

# Pengaruh Temperatur Kalsinasi Pada Pembentukan *Lithium Iron Phosphate* (Lfp) dengan Metode *Solid State*

Arum Puspita Sari, Dessy Putri Efhana, Mochamad Zainuri  
Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia  
e-mail: zainuri@physics.its.ac.id

**Abstrak**—Sebuah sintesis material katoda Lithium Iron Phosphate (LFP) dengan metode solid state telah selesai dilakukan. Bahan dasar yang digunakan adalah serbuk Lithium Carbonate sebagai sumber ion Li, Iron(III) Chloride Hexahydrate sebagai ion Fe, Di-ammonium Hydrogen Phosphate sebagai ion phosphate. Pada penelitian ini digunakan variasi temperatur kalsinasi yaitu 500°C, 550°C, 600°C, dan 700°C dengan waktu penahanan selama 10 jam. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan pengujian Difraktometer Sinar-X (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Particle Size Analyzer (PSA), dan LCR Two Probe. Analisis data XRD dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak X'pert High Score Plus (HSP). Hasil analisis menunjukkan bahwa prosentase fasa olivine dan konduktivitas listrik tertinggi, yaitu 35% dan 0,0769 S/cm terbentuk pada temperatur kalsinasi 700°C. Partikel material katoda LFP berukuran mikron dalam rentang 0,8 – 1,3µm seperti yang ditunjukkan berdasarkan pengujian Particle Size Analyzer (PSA).

**Kata Kunci**—kalsinasi, katoda, LFP, olivine, solid state.

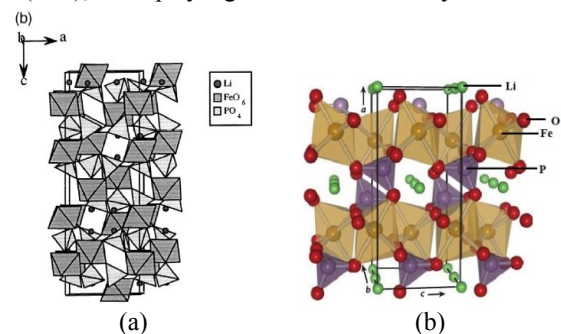
## I. PENDAHULUAN

penggunaan peralatan elektronik seperti handphone, laptop dan gadget lainnya semakin meningkat. Hal ini menyebabkan perlunya peralatan penyimpanan energi listrik (baterai) yang efisien, bahan baku mudah diperoleh, ekonomis, ramah lingkungan dan berkapasitas tinggi. Salah satu jenis baterai yang memiliki beda potensial tinggi, densitas energi tinggi dan stabilitas *cycling* yang baik yaitu baterai ion lithium. Baterai ion lithium sudah banyak digunakan sebagai sumber energi untuk peralatan elektronik *portable* bahkan pada mobil listrik [1]. Baterai litium terdiri dari tiga komponen utama yaitu elektrolit, anoda dan katoda.

Beberapa material katoda pada baterai ion litium yang telah disintesis yaitu *lithium mangan oxide* ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) [1], *lithium cobalt oxide* ( $\text{LiCoO}_2$ ) [2] dan *lithium iron phosphate* (LFP) [3]. Dari ketiganya,  $\text{LiCoO}_2$  memiliki kapasitas spesifik tertinggi (220 mAh/g) dan konduktivitas listrik cukup tinggi yakni  $10^{-3}$  S/cm, namun material ini harganya mahal dan tidak ramah lingkungan karena mengandung logam berat [2]. Sedangkan untuk material  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  mudah dibuat, ramah lingkungan dan harga terjangkau namun memiliki kapasitas rendah (110mAh/g) dan konduktivitas listrik lebih rendah yakni sekitar  $10^{-5}$  S/cm. Dari kelemahan material katoda tersebut, terdapat material katoda yang sedang dikembangkan saat ini yaitu *lithium iron phosphate* atau disebut juga *lithium*

*ferro phosphate* (LFP) yang memiliki keunggulan yaitu biaya pembuatan lebih murah dibandingkan  $\text{LiCoO}_2$  dan  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  karena bahan – bahan pembentuknya mudah didapatkan di alam, tidak beracun, kapasitas sedang (170 mAh/g), dan ramah lingkungan. Namun kelemahan dari material ini adalah konduktivitas listrik rendah yaitu berorde  $10^{-9}$  S/cm dan difusi ion lithium yang lambat. Dua kelemahan tersebut membatasi aplikasi *lithium iron phosphate* (LFP) sebagai material katoda, khususnya pada temperatur rendah dan densitas arus yang tinggi [4].

