

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

Iman Rahayu<sup>1‡</sup>, Christi Liamita<sup>1</sup>, Atiek Rostika<sup>1</sup>, Rustaman<sup>1</sup>, Sahrul Hidayat<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran

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

**Abstrak.** Litium besi fosfat ( $\text{LiFePO}_4$ ) 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  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  menggunakan reaksi kimia padat dari prekursor  $\text{LiH}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan karbon. Hasil penelitian menunjukkan, dari data XRD dapat diidentifikasi sampel dengan suhu sintering 850°C, 870°C, dan 900°C sebagai  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  dengan bentuk kristal ortorombik. Suhu sintering optimum sintesis  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  dari precursor  $\text{LiH}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan karbon adalah 870°C.

*Kata kunci :*  $\text{LiFePO}_4$ , suhu sintering.

**Abstract.** Lithium iron phosphate ( $\text{LiFePO}_4$ ) 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  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  are optimized by the sintering temperature.  $\text{LiFePO}_4 / \text{C}$  were synthesized by a solid chemical synthesis from precursor  $\text{LiH}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 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  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  with orthorhombic crystal. Synthesis of  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  with a sintering temperature optimum is 870°C

*Keywords :*  $\text{LiFePO}_4$ , sintering temperature.

### 1. Pendahuluan

Litium besi fosfat ( $\text{LiFePO}_4$ ) merupakan material katode dari baterai ion litium yang memiliki kapasitas teoretik yang cukup tinggi yaitu 170 mAh/g. Selain itu  $\text{LiFePO}_4$  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].  $\text{LiFePO}_4$  memiliki nilai koefisien difusi ion litium dan konduktivitas listrik  $10^{-14} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$  dan  $10^{-9} \text{ Scm}^{-1}$ . Dua kelemahan tersebut membatasi aplikasi  $\text{LiFePO}_4$  sebagai bahan katode, khususnya pada suhu yang rendah dan densitas arus yang tinggi [2].

Upaya untuk meningkatkan konduktivitas elektronik  $\text{LiFePO}_4$  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  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$ .

---

<sup>‡</sup> email : iman.rahayu@unpad.ac.id

## 2. Eksperimen

### Sintesis $\text{LiFePO}_4/\text{C}$ dengan menggunakan metode reaksi kimia padat

Tahap pertama dalam mensintesis  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  adalah pencampuran 6,495 g serbuk  $\text{LiH}_2\text{PO}_4$ , 4,9903 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan serbuk karbon hitam sebanyak 0,7528 g. Serbuk yang telah bercampur kemudian dikalsinasi pada suhu  $520^\circ\text{C}$  di dalam tanur selama 6 jam dengan dialiri gas nitrogen. Serbuk yang telah dikalsinasi kemudian dipanaskan dengan variasi suhu  $800^\circ\text{C}$ ,  $850^\circ\text{C}$ ,  $870^\circ\text{C}$ , dan  $900^\circ\text{C}$  di dalam tanur selama 16 jam dengan dialiri gas nitrogen.

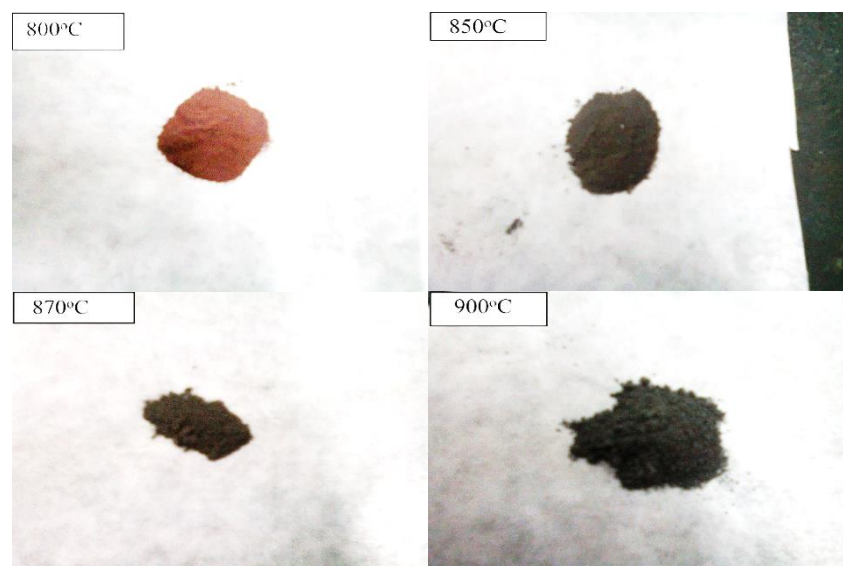
### Karakterisasi

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  $800^\circ\text{C}$ , menunjukkan  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  belum terbentuk dan masih dominan prekursor  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  masih berwarna merah sedangkan pada suhu sintering  $850^\circ\text{C}$ ,  $870^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$  sudah berwarna hitam menunjukkan  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  sudah terbentuk (Gambar 1).

