical energy density of ~2500 W·h kg<sup>-1</sup> or four times greater than conventional lithium-ion batteries. However, Li-S batteries face challenges in terms of cycle life and battery life. Therefore, the study of dissolution-recrystallization Sulfur purification technique is proposed to obtain Sulfur with high purity, yield, and crystallinity with homogeneous particle size distribution from natural Sulfur raw materials as one of the steps to meet the optimal cathode requirements of Li-S batteries. Purified Sulfur has the highest purity and yield at a heating temperature variation of 100 °C, namely 91.159% in energy dispersive spectroscopy (EDS) analysis, and 97.530% in X-ray fluorescence spectroscopy (XRF) analysis, with a yield of 18.698%. Purified Sulfur has a degree of crystallinity of 75.620% as measured using the X-ray diffraction (XRD) analysis technique, and an average particle size of 327.9 nm with heterogeneous size distribution as measured by a particle size analyzer (PSA).

**keywords:** Lithium-Sulfur Battery, Sulfur Purification, Dissolution-Recrystallization.

### 1. Pendahuluan

Beberapa tahun terakhir, permintaan akan perangkat penyimpanan energi berkinerja tinggi semakin meningkat karena pesatnya kemajuan berbagai aplikasi elektronik, khususnya teknologi seluler dan kendaraan listrik. Baterai lithium-ion telah lama menjadi baterai yang dipilih dalam bidang ini karena kepadatan energi dan siklus hidupnya yang sangat baik. Namun, permintaan penyimpanan energi yang terus meningkat mengakibatkan keterbatasan baterai lithium-ion semakin nampak, yang

---

\*Email: fariz19003@mail.unpad.ac.id

mencakup keterbatasan kapasitas dan kelangkaan bahan baku. Akibatnya, pencarian teknologi baterai alternatif mendapat perhatian yang signifikan dari para peneliti [1].

Beberapa contoh alternatif baterai Litium-ion yang muncul, meliputi baterai dengan katoda litium kobalt oksida (LCO), litium ferum phosphate (LFP), lithium mangan oksida (LMO), dan lain-lain, baterai dengan katoda berbasis Sulfur telah mendapatkan perhatian besar sebagai solusi yang menjanjikan [2, 3]. Hal ini disebabkan oleh kepadatan energi teoritis baterai Li-S yang tinggi, yakni sebesar  $\sim 2500 \text{ Wh kg}^{-1}$  atau 4 kali lebih besar dibanding baterai lithium-ion konvensional. Selain itu, unsur Sulfur sebagai salah satu komponen utama baterai Li-S tersedia melimpah, relatif murah, dan bersifat ramah lingkungan [4, 5]. Namun, komersialisasi baterai Li-S terhambat oleh beberapa tantangan yang melekat, yang salah satunya mencakup Sulfur alam yang melimpah tetapi belum cukup murni untuk aplikasi baterai Li-S.

Sulfur alam merupakan salah satu unsur yang paling melimpah di bumi, yang memiliki peran penting sebagai bahan katoda berbasis Sulfur pada baterai Litium-Sulfur (Li-S) [6]. Meskipun demikian, sifat Sulfur alam yang banyak pengotor menghambat pemanfaatannya yang efisien dalam sistem baterai. Pengotor yang terdapat dalam Sulfur alam, seperti sulfida logam dan senyawa organik, memiliki dampak negatif terhadap kinerja elektrokimia dan stabilitas baterai Li-S. Oleh karena itu, teknik pemurnian Sulfur yang efisien sangat penting untuk mengubah Sulfur alam yang tidak murni menjadi Sulfur dengan kemurnian tinggi, memungkinkan kelayakan komersial baterai Li-S [7].

Pada aplikasi baterai Li-S, terdapat kondisi kritis yang harus dipenuhi katoda dalam baterai Li-S untuk mengoptimalkan kinerjanya. Pertama, Sulfur dalam katoda baterai harus memiliki kemurnian yang tinggi karena kotoran dapat memengaruhi kinerja dan masa pakai baterai secara negatif. [7]. Kedua, katoda harus dimasukkan zat aditif konduktif atau merekayasa bahan Sulfur hingga berstruktur nano untuk meningkatkan konduktivitas listriknya [8–10]. Terakhir, katoda perlu diterapkan doping nitrogen yang berfungsi untuk mengoptimalkan sifat elektrokimia katoda, memungkinkan kapasitas penyimpanan energi yang lebih tinggi dan stabilitas siklus yang berkepanjangan [11–12]. Untuk itu, pemahaman yang komprehensif tentang teknik pemurnian Sulfur alam merupakan hal yang sangat penting sebagai salah satu langkah untuk memperoleh material Sulfur murni yang sesuai dalam menghasilkan bahan katoda yang optimal pada baterai Li-S.

Pada penelitian ini, dilakukan studi mengenai teknik pemurnian Sulfur disolusi-rekristalisasi dengan mengeksplorasi berbagai parameter untuk mengoptimalkan proses pemurnian. Teknik disolusi-rekristalisasi yang diusulkan bergantung pada perbedaan kelarutan Sulfur dan pengotornya dalam pelarut. Dengan melarutkan Sulfur dalam Toluena pada suhu tinggi, pengotor tetap tidak larut dan secara efektif dapat dipisahkan dari matriks Sulfur dengan proses penyaringan. Sulfur terlarut kemudian didinginkan, di mana hal ini mengarah ke rekristalisasi Sulfur murni dan meninggalkan pengotor dalam penyaring sebagai fase padat yang terpisah [13]. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan Sulfur dengan kemurnian dan *yield* yang tinggi, mendapatkan Sulfur dengan derajat kristalisasi tinggi melalui kontrol gradien suhu pendinginan pada proses rekristalisasi Sulfur, mengetahui pengaruh suhu pemanasan pada proses pelarutan Sulfur, serta mendapatkan Sulfur dengan distribusi ukuran partikel yang homogen.

