

PEMBUATAN DAN ANALISA XRD LEMBARAN TIPIS BAHAN KATODA $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ SEBAGAI PEMBUATAN SEL BATERAI

JORENA

Abstrak : Telah dilakukan pembuatan lembaran tipis komposit Lithium Mangan Oksida yang akan digunakan sebagai bahan katoda untuk pembuatan sel baterai pada Lithium dengan dua proses pembuatan. Pertama adalah pembuatan melalui proses metalurgi serbuk dengan mereaksikan serbuk Lithium Carbonat (Li_2CO_3) dengan Mangan dioksida dimana komposisi bahan ditentukan dari reaksi Stoikiometri. Kedua adalah pembuatan lembaran yang menggunakan proses tape casting dengan perangkat doctor blade. Serbuk $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ dicampur dengan bahan polimer dan Carbon black sambil dilakukan pemanasan sampai terbentuk slurry kemudian dilakukan proses tape casting dengan perbandingan serbuk dengan polimer 7:3. Karakteristik yang dilakukan meliputi karakteristik struktur cristal dengan perangkat XRD. Hasil XRD memperlihatkan bahwa $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ mempunyai struktur spinel dan membentuk struktur $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ dan penambahan carbon black tidak merubah pola difraksi.

Kata kunci : Lithium Mangan Oksida, Lithium Carbonat , Mangan dioksida

Abstract : It had been made the composite thin of film Lithium Mangan Okside ($\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$) as cathode material for lithium batterey using two methode. First, powder metalurgi process which react Lithium Carbonate (Li_2CO_3) powder with Mangan Diokside (MnO_2). The composition was determened by stoikiometry reaction. Second, tape casting metodr using doctor blade set instrument. $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ powder was mixed with polymer materialand black carbon. It was burned until slurry formed before tape casting process conducted with composition of powder topolymer 7:3. Characteristic had done crystal structure by XRD. The result showed that $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ has spinel structure and $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ structure and adding black carbon didn't change the diffraction pola.

Keys word : Lithium Mangan Okside, Lithium Carbonate , Mangan diokside

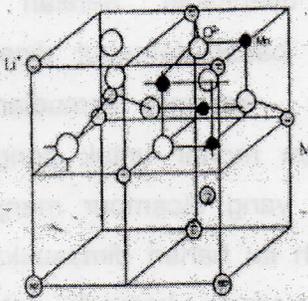
PENDAHULUAN

Perangkat elektronik seperti hand-
pone, laptop, handycam telah menjadi
bagian yang penting sebagai perangkat
pendukung bagi aktivitas manusia. Jenis
baterai yang diharapkan sebagai sumber
energi dan perangkat tersebut adalah
ringan, tahan lama dan tidak menimbulkan
masalah lingkungan. Batería Nikel yang
masih banyak digunakan pada saat ini

memang mampu bertahan lama, tetapi
kekurangannya adalah tidak dapat diisi
kembali jika masa pakai baterai belum
habis, serta dapat menimbulkan polusi.
(Barker and Jeremy 1997)

Lithium Mangan Oxide $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$
dikenal sebagai elektroda penyisip batrai
Lithium rechargeable (dapat diisi kembali).
Baterai sangat dikenal karena kekhususan
sifat atraktifnya seperti tegangan sel tinggi,

ketahanan hidupnya cukup lama, dioperasikan pada suhu tinggi dan digunakan pada elektroda material non toxic.



Gambar 1. struktur spinel $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$

Struktur spinel susunan atom oksigen merupakan susunan rapat muka atau FCC. Dalam struktur spinel susunan atom oksigen merupakan kubus susunan rapat.

Baterai pada Lithium memiliki beberapa keunggulan seperti densitas energi tinggi, karakterisasi pelepasan muatan yang baik, tahan kebocoran, proses pengisian yang dapat dilakukan kapan saja dan tidak menimbulkan polusi.

Katoda Lithium Mangan Okside mempunyai sifat-sifat sebagai berikut:

a. Energi tinggi

Energi yang tinggi merupakan salah satu syarat utama yang dibutuhkan baterai isi ulang.

b. Sistem interkalasi yang baik

Kemampuan interkalasi yang baik dari baterai Lithium tersebut berhubungan dengan struktur kristal dari Lithium Mangan Oxide ($\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$) dimana ($\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$) mempunyai struktur spinel yang mempunyai kemampuan sistem interkalasi tiga dimensi.

c. Proses pembuatan yang mudah

Lithium Mangan Oxide dibuat dengan menggunakan dua prose yang cukup mudah dilaksanakan. Pertama adalah menggunakan proses metalurgi serbuk pada saat pembuatan serbuk $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ dalam bentuk lembaran, dengan menggunakan proses *tape casting* dengan perangkat *doctor blade*

d. Ramah lingkungan

Bahan yang ramah lingkungan berhubungan dengan sifat-sifat yang terkandung pada bahan baku pembuatan lembaran katoda lithium Mangan Oxide. Bahan baku pembuatan lembaran $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ adalah Lithium Carbonat (Li_2CO_3) dan Mangan Dioxide (MnO_2).

