

PENGARUH SUHU SINTERING DALAM SINTESIS LITIUM BESI FOSFAT TERKOMPOSIT KARBON SEBAGAI BAHAN KATODE BATERAI ION LITIUM

Iman Rahayu^{1‡}, Christi Liamita¹, Atiek Rostika¹, Rustaman¹, Sahrul Hidayat²

¹Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran

²Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran
Jalan Raya Bandung-Sumedang Km 21 Jatinangor, telepon/faximil (022)7794391

Abstrak. Litium besi fosfat (LiFePO_4) merupakan material katode dari baterai ion litium yang memiliki kapasitas teoretik yang cukup tinggi yaitu 170 mAh/g memiliki tegangan stabil 3,5 V dan ramah lingkungan. Namun material ini memiliki kekurangan, yaitu konduktivitas elektronik dan koefisien difusi ion litiumnya yang rendah. Penelitian ini bertujuan mengamati pengaruh suhu sintering dalam sintesis LiFePO_4/C menggunakan reaksi kimia padat dari prekursor LiH_2PO_4 , Fe_2O_3 , dan karbon. Hasil penelitian menunjukkan, dari data XRD dapat diidentifikasi sampel dengan suhu sintering 850°C, 870°C, dan 900°C sebagai LiFePO_4/C dengan bentuk kristal ortorombik. Suhu sintering optimum sintesis LiFePO_4/C dari precursor LiH_2PO_4 , Fe_2O_3 , dan karbon adalah 870°C.

Kata kunci : LiFePO_4 , suhu sintering.

Abstract. Lithium iron phosphate (LiFePO_4) is a cathode material from a lithium-ion battery that has a rather high theoretical capacity of 170 mAh /g, has a stable voltage at 3.5 V and environmental friendly. However, these materials has a disadvantages, which is that its electronic conductivity and lithium ion diffusion coefficients are low. In this research, synthesis of LiFePO_4/C are optimized by the sintering temperature. $\text{LiFePO}_4 / \text{C}$ were synthesized by a solid chemical synthesis from precursor LiH_2PO_4 , Fe_2O_3 , and carbon.. The results of this research from the XRD results, the samples with sintering temperature 850°C, 870°C and 900°C can be identified as LiFePO_4/C with orthorhombic crystal. Synthesis of LiFePO_4/C with a sintering temperature optimum is 870°C

Keywords : LiFePO_4 , sintering temperature.

1. Pendahuluan

Litium besi fosfat (LiFePO_4) merupakan material katode dari baterai ion litium yang memiliki kapasitas teoretik yang cukup tinggi yaitu 170 mAh/g. Selain itu LiFePO_4 memiliki kelebihan tegangan stabil 3,5 V, dan ramah lingkungan. Namun material ini memiliki kekurangan, yaitu konduktivitas elektronik dan koefisien difusi ion litiumnya yang rendah [1]. LiFePO_4 memiliki nilai koefisien difusi ion litium dan konduktivitas listrik $10^{-14} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$ dan 10^{-9} Scm^{-1} . Dua kelemahan tersebut membatasi aplikasi LiFePO_4 sebagai bahan katode, khususnya pada suhu yang rendah dan densitas arus yang tinggi [2].

Upaya untuk meningkatkan konduktivitas elektronik LiFePO_4 dilakukan dengan cara memperkecil ukuran partikel, menambah lapisan karbon dan doping kation logam [2]. Juga dengan cara mengoptimalkan kondisi sintesis (prekursor, suhu, dan waktu) [3,4,5]. Penelitian ini, bertujuan untuk mengamati pengaruh suhu sintering dalam sintesis komposit LiFePO_4/C .

[‡] email : iman.rahayu@unpad.ac.id

2. Eksperimen

Sintesis LiFePO₄/C dengan menggunakan metode reaksi kimia padat

Tahap pertama dalam mensintesis LiFePO₄/C adalah pencampuran 6,495 g serbuk LiH₂PO₄, 4,9903 g Fe₂O₃, dan serbuk karbon hitam sebanyak 0,7528 g. Serbuk yang telah bercampur kemudian dikalsinasi pada suhu 520°C di dalam tanur selama 6 jam dengan dialiri gas nitrogen. Serbuk yang telah dikalsinasi kemudian dipanaskan dengan variasi suhu 800°C, 850°C, 870°C, dan 900°C di dalam tanur selama 16 jam dengan dialiri gas nitrogen.