Penelitian ini menyajikan studi metodologi pemurnian Sulfur untuk memurnikan Sulfur alam yang tidak murni menjadi Sulfur murni sebagai salah satu langkah untuk membuat bahan Sulfur yang

sesuai dalam katoda baterai Litium-Sulfur (Li-S). Untuk mengevaluasi keberhasilan teknik yang diusulkan, Sulfur yang dimurnikan dikarakterisasi menggunakan berbagai metode analitik. Tingkat kemurnian dari Sulfur yang dimurnikan dinilai melalui *energy dispersive spectroscopy* (EDS) dan *X-ray fluorescence spectroscopy* (XRF). Kemudian, rata-rata ukuran dan distribusi ukuran partikel serbuk Sulfur yang dimurnikan dinilai melalui analisis hasil *particle size analyzer* (PSA). Terakhir, derajat kristalisasi Sulfur yang dimurnikan dinilai melalui analisis hasil *X-ray diffraction* (XRD). Penelitian ini menawarkan wawasan berharga tentang pentingnya pemurnian Sulfur sebagai salah satu langkah penting dalam membuat katoda Sulfur berkualitas tinggi untuk baterai Li-S tingkat lanjut.

## 2. Bahan dan Metoda

Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi batuan Sulfur alam dari Kawah Ijen sebagai bahan utama penelitian, serta Toluena ( $C_7H_8$ ) sebagai pelarut Sulfur. Beberapa alat yang digunakan pada penelitian ini mencakup neraca digital, *hotplate magnetic stirrer*, gelas kimia, gelas ukur, termometer, saringan laboratorium 400 mesh, corong laboratorium, dan *carbon filter paper* BIO-1-125.

Pemurnian Sulfur metode disolusi-rekristalisasi dilakukan dengan menggunakan Toluena sebagai pelarut. Pertama, ditentukan kelarutan Sulfur dalam Toluena, di mana dalam penelitian ini ditentukan 40 g Sulfur per 200 mL Toluena. Sulfur dipanaskan pada suhu  $100^{\circ}C$  selama 60 menit dalam oven untuk menghilangkan kandungan air. Kemudian, sampel Sulfur dan pelarut Toluena diukur sesuai dengan kelarutan yang telah ditentukan, lalu ditempatkan pada gelas kimia. Selanjutnya, campuran Sulfur-Toluena di gelas kimia dipanaskan dan diaduk pada *hotplate magnetic stirrer* ke suhu yang telah ditentukan, yaitu  $100^{\circ}C$ ,  $80^{\circ}C$ , atau  $60^{\circ}C$  dengan kecepatan pengadukan 290 rpm. Suhu pada larutan Sulfur-Toluena perlu diawasi secara terus menerus dengan menggunakan termometer untuk menjaga suhu larutan dari suhu penguapan Toluena ( $\sim 105^{\circ}C$ ). Pemanasan dan pengadukan larutan Sulfur-Toluena dilakukan selama 45 menit. Sementara itu, corong laboratorium dan gelas kimia yang kedua dipanaskan pada suhu  $150^{\circ}C$  di dalam oven untuk mempersiapkan tahap penyaringan. Hal ini dilakukan untuk menjaga suhu campuran Sulfur-Toluena selama proses penyaringan. Setelah itu, dilakukan tahap penyaringan campuran Sulfur-Toluena dengan menggunakan corong laboratorium dengan *carbon filter paper* BIO-1-125. Proses penyaringan dilakukan dengan menuangkan larutan Sulfur-Toluena melalui penyaring ke dalam gelas kimia yang telah dipanaskan. Langkah penyaringan ini menghilangkan pengotor pada Sulfur yang tidak larut dalam Toluena pada suhu tinggi. Kemudian, larutan didinginkan secara bertahap dengan cara menempatkan gelas kimia pada *hotplate magnetic stirrer* dan suhu *hotplate* diturunkan sebesar  $5^{\circ}C$  setiap 10 menit hingga larutan mencapai  $30^{\circ}C$ , tanpa proses pengadukan. Proses pendinginan ini akan memicu Sulfur untuk mengkristal kembali pada larutan, di mana kristal Sulfur akan terbentuk dan mengendap di bagian bawah gelas kimia. Setelah suhu larutan mencapai  $30^{\circ}C$  atau suhu ruangan, larutan dibiarkan pada suhu kamar selama 60-120 menit untuk memastikan Sulfur telah rekristalisasi sepenuhnya. Selanjutnya, dilakukan proses ekstraksi Sulfur dari larutan. Larutan dituangkan secara perlahan ke wadah lain untuk menghilangkan Toluena cair dan meninggalkan kristal Sulfur pada gelas kimia. Kristal Sulfur kemudian dikeringkan dengan udara, dan dipindahkan ke tisu laboratorium supaya Toluena yang tersisa dapat diserap. Selanjutnya, kristal Sulfur dihaluskan dengan mortar laboratorium hingga halus selama 45 menit. Setelah itu, serbuk kristal Sulfur tersebut disaring dengan menggunakan saringan laboratorium 400 mesh selama 45 menit. Hasil penyaringan tersebut kemudian ditimbang dengan akurat, dan hasilnya dicatat untuk

mengukur besar *yield* pemurnian Sulfur. Kemudian, seluruh prosedur diulangi dengan dengan variasi suhu pemanasan lainnya pada penelitian ini.

### 3. Teori / Perhitungan

Disolusi Sulfur dalam Toluena dimulai dengan interaksi gaya antara kedua zat tersebut. Interaksi ini bergantung pada perbedaan sifat struktur kimianya. Sulfur yang merupakan unsur dengan nomor atom 16 umumnya didapat dalam bentuk molekuler  $S_8$ , di mana delapan atom belerang membentuk cincin yang berbentuk mahkota yang stabil. Proses disolusi dimulai ketika molekul Toluena ( $C_7H_8$ ) mengelilingi molekul belerang  $S_8$ , yang mengakibatkan pemecahan gaya antarmolekul (Gaya Van Der Waals) yang menahan cincin  $S_8$  agar tetap utuh. Kekuatan Gaya Van der Waals secara bertahap dilemahkan oleh gaya tarik menarik antara Sulfur dan Toluena. Kemudian, molekul Toluena dapat menyusup ke cincin Sulfur yang mengakibatkan suatu perubahan dinamis, yaitu  $S_8$  terurai menjadi atom Sulfur individu dan melepaskan potensi kimianya [10, 14].