Polythylene glycol (PEG)

PEG merupakan polimerisasi ethylene oxide



Pada tingkat berat molekul rendah merupakan cairan polimerpanas yang stabil. Sebagaimana derajat dari polimerisasi n meningkat, maka viskositas meningkat dan pada saat berat molekul sekitar 1000 gr/mol plasticizer menjadi bentuk padat yang lembut dalam bentuk gel. Pada tingkat berat molekul yang lebih tinggi merupakan bentuk gel yang lebih padat. PEG sangat murni dan larut dalam air. (Hawley G. Gessner)

Ethyl Vinil Asetate (EVA)

Merupakan salah satu bahan polimer yang berfungsi sebagai binder atau bahan pengikat agar bahan uji yang dihasilkan tidak retak. EVA bersifat pengecer agar larutan stabil dan partikel yang ada pada

larutan tersebut tidak cepat mengendap. EVA tidak dapat larut dalam air maupun alkohol. (Hawley G. Gessner)

Carbon Black merupakan bagian dari bahan carbon dibuat dengan pembakaran yang tidak sempurna atau dekomposisi thermal (perubahan komposisi thermal) dari bahan bakar gas alami. Tipe yang utama sesuai dengan metoda produksi, hitam, furnace black dan thermal hitam. Bahan ini mempunyai ukuran partikel yang sangat kecil. Carbon black berwarna hitam dan merupakan serbuk serbuk amorf. Dengan keberadaan dalam campuran dapat mempengaruhi sifat konduktivitas pada campuran tersebut.

(Hawley G. Gessner)

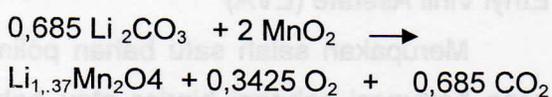
METODA PENELITIAN

Pembuatan Serbuk $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$

Dalam penelitian ini, bahan baku yang digunakan adalah Lithium Carbonat (Li_2CO_3) dengan kemurnian 99,9 % dan Mangan Dioxide (MnO_2) dengan kemurnian 99,9 % berasal dari MERCK.

Penentuan komposisi

Penentuan komposisi Lithium Mangan Okside ($\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$) dilakukan dengan mengacu menurut stoikometri (perbandingan) reaksi dari yang diharapkan sebagai berikut:



Proses pembuatan Lithium Mangan Okside diawali dengan persiapan bahan

baku yaitu Lithium Carbonat (Li_2CO_3) dan Mangan Okside (MnO_2). Kedua bahan baku ini ditimbang sesuai dengan komposisi yang telah ditentukan. Setelah penimbangan, kedua bahan tersebut dicampur didalam cawan keramik kemudian dimasukkan kedalam mortar untuk penggerusan agar bahan yang dicampur menjadi homogen. Setelah itu bahan dimasukkan kembali ke dalam cawan keramik untuk dikalsinasi dengan suhu 750°C selama 4 jam. Pada saat proses kalsinasi terjadi penghilangan zat-zat yang tidak diinginkan dimana zat-zat tersebut menguap. Setelah melalui proses kalsinasi serbuk tersebut akan membongkah dan mengalami penyusutan karena adanya zat-zat yang hilang .

Setelah itu serbuk digerus kemudian diayak dengan pengayak lolos 400 mesh. Kemudian serbuk disinter dengan suhu 950°C selama 6 jam. Proses ini dilakukan agar partikel serbuk terikat kuat, setelah itu serbuk kembali di haluskan dengan menggunakan pengayak lolos 400 mesh. Melalui proses tersebut didapat serbuk $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$.

Pencetakan Lembaran tipis $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$

Pencetakan sampel dilakukan dengan menggunakan proses tape casting pada perangkat doctor blade. Adapun komposisi sampel yang akan dicetak adalah sebagai berikut: Serbuk $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ berbanding Polimer (Ethyl Vinyl Acetate+Polyethylene) adalah 7:3 dan Variasi %CB dan %PEG dapat dilihat pada tabel 1

Tabel 1. Komposisi Bahan.