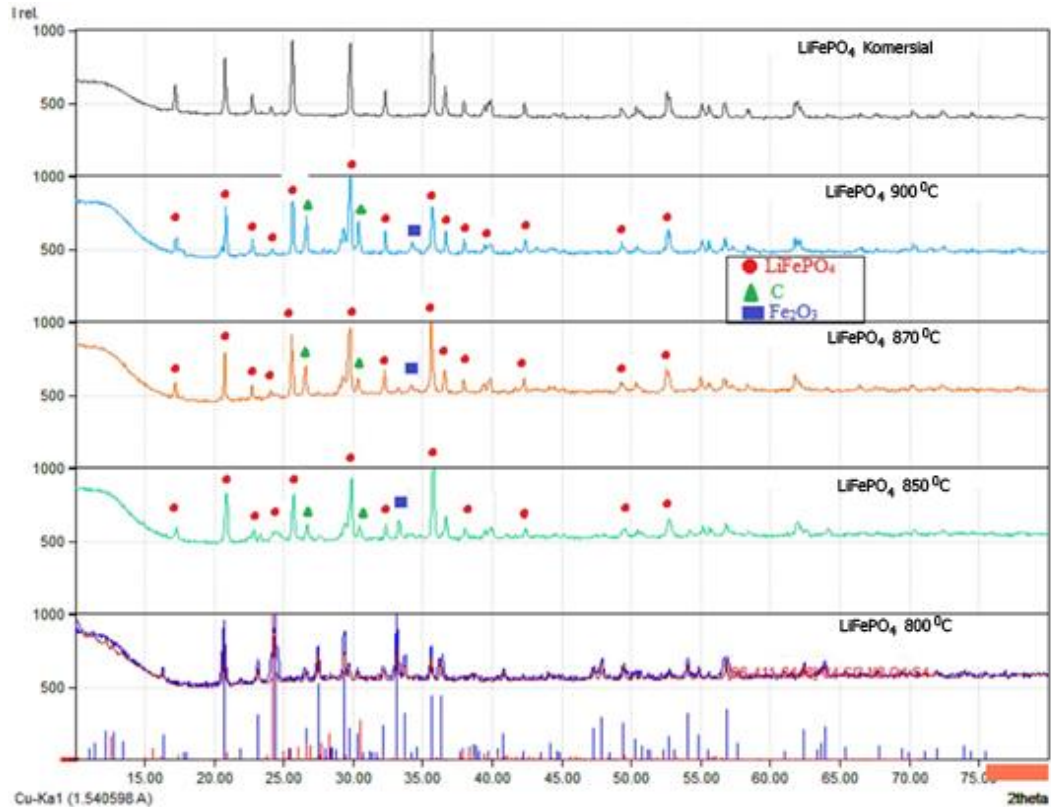


Gambar 1 Serbuk  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  hasil sintering

### Karakterisasi

Dari hasil identifikasi struktur kristal dengan XRD pada Gambar 2, terlihat bahwa sampel pada suhu sintering  $850^\circ\text{C}$ ,  $870^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$  memperlihatkan puncak-puncak difraktogram menyerupai sampel  $\text{LiFePO}_4$  komersial. Hal ini mengindikasikan bahwa sampel tersebut sudah terbentuk senyawa  $\text{LiFePO}_4$ , namun pada sampel dengan suhu sintering  $800^\circ\text{C}$  puncak-puncak difraktogram tidak seperti sampel  $\text{LiFePO}_4$  komersial. Hal ini, menunjukkan reaksi pembentukan senyawa  $\text{LiFePO}_4$  belum sempurna. Pola difraksi untuk ketiga variasi suhu sintering terbentuk fase dominan  $\text{LiFePO}_4$ . Senyawa  $\text{LiFePO}_4$  mempunyai struktur kristal