Lithium iron phosphate merupakan material katoda baru yang digunakan pada baterai ion litium. LFP ini memiliki dua tipe utama yaitu tipe yang berstruktur NASICON yaitu  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  dan tipe yang berstruktur olivine yaitu  $\text{LiFePO}_4$ .



Gambar 1. (a) Struktur kristal NASICON  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  (b) Struktur kristal olivine  $\text{LiFePO}_4$  [8].

Jika dibandingkan antara  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  dengan  $\text{LiFePO}_4$  sebagai material pembentuk katoda menunjukkan bahwa keduanya memenuhi kriteria sebagai material katoda pada baterai ion litium dimana keduanya memiliki *reversibility* yang baik untuk pasangan redoks  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ . Dalam keadaan oksidasi, ion besi pada  $\text{LiFePO}_4$  memiliki bilangan oksidasi 2+ sedangkan pada  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  memiliki bilangan oksidasi 3+ [5]. Kedua senyawa besi ini memiliki keunggulan yaitu biaya fabrikasi rendah, kestabilan termal yang baik, aman, terbentuk dari unsur – unsur yang banyak terdapat di alam, ramah lingkungan, tidak beracun, memberikan densitas energi yang tinggi [6].

Berbagai metode telah dikembangkan untuk membuat material katoda LFP, yaitu metode kopresipitasi [7], *solid state* [8], *sol-gel* [9], *microwave heating* [10], *carbothermal reduction* [11], *spray pyrolysis* [3] dan lain – lain. Dari berbagai metode tersebut masing – masing memiliki

keunggulan dan kelemahan dan metode yang paling mudah dilakukan karena persiapan alat sederhana, variable kontrol mudah adalah metode *solid state*. Dimana metode ini merupakan metode pencampuran padatan tanpa menggunakan medium pelarut.

Pada penelitian ini bertujuan untuk membentuk material katoda LFP dengan struktur olivine melalui mekanisme *solid state*, membentuk partikel katoda LFP di dalam orde mikro dan mengidentifikasi sifat kelistrikan berdasarkan pengaruh temperatur kalsinasi.

## II. METODE PENELITIAN

### A. Tahap Telaah

Langkah awal dalam penelitian ini menyiapkan bahan-bahan dasar mengikuti perbandingan massa dan molar masing-masing ( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ) sesuai dengan stokiometri. Semua bahan dasar yang digunakan memiliki kemurnian di atas 99%. Pada penelitian ini terdiri dari dua tahap sintesis yaitu sintesis prekursor  $\text{FePO}_4$  dan prekursor LFP. Dalam proses sintesis prekursor  $\text{FePO}_4$  dilakukan pelarutan serbuk  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  dalam air destilasi (aquades) secara terpisah sehingga menghasilkan masing – masing larutan 0,1M. Selanjutnya, larutan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (0,1M) dan larutan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  (0,1M) dicampurkan secara bersamaan dengan dilakukan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada temperatur  $60^\circ\text{C}$ . Dalam proses pencampuran kedua larutan tersebut akan dihasilkan endapan berwarna kuning pucat. Kemudian dititrasi dengan penambahan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sedikit demi sedikit sampai tercapai pH larutan prekursor yang diinginkan yaitu pH 2-5. Kemudian larutan prekursor diaduk menggunakan *magnetic bar* selama 30 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan endapan yang terbentuk. Setelah disaring endapan yang terbentuk dicuci dengan menggunakan air destilasi (aquades) sampai pH netral atau sama dengan 7 dan dilakukan proses pengeringan dalam oven dengan suhu sebesar  $110^\circ\text{C}$  selama 24 jam.