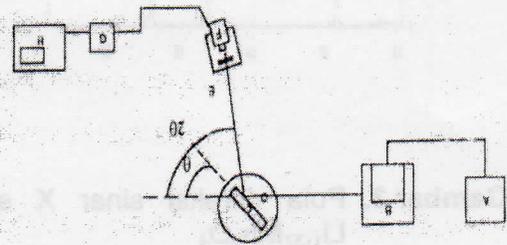
Sampel	Serbuk + %CB		%polimer	
	7		3	
	(gr)	volume total 10 gr	PEG %	EVA %
A	7.000	0.0		
B	6.650	5.0	20	80
C	6.475	7.5		
D	6.300	0.0		
E	7.000	0.0		
F	6.650	5.0	25	75
G	6.475	7.5		
H	6.300	0.0	30	70
I	7.000	0.0	35	65

Proses pembentukan lembaran diawali dengan pencampuran serbuk $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$, bahan polimer Ethyl Vinyl Acetate (EVA) sebagai binder, Polyethylene glycol (PEG) sebagai plasticizer dan Xylene sebagai pelarut dan variasi carbon black di dalam beaker gelas dengan pencampuran kering. Pencampuran dilakukan sesuai dengan perbandingan serbuk. Selanjutnya bahan dicampur dengan menggunakan magnetic stirrer sambil dipanaskan di atas hot plate stirrer. Pada awal pencampuran suhu diatur dengan suhu awal 50°C , selanjutnya suhu dinaikan 5°C tiap 5 menit. Pada saat slurry telah terbentuk, kemudian dilakukan pembentukan lembaran tipis dengan proses tape casting dengan proses doctor blade. Setelah itu dilakukan pengeringan secara perlahan-lahan.

Karakteristik XRD

X Ray diffraktometer merupakan alat yang memberikan data-data difraksi dan kuantitas intensitas difraksi pada sudut-sudut difraksi dari suatu bahan. Secara

umum difraktometer sinar X ditunjukkan pada gambar 2.

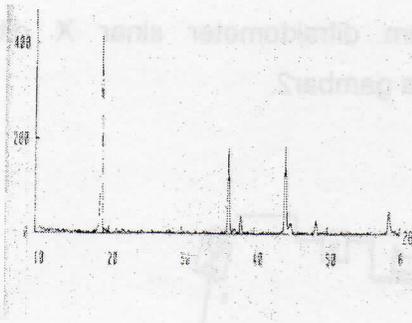
**Gambar 2.** Difraktometer sinar X

Keterangan dan prosedur penggunaan alat difraktometer sinar X sebagai berikut:

1. A. adalah generator tegangan tinggi yang berfungsi sebagai catu daya sumber tegangan sinar X (B)
2. Sampel C. diletakkan di atas tatakan (D) yang dapat diputar
3. Sinar X dari sumber (B) mendifraksi sampel menjadi berkas sinar convergen yang berfokus di celah E kemudian masuk ke alat pencacah
4. (D) dan (F) dihubungkan secara mekanis. Jika (F) berputar sebesar 20° maka (D) akan berputar sebesar 0°
5. Intensitas difraksi sinar X yang masuk dalam alat pencacah (F) dikonversikan dengan alat kalibrasi (G) dan sinyal tegangan yang sesuai dan direkam oleh alat rekam (H) dalam bentuk kurva.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar dibawah ini merupakan hasil pengamatan produk $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ yang dihasilkan dari uji XRD yang dibagi menjadi dua bahagian:



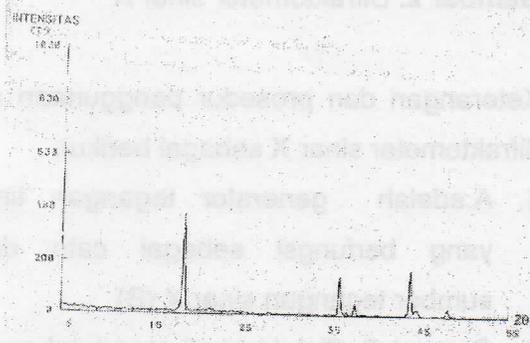
Gambar 3. Pola difraksi sinar X serbuk $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$

Tabel 2. Data intensitas 2θ dan (d_{hkl}) serbuk $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$

No.	I/Io	2θ	θ	d_{hkl}	hkl
1.	100	19	9,5	4,667	111
2.	45,09	6,2	18,1	2,479	311
3.	9,61	38	19	2,366	222
4.	44,23	44,2	22,1	2,047	400
5.	6,73	48,4	24,2	1,879	331
6.	11,53	58,4	29,2	1,578	333

Tabel 3. Data intensitas 2θ dan (d_{hkl}) serbuk $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ penambahan variasi carbon black