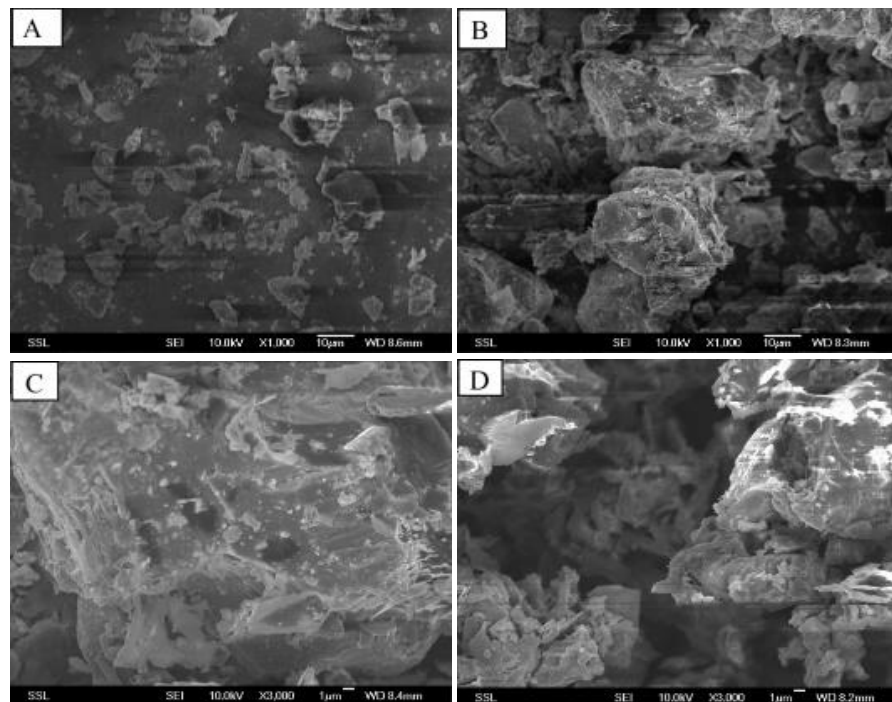
ortorombik dan parameter kisinya  $a = 10,332 \text{ \AA}$ ,  $b = 6,010 \text{ \AA}$ ,  $c = 4,692 \text{ \AA}$ .  $\text{LiFePO}_4$  memiliki struktur olivin sehingga ion litium berinterkalasi 1 arah. Pada ketiga suhu sintering terdapat dua fase karbon dan satu fase pengotor yaitu  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang persentasenya sangat kecil. Kemunculan fase  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  diduga karena proses oksidasi yang terjadi antara gas  $\text{O}_2$  yang masuk bereaksi dengan Fe menjadi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan masih adanya prekursor  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang belum bereaksi.



**Gambar 2** Pola difraksi hasil uji XRD

Kekurangan  $\text{LiFePO}_4$  seperti konduktivitas elektronik yang rendah dan difusi ion litium yang lambat dapat menyebabkan  $\text{LiFePO}_4$  kehilangan kapasitasnya pada arus tinggi. Ukuran partikel sangat berpengaruh terhadap difusitas dari  $\text{LiFePO}_4$  ketika proses pemuatan listrik dan penghasilan listrik memudahkan pergerakan ion litium itu sendiri. Gambar 3, menunjukkan hasil identifikasi morfologi sampel  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  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 serbuk 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  $\text{LiFePO}_4$ .



**Gambar 3.** Morfologi serbuk material katode  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  (a) suhu sintering  $870^\circ\text{C}$  perbesaran 1000x, (b) suhu sintering  $870^\circ\text{C}$  perbesaran 3000x, (c) suhu sintering  $900^\circ\text{C}$  perbesaran 1000x, (d) suhu sintering  $900^\circ\text{C}$  perbesaran 3000x

#### 4. Kesimpulan

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

1.  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  dapat disintesis dari prekursor  $\text{LiH}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan karbon dengan metode sintesis kimia padat dengan variasi suhu sintering  $850^\circ\text{C}$ ,  $870^\circ\text{C}$ , dan  $900^\circ\text{C}$ .
2. Suhu sintering optimum sintesis  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  dari prekursor  $\text{LiH}_2\text{PO}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan karbon adalah  $870^\circ\text{C}$ .

#### Ucapan terima kasih

Sebagian dari penelitian ini dibiayai oleh Hibah PUPT 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.