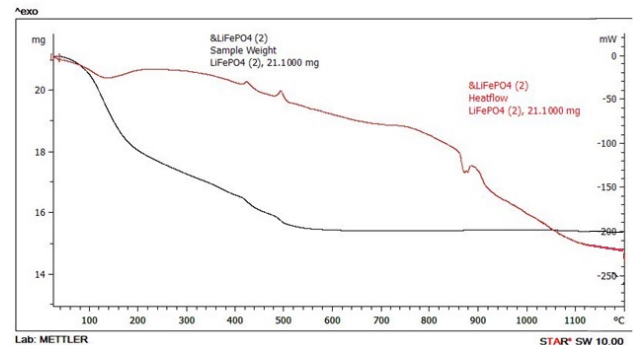
Selanjutnya sintesis prekursor *lithium iron phosphate* (LFP) dilakukan dengan pencampuran antara serbuk prekursor  $\text{FePO}_4$  dengan serbuk  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  menggunakan *ball milling*. Berdasarkan stokiometri, perbandingan mol antara  $\text{FePO}_4$  dengan  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  yang digunakan yaitu 2:1. Selanjutnya dilakukan proses *milling* dengan menggunakan zirkonia *ball milling*. Perbandingan massa serbuk dengan bola zirkonia adalah 1 : 5. *Milling* dilakukan secara *wet milling* dengan alkohol sebagai media pencampurnya dengan kecepatan 300 rpm selama 3 jam dan dikeringkan pada temperatur  $110^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Dari proses *ball milling* didapatkan prekursor *lithium iron phosphate* (LFP) yang kemudian diuji DSC/TGA untuk menentukan temperatur kalsinasi yang digunakan.

Selanjutnya dilakukan proses kalsinasi berdasarkan temperatur yang ditentukan dari hasil analisis termal dengan menggunakan pengujian DSC/TGA. Prekursor *lithium iron phosphate* (LFP) dipanaskan dengan menggunakan tube

furnace selama 10 jam dalam lingkungan atmosfer nitrogen ( $\text{N}_2$ ) pada variasi temperatur  $500^\circ\text{C}$ ,  $550^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  dan  $700^\circ\text{C}$ . Selanjutnya serbuk prekursor *lithium iron phosphate* (LFP) dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Particle Size Analyzer* (PSA), dan *LCR two probe*.

## III. HASIL DAN DISKUSI

### A. Analisis Termal pada Lithium Iron Phosphate (LFP)

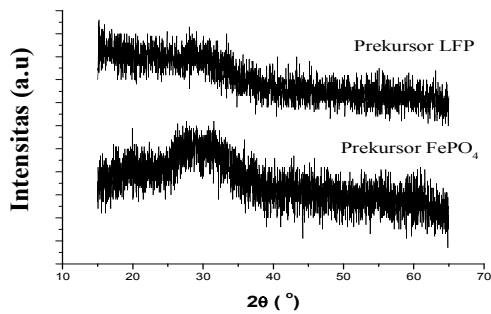


Gambar 2. Grafik DSC-TGA prekursor *lithium iron phosphate* (LFP).

Gambar 2 menunjukkan grafik DSC-TGA prekursor LFP. Dimana pada grafik DSC (berwarna merah) memberikan informasi mengenai peristiwa atau reaksi kimia yang terjadi pada sampel ketika temperatur meningkat. Pada grafik DSC nampak perubahan bentuk puncak yang mengindikasikan terjadinya reaksi endotermik atau reaksi eksotermik. Reaksi endotermik merupakan reaksi yang membutuhkan energi dari luar yang ditunjukkan dengan adanya puncak yang mengarah ke bawah sedangkan reaksi eksotermik merupakan reaksi yang melepaskan energi oleh sistem yang ditunjukkan dengan adanya puncak yang mengarah ke atas. Pada prekursor LFP terjadi reaksi eksotermik saat temperatur sekitar  $400^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$ , sedangkan pada temperatur  $890^\circ\text{C}$  terjadi reaksi endotermik.

Grafik TGA (berwarna hitam) memberikan informasi mengenai pengurangan massa yang terjadi pada sampel terhadap perubahan temperatur yang diberikan. Terlihat bahwa saat temperatur di atas  $500^\circ\text{C}$  yaitu sekitar rentang  $500^\circ\text{C}$  –  $1200^\circ\text{C}$  grafik TGA mengalami keadaan yang relatif rata atau stabil dimana tidak terjadi pengurangan massa terhadap variabel temperatur. Hal ini menunjukkan tidak adanya lagi transformasi fasa atau perubahan fasa. Berdasarkan analisis tersebut digunakan temperatur kalsinasi pada rentang  $500^\circ\text{C}$  -  $700^\circ\text{C}$ , karena pada rentang tersebut merupakan daerah dibawah titik leleh dari  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  sebesar  $720^\circ\text{C}$ . Dimana  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  merupakan salah satu bahan pembentuk prekursor LFP yang digunakan sebagai sumber ion litium. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan variasi temperatur kalsinasi yaitu  $500^\circ\text{C}$ ,  $550^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  dan  $700^\circ\text{C}$ .