Suhu dan konsentrasi menjadi parameter fundamental yang secara signifikan memengaruhi disolusi Sulfur dalam Toluena. Pada suhu yang lebih tinggi, energi kinetik molekul akan meningkat dan dapat memfasilitasi lebih banyak tumbukan antara partikel Sulfur dan Toluena. Hal ini menyebabkan peningkatan laju disolusi yang memungkinkan lebih banyak Sulfur larut dalam Toluena [15]. Selain itu, konsentrasi Sulfur memainkan peran penting dalam menentukan tingkat disolusi. Menurut penelitian Gomez, penurunan massa Sulfur yang digunakan dapat mendorong proses disolusi. Artinya, dengan menyesuaikan perbandingan konsentrasi Sulfur dan volume pelarut, proses disolusi dapat disempurnakan untuk mendapatkan jumlah produk Sulfur yang sesuai [13].

Setelah disolusi Sulfur dalam Toluena, dimulai proses rekristalisasi melalui penurunan suhu. Proses dinamis ini melibatkan pembentukan kembali kristal Sulfur dari larutan, yang diatur oleh faktor termodinamika dan kinetika. Ketika suhu pelarut menurun, konsentrasi Sulfur dalam Toluena juga berubah. Hal ini menyebabkan fenomena nukleasi, yaitu pembentukan awal nukleus kristal Sulfur kecil. Nukleus ini kemudian bertumbuh besar melalui pelekatan molekul Sulfur lainnya dari larutan, yang akhirnya membentuk ukuran dan morfologi kristal yang dihasilkan. Rekristalisasi Sulfur sangat bergantung pada kelarutan Sulfur dalam Toluena yang dipengaruhi oleh suhu. Ketika larutan menjadi jenuh dengan Sulfur karena berkurangnya kelarutan pada suhu yang lebih rendah, kelebihan molekul Sulfur akan beragregasi dan memulai proses nukleasi. Oleh karena itu, fenomena ini menekankan pentingnya pengendalian suhu yang hati-hati selama percobaan rekristalisasi untuk mencapai sifat kristal yang diinginkan [10].

Analisis *yield* Sulfur (S) yang dimurnikan dilakukan dengan menggunakan perbandingan massa yang melibatkan prosedur penimbangan secara akurat sampel Sulfur sebelum dan sesudah proses pemurnian. Selanjutnya, melakukan perhitungan sampel Sulfur yang dimurnikan dengan perbandingan massa awal dan akhir sampel, yaitu dengan persamaan (1),

$$Yield(\%) = (\text{Massa Produk Sulfur} / \text{Massa Sampel Awal}) \times 100 \quad (1)$$

Analisis derajat kristalisasi Sulfur (S) yang dimurnikan dapat dilakukan melalui analisis luas puncak kristal dari pola difraksi hasil analisis *X-ray diffraction* (XRD). Derajat kristalisasi didapatkan dari

perbandingan luas puncak dengan luas puncak keseluruhan (kristal dan amorf), yaitu dengan persamaan (2) [16].

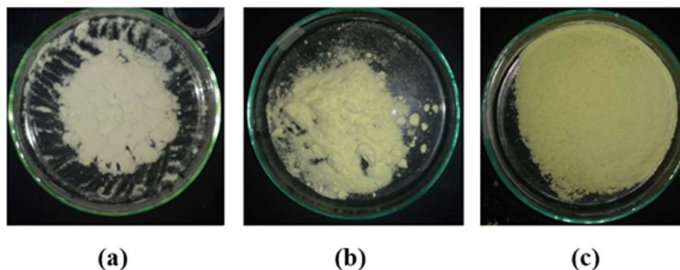
$$\text{Crystallinity}(\%) = \frac{[\text{Area of crystalline peaks}]}{\text{Area of all peaks (crystalline+amorpheus)}} \times 100 \quad (2)$$

Analisis jenis alotrop Sulfur yang dimurnikan dapat dilakukan dengan menentukan konstanta kisi  $a$ ,  $b$ , dan  $c$  dari Sulfur yang dimurnikan melalui *Indeks Miller* pola difraksi hasil analisis *X-ray diffraction* (XRD). Untuk itu, dapat ditentukan jarak  $d$  antara bidang kisi yang berdekatan ( $hkl$ ) pada kristal ortorombik dengan Hukum Bragg (persamaan 3) [17].

$$2d_{hkl} = \frac{\lambda}{\sin} \quad ; \quad \frac{1}{(d_{hkl})^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (3)$$

#### 4. Hasil dan Diskusi

Sulfur murni berhasil diperoleh dengan teknik pemurnian disolusi-rekristalisasi dari bahan baku batuan Sulfur alam '*native Sulfur*' yang berasal dari Kawah Ijen, Banyuwangi. Pemurnian ini dilakukan dengan variasi suhu pemanasan pada proses disolusi, yaitu 100 °C, 80°C, dan 60°C dengan kelarutan 40 g Sulfur dan 200 mL Toluena ( $C_7H_8$ ). Penyaring yang digunakan yaitu *carbon filter paper* BIO-1-125 untuk menyaring unsur pengotor dari campuran Sulfur, dan penyaring laboratorium 400 mesh untuk mendapatkan ukuran partikel homogen pada serbuk Sulfur murni.