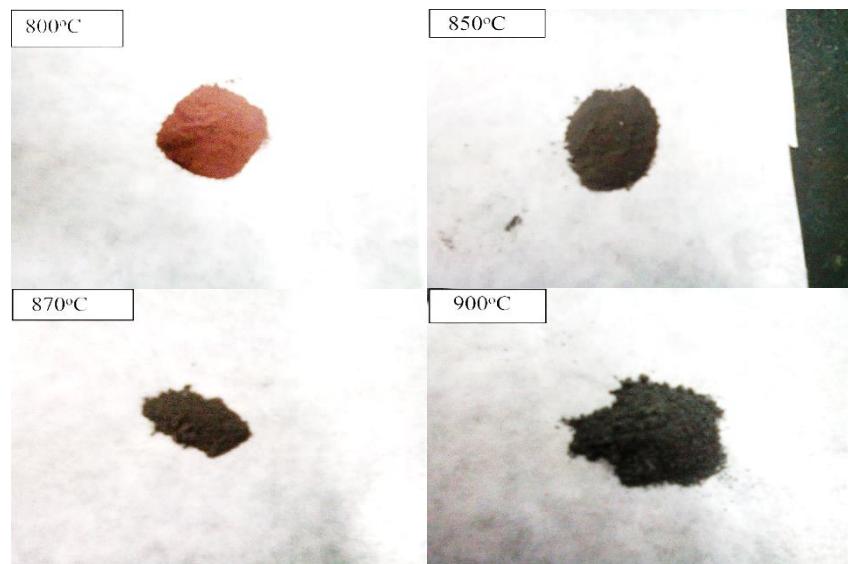
Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan meliputi identifikasi morfologi dalam senyawa dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dan identifikasi struktur kristal dengan X-ray difraksi (XRD).

3. Hasil dan Pembahasan

Sintering

Pada suhu sintering 800°C, menunjukkan LiFePO₄/C belum terbentuk dan masih dominan prekursor Fe₂O₃ masih berwarna merah sedangkan pada suhu sintering 850°C, 870°C, 900°C sudah berwarna hitam menunjukkan LiFePO₄/C sudah terbentuk (Gambar 1).