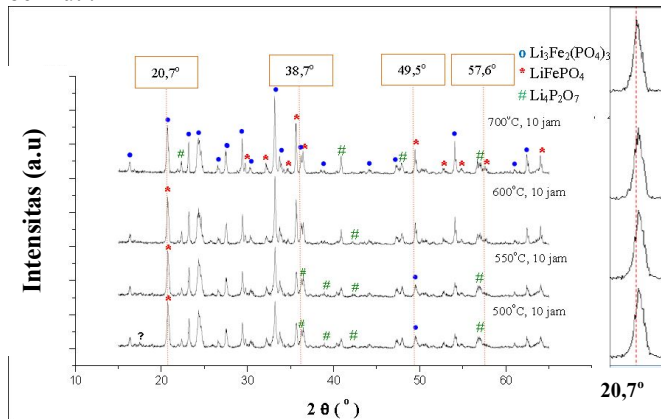
B. Analisis Pola Difraksi Lithium Iron Phosphate (LFP)



Gambar 3. Pola difraksi sinar-X pada prekursor.

Berdasarkan gambar 3. menunjukkan bahwa pada prekursor  $FePO_4$  yang diperoleh melalui proses kopresipitasi memiliki fasa amorf. Hal ini ditunjukkan melalui pola difraksi yang tidak memiliki puncak – puncak kristalinitas yang tajam dan tinggi. Fasa amorf prekursor  $FePO_4$  akan mempermudah untuk beraksi dengan sumber ion litium dalam pembentukan prekursor *lithium iron phosphate* (LFP) pada saat proses *milling*. Pada prekursor LFP memiliki pola yang sama dengan  $FePO_4$ , yaitu kristalinitas rendah atau bersifat amorf.

Berdasarkan analisis data difraksi diatas, proses perlakuan temperatur kalsinasi diperlukan agar diperoleh fasa kristalin olivine seperti yang diharapkan. Setelah dilakukan proses kalsinasi dengan menggunakan variasi temperatur  $500^\circ C$ ,  $550^\circ C$ ,  $600^\circ C$  dan  $700^\circ C$  didapatkan pola difraksi sebagai berikut :



Gambar 4. Pola difraksi sinar-X pada berbagai temperatur kalsinasi.

Secara kualitatif, pola difraksi yang tertera pada gambar 4. terlihat bahwa posisi puncak – puncak dari serbuk yang dikalsinasi selama 10 jam pada temperatur  $500^\circ C$ ,  $550^\circ C$ ,  $600^\circ C$  dan  $700^\circ C$  berada pada posisi yang sama dengan puncak – puncak dari  $LiFePO_4$ ,  $Li_3Fe_2(PO_4)_3$  dan  $Li_4P_2O_7$ . Puncak – puncak ini mengacu pada pola difraksi nomor PDF : 81-1173 untuk  $LiFePO_4$  atau fasa olivine. Nomor PDF : 80-1517 untuk  $Li_3Fe_2(PO_4)_3$  atau fasa NASICON dan impuritas berupa  $Li_4P_2O_7$  dengan nomor PDF : 87-0409. Berdasarkan identifikasi fasa menggunakan hasil pola difraksi sinar-X terlihat bahwa dengan kenaikan temperatur kalsinasi terjadi pergeseran puncak sehingga menyebabkan terjadinya