**Gambar 1.** Sampel (a) Sulfur hasil pemurnian (b) Sulfur komersial aplikasi baterai, (c) Sulfur alam.

Gambar 1 menunjukkan gambar sampel sampel Sulfur yang dimurnikan pada variasi suhu 100°C, Sulfur murni komersial baterai, dan Sulfur alam. Ketiga sampel menunjukkan perbedaan warna, yaitu Sulfur alam memiliki warna kuning yang terang, Sulfur komersial baterai memiliki warna kuning sedikit pucat, dan Sulfur hasil pemurnian menunjukkan warna kuning paling pucat diantara yang lainnya. Hal ini diduga karena Sulfur yang direduksi menjadi bentuk bubuk halus akan mengalami peningkatan luas permukaan partikel, di mana hal ini memungkinkan interaksi yang

lebih besar dengan cahaya. Hal ini memungkinkan interaksi yang berbeda antara luas permukaan partikel, di mana ukuran luas permukaan partikel tersebut akan menunjukkan perbedaan warna yang berbeda-beda pada sampel. Sulfur hasil pemurnian 100°C juga menunjukkan adanya kecenderungan aglomerasi partikel dibanding sampel lainnya. Hal ini diduga akibat ukuran partikel Sulfur yang kecil karena disaring dengan filter laboratorium 400 mesh, di mana ketika partikel belerang berkurang ukurannya, rasio luas permukaan terhadap volumenya meningkat secara signifikan. Dengan berkurangnya ukuran partikel, luas permukaan partikel Sulfur menjadi relatif lebih besar dibandingkan dengan volumenya. Akibatnya, luas permukaan yang tinggi ini membuat partikel Sulfur rentan terhadap interaksi dengan partikel Sulfur lain di sekitarnya, yang mengarah ke kemungkinan aglomerasi yang lebih tinggi.

**Tabel 1.** Nilai *yield* sulfur yang dimurnikan

| <b>Jenis Sampel</b>        | <b>Massa Awal<br/>(gram)</b> | <b>Massa Akhir<br/>(gram)</b> | <b><i>Yield</i><br/>(%)</b> |
|----------------------------|------------------------------|-------------------------------|-----------------------------|
| Sulfur Variasi Suhu 100 °C | 40,003                       | 7,48                          | 18,698%                     |
| Sulfur Variasi Suhu 80 °C  | 40,002                       | 3,55                          | 8,874%                      |
| Sulfur Variasi Suhu 60 °C  | 40,009                       | 2,25                          | 5,623%                      |

Tabel 1 menunjukkan nilai *yield* Sulfur yang dimurnikan dengan teknik disolusi-rekristalisasi melalui perbandingan massa awal dan akhir Sulfur. Nilai ini memberikan informasi mengenai hubungan antara suhu pemanasan dan *yield* Sulfur. Pada suhu yang lebih rendah, jumlah *yield* Sulfur yang dihasilkan relatif kecil. Namun, ketika suhu meningkat, jumlah *yield* Sulfur menunjukkan kenaikan yang menandakan peningkatan efisiensi produksi Sulfur. Hal ini diduga karena Sulfur cenderung sulit larut dengan baik pada suhu rendah, sehingga partikel Sulfur yang tidak larut dapat menghambat proses penyaringan. Suhu tinggi mendorong kinetika reaksi yang membuat pembubaran molekul Sulfur dalam Toluena yang lebih homogen, di mana hal ini mengarah pada proses penyaringan yang lebih efisien nilai *yield* yang lebih tinggi.

Tabel 2 menunjukkan data nilai kemurnian Sulfur melalui teknik analisis *energy dispersive spectroscopy* (EDS). Nilai *weight%* merupakan nilai berat elemen terhadap berat total semua elemen dalam sampel, yang mewakili tingkat kemurnian sampel Sulfur. Ditunjukkan nilai kemurnian Sulfur sebesar 91,159%; 78,188%; 69,660%; 54,193%; dan 78,321% pada masing-masing sampel Sulfur yang dimurnikan dengan suhu pemanasan 100°C; 80°C; dan 60°C, sampel Sulfur alam, dan sampel Sulfur komersial baterai. Data tersebut menunjukkan kecenderungan peningkatan kemurnian Sulfur pada suhu pemanasan yang lebih tinggi. Pada suhu pemanasan tinggi, kemurnian Sulfur secara konsisten juga meningkat, di mana menunjukkan penghilangan kontaminan yang lebih efektif yang menghasilkan tingkat kemurnian yang lebih tinggi.

Kebudayaan unsur karbon (C) pada setiap sampel Sulfur ini berdampak negatif dalam aplikasi katoda yang dapat mengurangi efisiensi baterai. Atom Sulfur (S) dapat bereaksi secara kimiawi dengan matriks karbon yang menciptakan ikatan S-C. Akibatnya, Sulfur yang membentuk ikatan S-C secara kimiawi dapat "terperangkap" dalam struktur karbon, di mana Sulfur yang terperangkap ini tidak lagi tersedia untuk berkontribusi pada keseluruhan kapasitas penyimpanan energi baterai selama siklus pengisian dan pengosongan berikutnya, yang mengarah pada kehilangan kapasitas pada

baterai. Selain itu, ditunjukkan kandungan unsur nitrogen pada Sulfur komersial baterai dengan nilai yang cukup signifikan, yakni 6,018%. Unsur nitrogen ini merupakan unsur yang sengaja dimasukkan ke matriks Sulfur melalui proses doping nitrogen. Pada aplikasi baterai Lithium-Sulfur (Li-S), doping Nitrogen (N) dilakukan untuk meningkatkan konduktivitas listrik katoda Sulfur, karena sifat nitrogen yang kaya elektron yang dapat memfasilitasi transfer elektron dalam bahan katoda Sulfur. Ikatan S-N dari hasil doping juga dapat bertindak sebagai situs jangkar untuk polisulfida yang membantu melumpuhkan polisulfida di dalam struktur katoda, yang mengarah pada penurunan efek *shuttle* baterai Li-S secara efektif [11-12].