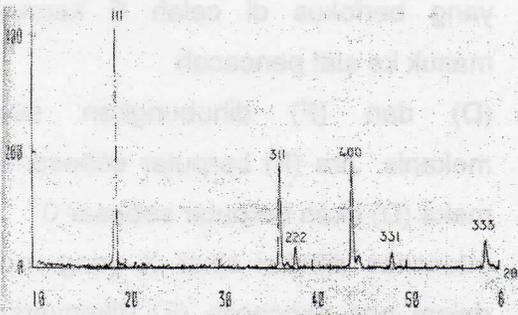
No.	I/Io	2θ	θ	d_{hkl}	hkl
1.	100	19	9,5	4,667	111
2.	45,09	36,2	18,1	2,479	311
3.	9,61	38	19	2,366	222
4.	44,23	44,2	22,1	2,047	400
5.	6,73	48,4	24,2	1,879	331
6.	11,53	58,4	29,2	1,578	333



Gambar 4. Pola difraksi sinar X lembaran tipis dengan variasi carbon black 10 %

Tabel 4. Data intensitas 2θ dan (d_{hkl}) lembaran $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ dari literatur

No.	I/Io	2θ	θ	d_{hkl}	hkl
1.	100	19,2	9,6	4,618	111
2.	45,09	36,2	18,1	2,479	311
3.	9,61	38	19	2,366	222
4.	44,23	44,1	22,05	2,051	400
5.	6,73	48,4	24,2	1,879	331
6.	11,53	58,3	29,15	1,581	333



Gambar 5. Pola difraksi sinar X lembaran tipis $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ secara literatur

Berdasarkan perumusan Bragg dapat diperoleh harga jarak antar bidang bragg (d_{hkl}) sesuai dengan persamaan (1). Sedangkan untuk menghitung indeks Miller hkl digunakan persamaan (2). Data dibawah ini merupakan hasil perhitungan (d_{hkl}) dan hkl berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan.

Untuk menganalisa struktur kristal Untuk menganalisa struktur cristal sampel, $\text{Li}_{1,37}\text{Mn}_2\text{O}_4$ digunakan alat difakrotometer. Pada pola difraksi, nilai intensitas terhadap sudut 2θ terlihat puncak-puncak intensitas yang terjadi. Hal ini disebabkan karena adanya gejala interferensi yang saling memperkuat. Dimana sudut θ yang

dihasilkan memenuhi hubungan dengan persamaan Bragg yaitu

$$2 d \sin \theta = n \cdot \lambda \dots\dots\dots(1)$$

Dari grafik dapat diperoleh sudut 2θ kemudian dapat dicari nilai $\sin \theta$. Dari harga yang telah ditentukan oleh alat yaitu 1, 5400 A dan diambil maksimum yaitu 1, maka diperoleh jarak antar bidang (d_{hkl}) untuk serbuk dan lembaran $Li_{1,37}Mn_2O_4$ adalah 4,667 A; 2,479 A; 2, 366 A; 2,047 A; 1,578 A. Demikian juga untuk penentuan index Miller hkl, digunakan rumus

$$d_{hkl} = \frac{a}{h^2 + k^2 + l^2} \dots\dots\dots(2)$$

Dengan nilai konstanta kisi (a) ($Li_{1,37}Mn_2O_4$) = 8,425 A. Masing-masin index Miller hkl adalah 111; 311; 222; 400; 331; 333, dimana hasil yang diperoleh secara eksperimen sama dengan hasil pada literature.

Analisa ini dilakukan untuk mengetahui dan membuktikan bahwa struktur cristal dari $Li_{1,37}Mn_2O_4$ merupakan sturtur spinel sesuai dengan Pola difraksi serbuk $Li_{1,37}Mn_2O_4$ lembaran tipis pada penelitian dengan refrensi adalah sama. Penambah carbon black dan polimer tidak mempengaruhi pola difraksi.

KESIMPULAN

1. Proses metalurgi serbuk merupakan salah satu proses yang dapat dilakukan dalam pembuatan serbuk $Li_{1,37}Mn_2O_4$ yang merupakan komponen pembuatan baterai

2. Pola difraksi XDR serbuk $Li_{1,37}Mn_2O_4$ tidak ada perbedaan dengan pola difraksi lembaran $Li_{1,37}Mn_2O_4$ variasi 10% CB, dimana carbon variasi black dan polimer tidak mempengaruhi pola difraksi dari bahan $Li_{1,37}Mn_2O_4$
3. Melalui analisa XDR diketahui bahwa $Li_{1,37}Mn_2O_4$ mempunyai struktur spinel sesuai dengan literatur

DAFTAR PUSTAKA

Barker and Jermy (1997), " Lithium Ion Electrochemically Sell", page 7 US Patent 5660948

B. Prihandoko, (1993) Synthese Van $Li_xMn_2O_4$, Technical report in T.U. Delft,

Carson (1998), PR Newswire, California USA

Hawley G. Gessner, " The Condensed Chemical Dictionary", Eight edition, Van Nostrand Reinhold Company.

Jorena, (Peneliti Muda 2003) " Pembuatan dan Karakterisasi Sifat Listrik Lembaran Tipis Katoda $Li_{1,37}Mn_2O_4$ "