perubahan fasa. Seperti pada puncak sekitar  $20,7^\circ$  terjadi perubahan dari fasa olivine menjadi fasa NASICON pada temperatur kalsinasi  $700^\circ$ , pada  $2\theta$  sekitar  $38,7^\circ$  terjadi perubahan dari fasa NASICON menjadi fasa anortic pada temperatur kalsinasi  $600^\circ C$ , sedangkan pada  $2\theta$  sekitar  $49,5^\circ$  terjadi perubahan dari fasa NASICON menjadi fasa olivine pada temperatur kalsinasi  $600^\circ$ . Beberapa puncak tampak menghilang dengan kenaikan suhu, namun pada suhu tinggi muncul puncak baru yang menunjukkan adanya fasa lain. Seperti pada puncak di  $2\theta$  sekitar  $57,6^\circ$  muncul puncak baru pada temperatur kalsinasi  $700^\circ C$  yaitu puncak olivine pada temperatur kalsinasi  $700^\circ C$ . Terjadinya transformasi fasa ini dikarenakan adanya perlakuan heat treatment yaitu proses kalsinasi. Dimana pemberian variasi temperatur kalsinasi ini sama artinya dengan memberi energi aktivasi pada atom penyusun bahan tersebut, sehingga dengan adanya energi aktivasi menyebabkan atom penyusun bahan akan bervibrasi kemudian melepaskan ikatannya dan bergerak ke posisi baru atau berpindah ke kisi lainnya, proses tersebut sering disebut proses difusi. Sehingga semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin banyak atom-atom yang mempunyai energi yang sama atau melebihi energi aktivasi untuk dapat tersebar dari posisinya dan bergerak menuju ke tempat-tempat kekosongan (*vacancy*) atau disebut proses substitusi. Selain melalui cara substitusi, transformasi fasa dapat disebabkan oleh perpindahan atom secara intertisi akibat pemberian temperatur kalsinasi [5].

Dengan bertambahnya temperatur kalsinasi akan menyebabkan kristalinitas fasa meningkat. Dalam pola difraksi, fenomena ini dapat dilihat pada intensitas yang meningkat dan puncak – puncaknya menyempit. Seperti pada puncak sekitar  $20,8^\circ$ ,  $29,8^\circ$ ,  $33,2^\circ$ ,  $35,7^\circ$ ,  $40,9^\circ$ ,  $49,5^\circ$ ,  $54,1^\circ$ ,  $62,5^\circ$ , dan  $64,1^\circ$ . Hal ini dikarenakan keteraturan bidang kristal meningkat sehingga bidang – bidang kristal yang terdeteksi oleh peralatan XRD semakin bertambah dan menyebabkan intensitas yang dihasilkan semakin tinggi.

Secara kuantitatif, pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi terukur dengan *database* fasa-fasa dalam bentuk PDF (*Powder Diffraction File*) dilakukan dengan menggunakan software HSP (*High Score Plus*).

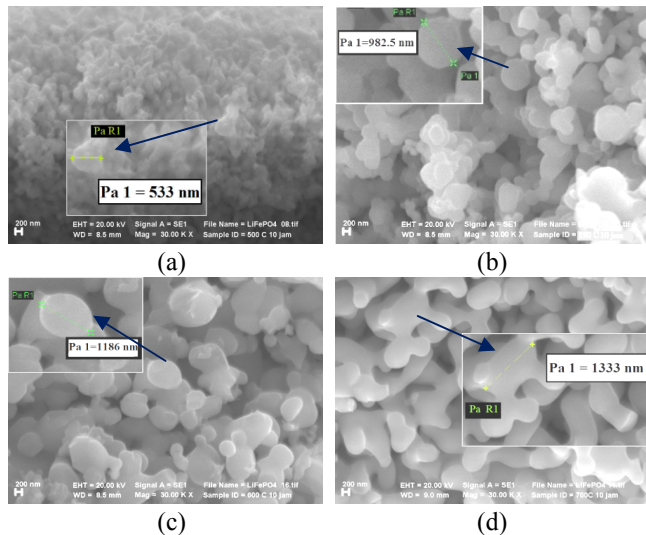
Tabel 1. Prosentase fasa dengan menggunakan software *High Score Plus* (HSP).

T ( $^\circ C$ )	Komposisi Fasa (%)			
	$LiFePO_4$	$Li_3Fe_2(PO_4)_3$	$Li_4P_2O_7$	Unknown
500	33	57	9	1
550	29	58	14	-
600	35	51	14	-
700	35	56	9	-