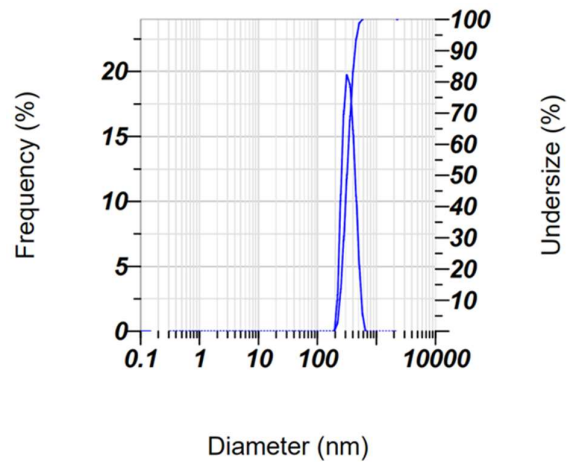
**Tabel 2.** Nilai kemurnian sulfur dengan analisis *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS).

| Jenis Sampel               | Unsur        | Weight % | Atomic % |
|----------------------------|--------------|----------|----------|
| Sulfur Variasi Suhu 100 °C | Carbon (C)   | 8,841    | 20,567   |
|                            | Sulfur (S)   | 91,159   | 79,433   |
| Sulfur Variasi Suhu 80 °C  | Carbon (C)   | 21,812   | 42,684   |
|                            | Sulfur (S)   | 78,188   | 57,316   |
| Sulfur Variasi Suhu 60 °C  | Carbon (C)   | 30,340   | 53,762   |
|                            | Sulfur (S)   | 69,660   | 46,238   |
| Sulfur Alam                | Carbon (C)   | 45,807   | 69,291   |
|                            | Sulfur (S)   | 54,193   | 30,709   |
| Sulfur Komersial Baterai   | Carbon (C)   | 15,662   | 31,223   |
|                            | Nitrogen (N) | 6,018    | 10,287   |
|                            | Sulfur (S)   | 78,321   | 58,489   |

Tabel 3 menunjukkan data nilai kemurnian Sulfur melalui teknik analisis *X-ray fluorescence spectroscopy* (XRF). Nilai m/m% memberikan informasi tentang kelimpahan relatif atau jumlah unsur tersebut dalam sampel, di mana nilai ini mewakili tingkat kemurnian sampel Sulfur. Pada sampel Sulfur variasi suhu 100 °C, ditunjukkan tingkat kemurnian Sulfur 97,530% dengan keberadaan unsur lainnya meliputi natrium, aluminium, klorin, fosfat, titanium, dan besi. Sementara itu, pada sampel Sulfur alam ditunjukkan tingkat kemurnian Sulfur 96,380% dengan keberadaan unsur lainnya yang serupa dengan sampel Sulfur hasil pemurnian, antara lain aluminium, natrium, klorin, fosfat, dan titanium. Sedangkan itu, pada sampel Sulfur komersial baterai ditunjukkan nilai kemurnian Sulfur sebesar 96,150% dengan keberadaan unsur lainnya yang mencakup natrium, aluminium, magnesium, klorin, fosfat, dan titanium. Berdasarkan data di atas, sampel Sulfur yang dimurnikan menunjukkan pengurangan unsur pengotor, yang menghasilkan tingkat kemurnian yang lebih tinggi. Kemurnian dari Sulfur yang dimurnikan tidak hanya lebih tinggi dari kemurnian Sulfur alam, tetapi juga melampaui kemurnian Sulfur komersial yang biasa digunakan untuk baterai Li-S. Hasil ini menunjukkan keefektifan dan potensi teknik pemurnian Sulfur ini untuk dalam meningkatkan kualitas Sulfur.

**Tabel 3.** Nilai kemurnian sulfur dengan analisis *X-Ray Fluorescence Spectroscopy* (XRF).

| Jenis Sampel              | Unsur | m/m%     | StdErr% |
|---------------------------|-------|----------|---------|
| Sulfur Variasi Suhu 100°C | S     | 97.53000 | 0.27000 |
|                           | Na    | 0.95000  | 0.27000 |
|                           | Al    | 0.74000  | 0.10000 |
|                           | Cl    | 0.42400  | 0.02100 |
|                           | P     | 0.26000  | 0.10000 |
|                           | Ti    | 0.07100  | 0.00350 |
|                           | Fe    | 0.02160  | 0.00110 |
|                           |       |          |         |
| Sulfur Alam               | S     | 96.38000 | 0.25000 |
|                           | Al    | 1.39000  | 0.08000 |
|                           | Na    | 1.24000  | 0.26000 |
|                           | Cl    | 0.55100  | 0.02700 |
|                           | P     | 0.34000  | 0.10000 |
|                           | Ti    | 0.06490  | 0.00320 |
|                           |       |          |         |
| Sulfur Komersial Baterai  | S     | 96.15000 | 0.26000 |
|                           | Na    | 1.57000  | 0.26000 |
|                           | Al    | 1.22000  | 0.10000 |
|                           | Mg    | 0.43300  | 0.06800 |
|                           | Cl    | 0.32500  | 0.01800 |
|                           | P     | 0.24000  | 0.10000 |
|                           | Ti    | 0.06830  | 0.00340 |

**Gambar 2.** Kurva distribusi ukuran partikel sulfur yang dimurnikan.

**Tabel 4.** Hasil kalkulasi dari *Particle Size Analysis* (PSA) sulfur hasil pemurnian.

| Peak No. | S.P. Area Ratio | Mean     | S.D.    | Mode     |
|----------|-----------------|----------|---------|----------|
| 1        | 1,00            | 327,9 nm | 73,3 nm | 298,6 nm |
| 2        | ---             | --- nm   | --- nm  | --- nm   |
| 3        | ---             | --- nm   | --- nm  | --- nm   |
| Total    | 1,00            | 327,9 nm | 73,7 nm | 298,6 nm |

Gambar 2 menunjukkan kurva distribusi ukuran partikel yang mewakili persentase frekuensi atau volume partikel pada interval ukuran yang berbeda. Kurva distribusi menunjukkan distribusi ukuran partikel dengan puncak tunggal, yang menunjukkan ukuran partikel dengan frekuensi tertinggi pada 298,6 nm yang ditunjukkan oleh nilai *Mode* pada tabel 4. Selain itu, terdapat bagian kurva yang menanjak, yang terjadi ketika ada persentase kecil dari partikel yang lebih besar dalam sampel. Hal ini dapat disebabkan oleh berbagai faktor, seperti aglomerasi atau adanya kontaminan. Tabel 4 merupakan hasil kalkulasi dari *particle size analyzer* (PSA) yang menunjukkan ukuran rata-rata partikel dari sampel Sulfur yang dimurnikan sebesar 327,9 nm. Selain itu, data juga menunjukkan nilai standar deviasi sebesar 73,7 nm yang merupakan besaran variabilitas ukuran partikel terhadap ukuran partikel rata-rata.