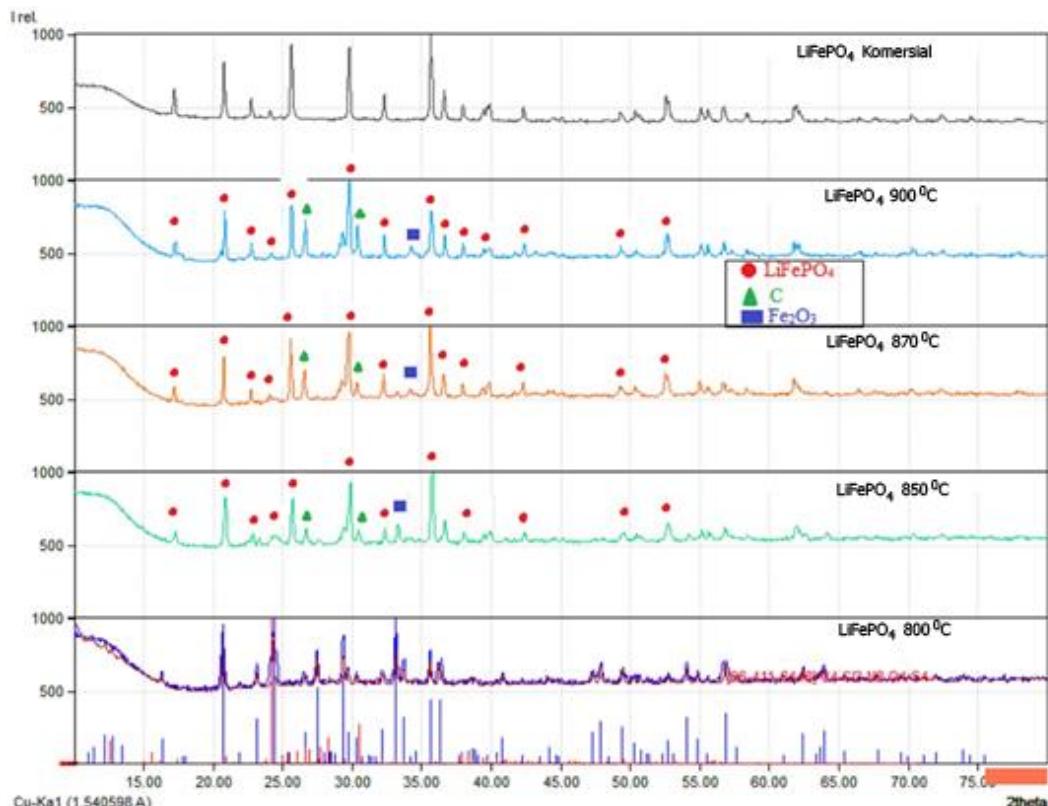


Gambar 1 Serbuk LiFePO₄/C hasil sintering

Karakterisasi

Dari hasil identifikasi struktur kristal dengan XRD pada Gambar 2, terlihat bahwa sampel pada suhu sintering 850°C, 870°C, 900°C memperlihatkan puncak-puncak difraktogram menyerupai sampel LiFePO₄ komersial. Hal ini mengindikasikan bahwa sampel tersebut sudah terbentuk senyawa LiFePO₄, namun pada sampel dengan suhu sintering 800°C puncak-puncak difraktogram tidak seperti sampel LiFePO₄ komersial. Hal ini, menunjukkan reaksi pembentukan senyawa LiFePO₄ belum sempurna. Pola difraksi untuk ketiga variasi suhu sintering terbentuk fase dominan LiFePO₄. Senyawa LiFePO₄ mempunyai struktur kristal

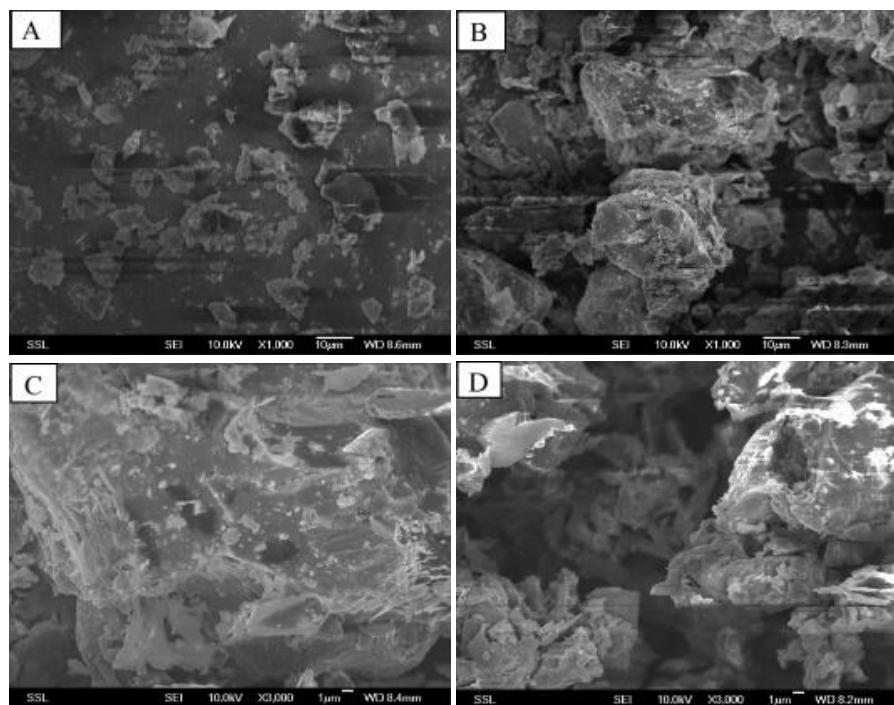
ortorombik dan parameter kisinya $a = 10,332 \text{ \AA}$, $b = 6,010 \text{ \AA}$, $c = 4,692 \text{ \AA}$. LiFePO₄ memiliki struktur olivin sehingga ion litium berinterkalasi 1 arah. Pada ketiga suhu sintering terdapat dua fase karbon dan satu fase pengotor yaitu Fe₂O₃ yang prosentasenya sangat kecil. Kemunculan fase Fe₂O₃ diduga karena proses oksidasi yang terjadi antara gas O₂ yang masuk bereaksi dengan Fe menjadi Fe₂O₃, dan masih adanya prekursor Fe₂O₃ yang belum bereaksi.