Berdasarkan pengamatan secara kuantitatif pada temperatur  $500^\circ C$  memiliki prosentase fasa  $Li_3Fe_2(PO_4)_3$  atau disebut NASICON sebesar 57%, fasa  $LiFePO_4$  atau disebut fasa olivine sebesar 33%, fasa impuritas berupa fasa  $Li_4P_2O_7$  sebesar 9% dan 1% unknown. Pada temperatur  $500^\circ C$  ke  $550^\circ C$  terjadi transformasi fasa dari fasa olivine dan sebagian dari fasa NASICON yang berubah menjadi fasa  $Li_4P_2O_7$ . Pada

saat temperatur 550 °C ke 600°C terjadi transformasi fasa dari fasa NASICON menjadi fasa olivine. Sedangkan pada temperatur 600°C ke 700°C terjadi transformasi fasa dari fasa  $\text{Li}_4\text{P}_2\text{O}_7$  menjadi fasa NASICON. Berdasarkan penjelasan diatas, dapat diketahui bahwa fasa  $\text{Li}_4\text{P}_2\text{O}_7$  merupakan fasa metastabil dimana memiliki kecenderungan bertransformasi fasa sedangkan secara umum fasa NASICON memiliki kestabilan yang lebih tinggi dan fasa olivine mengalami kestabilan pada temperatur di atas 600°C.

C. Analisis Morfologi dan Ukuran Partikel

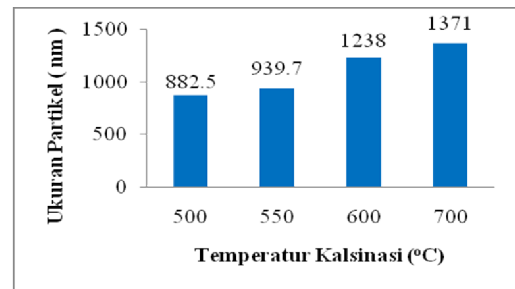


Gambar 5. Pengamatan morfologi serbuk yang telah dikalsinasi pada temperatur (a) 500°C (b) 550°C (c) 600°C (d) 700°C dengan SEM.

Berdasarkan gambar 5. terlihat bahwa partikel cenderung berbentuk memanjang karena pada serbuk LFP yang diuji dominan memiliki fasa NASICON dan olivine yang tinggi dimana pada fasa tersebut memiliki sistem kristal *orthorhombic*. Sistem kristal *orthorhombic* ini berbentuk seperti balok yang memiliki parameter kisi  $a \neq b \neq c$  dan  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ . Oleh karena itu, partikel yang terbentuk pada pengamatan SEM cenderung memanjang seperti oval. Pada temperatur 700°C kehomogenan dimensi ukuran partikel lebih merata dan didukung dengan analisis fasa berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan terdapat 35% untuk fasa olivine dan 56% untuk fasa NASICON, dimana keduanya memiliki sistem kristal berbentuk *orthorhombic* yang berbentuk memanjang.

Berdasarkan pengamatan mikrostruktur secara kualitatif dengan menggunakan SEM bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi yang diberikan menyebabkan peningkatan ukuran butir atau disebut dengan fenomena *grain growth*. Terjadinya peningkatan ukuran butir akibat perlakuan termal yang diberikan sehingga menyebabkan butir – butir yang berukuran kecil cenderung bersatu dengan butir yang memiliki ukuran yang lebih besar karena butir yang memiliki ukuran yang lebih besar lebih stabil. Hal ini didukung pula berdasarkan pengujian *Particle Size Analyzer* (PSA). Dimana pengujian PSA merupakan salah satu pengujian secara kuantitatif untuk mengidentifikasi ukuran rata – rata partikel, yang memiliki kemampuan pengukuran sampai orde nanometer. Berikut hasil pengujian dengan menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA)

yang ditampilkan pada gambar 6.

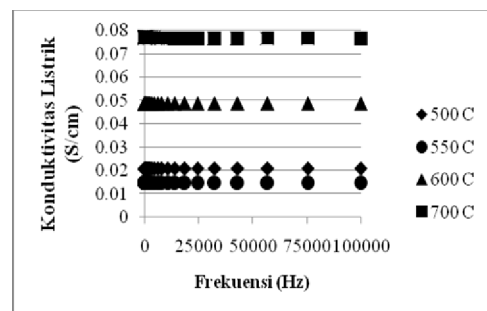


Gambar 6. Grafik hubungan ukuran partikel terhadap variasi temperatur kalsinasi.