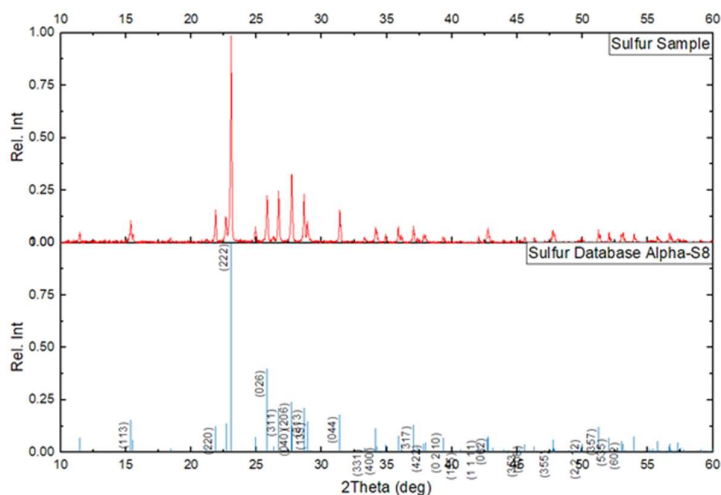
Tabel 5 menunjukkan hasil operasi histogram dan operasi kumulatif dari hasil *particle size analysis* (PSA). Analisis data dari kedua operasi histogram dan kumulatif ini dapat memberikan informasi penting tentang distribusi ukuran partikel dan ukuran partikel kumulatif. Parameter % kumulatif mewakili persentase kumulatif partikel yang memiliki ukuran sama atau lebih kecil dari nilai tertentu. Artinya, sebanyak 90% partikel dalam sampel memiliki ukuran yang sama atau lebih kecil dari 434,8 nm. Selain itu, ditunjukkan ukuran partikel rata-rata pada sampel yaitu 327,9 nm. Nilai ukuran partikel yang semakin kecil menawarkan beberapa keunggulan dalam aplikasi katode baterai, contohnya memberikan area permukaan per satuan massa yang semakin tinggi, yang mengarah pada peningkatan kemungkinan pemanfaatan Sulfur dan meningkatkan reaktivitas elektrokimia. Hal ini berkontribusi secara kolektif pada kepadatan energi baterai yang lebih tinggi, dan stabilitas siklus baterai yang lebih baik.

**Tabel 5.** Hasil Operasi *Particle Size Analysis* (PSA) Sulfur Hasil Pemurnian.

| Operasi Perhitungan         | Variabel          | Nilai                 |
|-----------------------------|-------------------|-----------------------|
| <i>Histogram Operations</i> | Size (Median)     | 316.9 nm              |
|                             | % Cumulative (2)  | 10.0 (%) – 239,3 (nm) |
|                             | % Cumulative (6)  | 50.0 (%) – 316,9 (nm) |
|                             | % Cumulative (8)  | 70.0 (%) – 361,5 (nm) |
|                             | % Cumulative (10) | 90.0 (%) – 434,8 (nm) |
|                             | Mean              | 327,9 nm              |
| <i>Cumulant Operations</i>  | Z-Average         | 252,7 nm              |
|                             | PI                | 2,606                 |

Tabel 5 menunjukkan hasil operasi histogram dan operasi kumulatif dari hasil *particle size analysis* (PSA). Analisis data dari kedua operasi histogram dan kumulatif ini dapat memberikan informasi penting tentang distribusi ukuran partikel dan ukuran partikel kumulatif. Parameter % kumulatif mewakili persentase kumulatif partikel yang memiliki ukuran sama atau lebih kecil dari nilai tertentu. Artinya, sebanyak 90% partikel dalam sampel memiliki ukuran yang sama atau lebih kecil dari 434,8 nm. Selain itu, ditunjukkan ukuran partikel rata-rata pada sampel yaitu 327,9 nm. Nilai ukuran partikel yang semakin kecil menawarkan beberapa keunggulan dalam aplikasi katode baterai, contohnya memberikan area permukaan per satuan massa yang semakin tinggi, yang mengarah pada peningkatan kemungkinan pemanfaatan Sulfur dan meningkatkan reaktivitas elektrokimia. Hal ini berkontribusi secara kolektif pada kepadatan energi baterai yang lebih tinggi, dan stabilitas siklus baterai yang lebih baik.

Analisis PSA juga menunjukkan bahwa serbuk Sulfur yang dimurnikan memiliki *polydispersity index* (PI) sebesar 2,606. Nilai ini menunjukkan serbuk Sulfur yang dimurnikan masih bersifat heterogen, yaitu terdapat variasi ukuran partikel yang relatif tinggi. Nilai PI yang tinggi dapat berimplikasi pada kinerja baterai. Kehadiran partikel dengan ukuran yang terlalu bervariasi dapat mengakibatkan penggunaan Sulfur yang tidak merata dan distribusi bahan aktif yang tidak seragam di dalam elektroda. Hal ini berdampak pada pengurangan kapasitas dan stabilitas baterai, serta penurunan kinerja baterai. Nilai PI tinggi yang dimiliki sampel Sulfur ini dapat diakibatkan oleh beberapa faktor, salah satunya adalah kemungkinan adanya aglomerasi partikel pada serbuk Sulfur, yaitu partikel cenderung berkumpul atau membentuk kelompok yang menghasilkan entitas yang lebih besar dengan ukuran berbeda, yang mengarah pada nilai PI yang tinggi. Hal ini dapat terjadi akibat ukuran partikel Sulfur yang terlalu kecil. Dengan berkurangnya ukuran partikel, luas permukaan partikel Sulfur menjadi relatif lebih besar dibandingkan dengan volumenya. Akibatnya, luas permukaan yang tinggi ini membuat partikel Sulfur rentan terhadap interaksi dengan partikel Sulfur lain di sekitarnya, yang mengarah ke kemungkinan aglomerasi yang lebih tinggi.