Gambar 2 Pola difraksi hasil uji XRD

Kekurangan LiFePO₄ seperti konduktivitas elektronik yang rendah dan difusi ion litium yang lambat dapat menyebabkan LiFePO₄ kehilangan kapasitasnya pada arus tinggi. Ukuran partikel sangat berpengaruh terhadap difusitas dari LiFePO₄ ketika proses pemuatan listrik dan penghasilan listrik memudahkan pergerakan ion litium itu sendiri. Gambar 3, menunjukkan hasil identifikasi morfologi sampel LiFePO₄/C suhu sintering 870°C dan 900°C dengan SEM perbesaran 1000x dan 3000x. Sampel dengan suhu sintering 870°C memiliki ukuran butiran yang lebih kecil dibandingkan sampel dengan suhu sintering 900°C yang memiliki ukuran butiran yang besar dan beraglomerasi membentuk granula. Morfologi butir serbus akan semakin membesar dan beraglomerasi dengan naiknya suhu sintering. Semakin kecil ukuran partikel maka semakin cepat ion litium berpindah dan semakin banyak bentuk partikel yang tersebar merata, sehingga luas permukaan akan semakin besar, hal ini menyebabkan kapasitas baterai lebih besar.

Aglomerasi yang terjadi dapat menurunkan konduktivitas ionik dari interkalasi/deinterkalasi ion litium sehingga dapat menyebabkan kapasitas menurun. Ukuran partikel yang terbentuk bila semakin kecil akan menambah luasan permukaan, hal ini berpengaruh pada saat uji kinerja elektrokimia, dimana luasan permukaan yang lebih besar akan menambah kontak dengan elektrolit sehingga banyak ion litium yang masuk maupun keluar dari katode, sehingga memperbaiki kinerja dari katode LiFePO₄.



Gambar 3. Morfologi serbuk material katode LiFePO₄/C (a) suhu sintering 870°C perbesaran 1000x, (b) suhu sintering 870°C perbesaran 3000x, (c) suhu sintering 900°C perbesaran 1000x, (d) suhu sintering 900°C perbesaran 3000x

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengamatan, analisis, dan pembahasan yang diuraikan maka kesimpulan dari penelitian ini adalah :

1. LiFePO₄/C dapat disintesis dari prekursor LiH₂PO₄, Fe₂O₃, dan karbon dengan metode sintesis kimia padat dengan variasi suhu sintering 850°C, 870°C, dan 900°C.
2. Suhu sintering optimum sintesis LiFePO₄/C dari prekursor LiH₂PO₄, Fe₂O₃, dan karbon adalah 870°C.

Ucapan terima kasih

Sebagian dari penelitian ini dibiayai oleh Hibah PUPR DP2M – DIKTI, tahun 2014 – 2015. Para penulis mengucapkan terima kasih kepada Saudara Permana dan Fuadi Rizki atas bantuan teknis dan pengukuran dengan SEM dan XRD.

Daftar Pustaka

1. Chen, H., Han, S., Yu, W., Hong-Zhi, B., Chang-Ling, F., & Xu, Z. J. Bull. Mater. Sci. 29 (2006) 689–692.
2. Padhi, A. K., Nanjundaswamy, S., & Goodenough, J.B. J. Electrochem. Soc., 144 (1997) 1188-1194.
3. Zhang, J., Xie, J., Chunyang, W., Gaoshao, C., & Xinbing, Z. J. Mater. Sci. Technol. 27. (2011) 1001-1005.
4. Zhang, S.S. Allen, J.L. K. Xu, & T.R. Jow. J. Power Soc. 147 (2005) 234–240.
5. Zhang, W.M., Hu, J.S., Guo, Y.G., Zheng, S.F., Zhong, L.S., Song, W.G., & Wan, L.J. Advanced Mater. 20 (2008) 1160-1165.