Berdasarkan gambar 6. pada temperatur 500°C memiliki ukuran partikel rata – rata sebesar 882,5 nm. Pada temperatur 500 °C ke 550°C terjadi peningkatan ukuran partikel rata - rata sebesar 6,48%. Pada saat temperatur 550 °C ke 600°C terjadi peningkatan sebesar 31,74%. Sedangkan pada temperatur 600°C ke 700°C terjadi peningkatan ukuran partikel rata - rata sebesar 10,74 %. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin tinggi temperatur yang diberikan maka semakin besar ukuran partikel. Dimana ukuran partikel ini masih dalam rentang ukuran partikel untuk material katoda pada baterai ion litium.

D. Analisis Konduktivitas Listrik komposit LFP/C/PVDF

Pengujian konduktivitas listrik dilakukan dengan menggunakan metode *LCR two probe*. Sebelum dilakukan pengujian konduktivitas, sampel LFP yang telah melalui proses kalsinasi dibuat dalam bentuk *pellet* dengan pencampuran antara 70% serbuk LFP, bahan polimer yaitu 10% PVDF sebagai binder antar partikel dan 20% grafit sebagai sumber karbon aktif. Hal tersebut bertujuan untuk memampatkan interaksi antar partikel satu dengan yang lainnya sehingga memudahkan pengamatan identifikasi sifat konduktivitasnya. Berikut hasil pengukuran konduktivitas listrik yang dilakukan pada frekuensi 0,1 sampai 100.000 Hz dengan tegangan 1V.



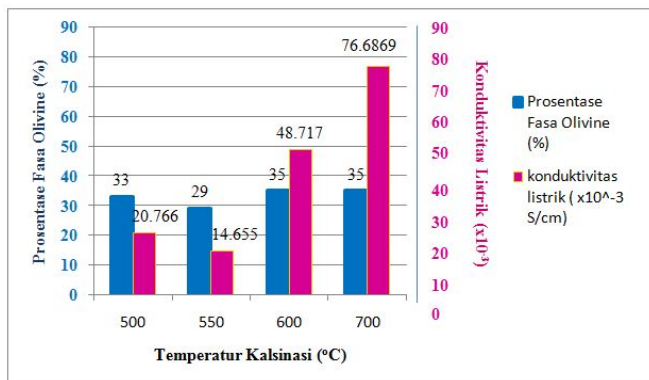
Gambar 7. Grafik konduktivitas listrik pada variasi temperatur kalsinasi.

Berdasarkan gambar 7. diketahui bahwa pada temperatur 700°C memiliki konduktivitas listrik tertinggi sehingga kemampuan dalam mengalirkan muatan semakin baik. Dengan menggunakan pengujian *LCR two probe*, selain dapat mengetahui nilai konduktivitas listrik juga dapat mengetahui nilai impedensi bahan komposit LFP/C/PVDF yang ditunjukkan pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengujian sifat konduktivitas listrik.

LFP	Konduktivitas Listrik (S/cm)	Impedansi ( $\Omega$ )
500°C	0,0208	7,0181
550°C	0,0147	10,125
600°C	0,0487	3,1003
700°C	0,0769	1,8269

Berdasarkan tabel 2. dapat diketahui bahwa material katoda LFP merupakan material konduktif dengan nilai konduktivitas listrik yang tinggi. Dari hasil yang didapat untuk material katoda LFP pada variasi temperatur 700°C memiliki nilai konduktivitas listrik yang paling tinggi. Semakin besar nilai konduktivitas listrik pada material katoda LFP maka semakin kecil pula nilai impedansinya, dimana nilai konduktivitas listrik berbanding terbalik dengan nilai impedansi. Hal ini disebabkan karena adanya hambatan yang diberikan pada setiap sampel, semakin besar hambatan yang diberikan maka nilai konduktivitas listriknya juga akan semakin kecil begitu pula sebaliknya.



Gambar 8. Grafik hubungan prosentase fasa olivine terhadap konduktivitas listrik.

Berdasarkan gambar 8. diketahui hubungan antara prosentase fasa olivine terhadap konduktivitas listrik. Semakin besar prosentase fasa olivine maka semakin besar nilai konduktivitas listrik. Sedangkan pada hasil analisis dengan menggunakan software *High Score Plus* (HSP) diketahui bahwa fasa NASICON memiliki prosentase yang lebih tinggi dibandingkan fasa olivine. Namun fasa olivine lebih berpengaruh terhadap nilai konduktivitas listrik yang dihasilkan daripada fasa NASICON. Hal ini dikarenakan pada fasa NASICON memiliki kestabilan yang lebih tinggi dibandingkan fasa olivine [12], sehingga muatan - muatan yang terdapat pada fasa NASICON sulit untuk lepas dari ikatan utamanya dan yang berperan untuk menghantarkan muatan pada saat pengukuran konduktivitas listrik adalah muatan pada fasa olivine karena muatan yang terdapat pada fasa olivine mudah lepas.

#### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan :

1. Pada proses pembentukan LFP dengan metode solid state, saat temperatur kalsinasi 600°C dan 700°C memiliki struktur olivine 35%, sedangkan saat temperatur kalsinasi 550°C dan 500°C memiliki struktur olivine 28% dan 33%.
2. Pada semua temperatur kalsinasi bentuk partikel cenderung berbentuk silinder memanjang dengan dimensi rata – rata berkisar 0,8 – 1,3  $\mu\text{m}$ .
3. Pada temperatur kalsinasi 700°C memiliki konduktivitas listrik tertinggi sebesar 0,0769 S/cm dibandingkan dengan temperatur kalsinasi yang lain.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Chew, S.Y., Patey, T.J., Waser, O., Ng, S.H., Buchel, R., Tricoli, A., Krumeich, F., Wang, J., “Thin Nanostructured  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  Film by Flame Spray Deposition an In Situ Annealing Method”, *Journal of Power Sources*, Vol. 189 (2008) 449 – 453.
- [2] Ritchie, A.G., “Recent Development And Future Prospects For Lithium Rechargeable Batteries”. *Journal of power Sources*, Vol 96 (2001) 1 - 4.
- [3] Hamid, N.A., Wennig, S., Hardt, S., Heinzel, A., Schulz, C., Wiggers, H., “High-capacity Cathodes for Lithium-ion Batteries from Nanostructured  $\text{LiFePO}_4$  Synthesized by Highly-flexible and Scalable Flame Spray Pyrolysis”, *Journal of Power Sources*, Vol. 216 (2012) 76 – 83.
- [4] Padhi, A.K., Nanjundaswamy, S., Goodenough, J.B., “Phospo Olivine as Positive-electrode Materials for Rechargeable Lithium Batteries”, *Journal electrochemical*, Vol 144 (2002) 1188 - 1194.
- [5] Jugovi, D., Uskokovi, J., “A Review Of Recent Development In The Synthesis Procedure Of Iron Phosphate Powders”, *Journal Of Power Sources*, Vol 190 (2009) 538–544.
- [6] Zhang, Y., Huo, Q., Du, P., Wang, L., Zhang, A., Song, Y., Lv, Y., Li, G., “Advances in New Cathode Material  $\text{LiFePO}_4$  for Lithium Ion Batteries”. *Synthetic Metals*. Vol. 162 (2012) 1315 – 1326
- [7] Zhu, M.Y., Tang, S., Shi, H., Hub, H., “Synthesis of  $\text{FePO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  for fabricating submicrometer structured  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  by a co-precipitation method”. *Ceramics International*, Vol 40 (2013) 2685 – 2690.
- [8] Liu, H.X., Zhao, W.Z., “ Synthesis of  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  by solid-liquid reaction milling method”, *Journal Powder Technology*, Vol 197 (2010) 309-313.
- [9] Choi, D. and Kumta, P. N., “Surfactant based sol gel approach to nanostructured  $\text{LiFePO}_4$  for high rate Li ion batteries”, *Journal of Power Sources*, Vol 163 (2007) 1064-1069.
- [10] Zhou, W., He, W., Li, Z., Zhao, H., Yan, S., “Biosynthesis and electrochemical characteristics of  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  by microwave processing”. *Journal of Solid State Electrochemistry*, Vol 13 (2009) 1819-1823.
- [11] Kong, B. L, Zhang P, Liu, C. M, Liu, H, Luo, C. H, Kang, L. “Fabrication of promising  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  composite with a core-shell structure by a moderate in situ carbothermal reduction method”, *Journal Electrochimica Acta*, Vol 70 (2012) 19–24.
- [12] Karami, H., Taala, F., “Synthesis, characterization and application of  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  nanoparticles as cathode of lithium-ion rechargeable batteries”, *Journal of Power Sources*, Vol 196 (2011) 6400–6411.