**Gambar 3.** Grafik pola difraksi sampel Sulfur hasil pemurnian dengan Sulfur  $\alpha$ -S<sub>8</sub> database COD

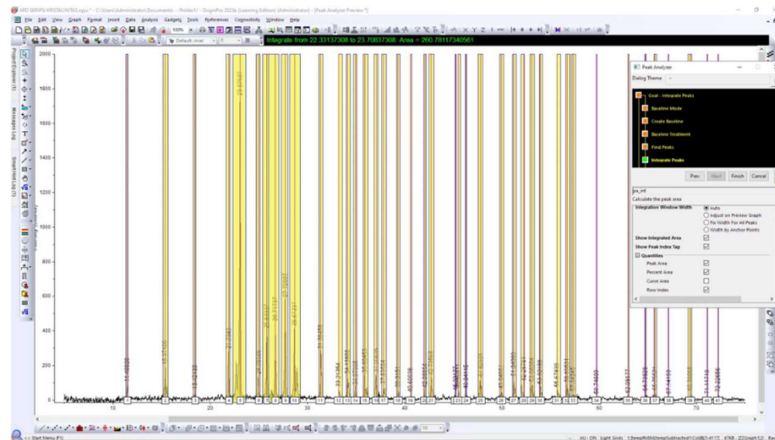
Gambar 3 menunjukkan pola difraksi sampel Sulfur hasil pemurnian pada variasi suhu pemanasan 100°C yang dibandingkan dengan pola difraksi material terdekat berdasarkan database dengan menggunakan perangkat lunak *Xpert Highscore Plus* dengan skor kemiripan 75,08%. Hal ini dapat ditunjukkan melalui kemiripan posisi puncak kristal (2theta) dan intensitas relatif pada sampel Sulfur hasil pemurnian dan Sulfur alfa-S<sub>8</sub>. Hasil ini menunjukkan bahwa jenis Sulfur yang dihasilkan dari proses pemurnian adalah kristal Sulfur alfa-S<sub>8</sub> yang merupakan Sulfur yang sesuai untuk bahan katoda baterai Li-S.

**Tabel 6.** Hasil pengukuran konstanta kisi Sulfur hasil pemurnian.

| Indeks Miller |   |   | 2theta<br>(°) | theta<br>(°) | d<br>(Å) | Konstanta Kisi |       |       | Error<br>(%) |
|---------------|---|---|---------------|--------------|----------|----------------|-------|-------|--------------|
| h             | k | l |               |              |          | a              | b     | c     |              |
| 4             | 0 | 0 | 34,15         | 17,07        | 2,62     | 10,495         |       |       | 0,28261      |
| 2             | 2 | 2 | 23,08         | 11,54        | 3,85     |                | 12,80 |       | 0,29095      |
| 2             | 0 | 6 | 27,72         | 13,86        | 3,22     |                |       | 24,41 | 0,51461      |

Tabel 6 menunjukkan hasil pengukuran konstanta kisi a,b, dan c dari sampel Sulfur yang dimurnikan pada variasi 100°C untuk menentukan jenis alotrop Sulfur. Pengukuran ini dilakukan dengan menggunakan persamaan Bragg untuk menentukan nilai jarak interplanar (d) dari posisi puncak kristal (°2Theta) dan nilai Indeks Miller dari kecocokan dengan pola difraksi database. Untuk sampel Sulfur yang dimurnikan, didapatkan konstanta kisi a sebesar 10,49457499 Å dengan %error 0,282%, konstanta kisi b sebesar 12,79979056 Å dengan %error 0,291%, dan konstanta kisi c sebesar 24,41475781 Å dengan %error 0,515%. Nilai %error tersebut mewakili nilai perbedaan atau kesalahan relatif dari nilai konstanta kisi kristal Sulfur α-S<sub>8</sub> dalam database, yaitu konstanta kisi a sebesar 10,4650, konstanta kisi b sebesar 12,8660, dan konstanta kisi c sebesar 24,4860. Nilai error yang didapatkan relatif sangat kecil, sehingga dapat disimpulkan bahwa bahan Sulfur yang didapatkan adalah berupa kristal Sulfur α-S<sub>8</sub>.

Gambar 4 merupakan proses pengukuran luas puncak keseluruhan dari hasil analisis XRD sampel Sulfur yang dimurnikan dengan menggunakan perangkat lunak OriginLab 2023b. Pengukuran derajat kristalisasi dilakukan dengan persamaan derajat kristalisasi perbandingan luas puncak kristal dan luas puncak keseluruhan. Hasil pengukuran menunjukkan nilai luas semua puncak kristal yaitu sebesar 1044,23969 cts, serta luas puncak keseluruhan (kristal + amorf) yaitu sebesar 1381,475 cts. Berdasarkan persamaan (2), kedua nilai ini kemudian dibandingkan untuk menghasilkan nilai derajat kristalisasi dari sampel Sulfur yang dimurnikan. Nilai derajat kristalisasi yang didapatkan yaitu sebesar 75,588%, di mana nilai ini cenderung memuaskan karena bahan Sulfur dengan derajat kristalisasi di atas 70% sudah dianggap memiliki sifat kristal yang baik untuk aplikasi baterai Litium-Sulfur (Li-S).



**Gambar 4.** Pengukuran derajat kristalisasi Sulfur yang dimurnikan dengan menggunakan perangkat lunak OriginLab.

## 5. Simpulan

Pemurnian Sulfur dengan metode disolusi-rekristalisasi berhasil mendapatkan Sulfur dengan tingkat kemurnian dan kelimpahan tertinggi yang dicapai melalui suhu pemanasan di  $100^{\circ}\text{C}$  dengan nilai *yield* 18,698%. Analisis kemurnian dengan *energy dispersive spectroscopy* (EDS) menunjukkan kemurnian 91,159%, sementara *X-ray fluorescence spectroscopy* (XRF) menunjukkan kemurnian 97,530%. Kemurnian yang tinggi ini berhasil didapat dari proses pelarutan dan penyaringan larutan pada suhu tinggi. Kristal Sulfur berhasil didapatkan dengan derajat kristalisasi 75,620% yang diukur dengan teknik analisis *X-ray diffraction* (XRD). Derajat kristalisasi yang tinggi ini didapat dengan menerapkan kontrol gradien suhu pendinginan yang baik, di mana diturunkan  $1^{\circ}\text{C}$  setiap 1 menit selama proses pendinginan. Selain itu, serbuk Sulfur dinilai memiliki ukuran partikel rata-rata sebesar 327,9 nm dan distribusi partikel yang masih homogen melalui *particle size analysis* (PSA). Ukuran partikel yang kecil ini didapat melalui penyaringan serbuk Sulfur dengan filter laboratorium 400 mesh. Temuan pada penelitian ini menggambarkan kualitas dan karakteristik Sulfur murni yang baik, di mana hal ini menunjukkan keberhasilan teknik pemurnian Sulfur disolusi-rekristalisasi sebagai salah satu langkah penting dalam menciptakan katoda Sulfur berkualitas tinggi untuk baterai Li-S tingkat lanjut.

## 6. Ucapan Terima Kasih

Penulis juga ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua individu dan pihak yang telah berkontribusi dalam penyelesaian penelitian ini, terutama bapak Sahrul Hidayat selaku pembimbing dalam penelitian ini yang telah banyak memberikan banyak arahan dan masukan selama penelitian. Penulis juga ingin mengucapkan terima kasih kepada seluruh civitas akademik Departemen Fisika Universitas Padjadjaran, serta para peneliti dan teknisi laboratorium karakterisasi yang telah memberikan dedikasi, keahlian, dan kerja kerasnya dalam memastikan keakuratan dan keandalan data yang disajikan dalam penelitian ini.

### Daftar Pustaka

- [1] Z. Li, A. Khajepour, and J. Song. (2019). *A Comprehensive Review of the Key Technologies for Pure Electric Vehicles*. Energy, vol. 182, pp. 824–839.
- [2] N. Nitta, F. Wu, J. T. Lee, and G. Yushin. (2015). *Li-Ion Battery Materials: Present and Future*. Mater. Today, vol. 18, no. 5, pp. 252–264.
- [3] Y. Miao, P. Hynan, A. Von Jouanne, and A. Yokochi. (2019). *Current Li-Ion Battery Technologies in Electric Vehicles and Opportunities for Advancements*. Energies, vol. 12, no. 6, pp. 1–20.
- [4] B. Liu *et al.* (2018). *Revisiting Scientific Issues for Industrial Applications of Lithium–Sulfur Batteries*,” Energy Environ. Mater., Vol. 1, no. 4, pp. 196–208.
- [5] B. Y. and J.-L. Y. Fu-Bao Wu. (2019). *Technologies of Energy Storage Systems, in Grid-scale Energy Storage Systems and Applications*. Elsevier. pp. 17–56.
- [6] P. Lens. (2009). *Sulfur Cycle*, in *Encyclopedia of Microbiology*. Elsevier. Vol. 37, no. 4–5, pp. 361–369.
- [7] L. Qie and A. Manthiram. (2016). *High-Energy-Density Lithium–Sulfur Batteries Based on Blade-Cast Pure Sulfur Electrodes*. ACS Energy Lett. Vol. 1, no. 1, pp. 46–51.
- [8] M. Hagen *et al.* (2012). *Lithium–Sulphur Batteries - Binder Free Carbon Nanotubes Electrode Examined with Various Electrolytes*. J. Power Sources. Vol. 213, pp. 239–248.
- [9] Y. Cui, M. Wu, C. Scott, J. Xie, and Y. Fu. (2016). *A Binder-Free Sulfur/Carbon Composite Electrode Prepared by a Sulfur Sublimation Method for Li-S Batteries*. RSC Adv. Vol. 6, no. 58, pp. 52642–52645.
- [10] X. Fan *et al.* (2018). *A General Dissolution–Recrystallization Strategy to Achieve Sulfur-Encapsulated Carbon for an Advanced Lithium–Sulfur Battery*. J. Mater. Chem. A. Vol. 6, no. 25, pp. 11664–11669.
- [11] X. Zhang *et al.* (2018). *High-Performance Lithium Sulfur Batteries Based on Nitrogen-Doped Graphitic Carbon Derived from Covalent Organic Frameworks*. Mater. Today Energy. Vol. 7, pp. 141–148, 2018.
- [12] J. G. Kim, Y. Noh, and Y. Kim. (2022). *Highly Reversible Lithium-Sulfur Batteries with Nitrogen-Doped Carbon Encapsulated Sulfur Cathode and Nitrogen-Doped Carbon-Coated ZnS Anode*. Chem. Eng. J. Vol. 435, p. 131339.
- [13] S. Suárez-Gómez *et al.* (2020). *Effective Extraction of High Purity Sulfur from Industrial Residue with Low Sulfur Content*. J. Mater. Res. Technol. Vol. 9, no. 4, pp. 8117–8124.
- [14] J. G. Speight. (2017). *Properties of Inorganic Compounds, in Environmental Inorganic Chemistry for Engineers*. Elsevier. 2017. pp. 171–229
- [15] S. Jay, P. Cézac, J. P. Serin, F. Contamine, C. Martin, and J. Mercadier. (2009). *Solubility of Elemental Sulfur in Toluene between (267.15 and 313.15) K under Atmospheric Pressure*. J. Chem. Eng. Data. Vol. 54, no. 12, pp. 3238–3241.
- [16] A. Khan *et al.* (2019). *Influence of Fe Doping on the Structural, Optical and Thermal Properties of  $\alpha$ -MnO<sub>2</sub> Nanowires*. Mater. Res. Express. Vol. 6, no. 6, p. 065043.
- [17] D. D. Le Pevelen, (2016). *X-Ray Crystallography of Small Molecules: Theory and Workflow*. Encycl. Spectrosc. Spectrom. pp. 624–639.