

Pengaruh Variasi Waktu Penahanan Proses Kalsinasi Terhadap Prekursor Bahan Katoda *Lithium Ferrophosphate* (LFP)

Dessy Putri Efhana, Mochamad Zainuri
Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111
E-mail: zainuri@physics.its.ac.id

Abstrak— Pada penelitian ini dilakukan sintesis partikel bahan katoda *lithium ferrophosphate* (LFP), dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasi 700°C yaitu 8,10,12, dan 15 jam. Bahan dasar prekursor ion-ion mineral material katoda LFP adalah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, dan Li_2CO_3 . Pembuatan bahan LFP ini dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi dan *solid state reaction*. Berdasarkan analisa karakterisasi fasa dengan instrumen *X-Ray Diffractometer* (XRD), ukuran partikel dengan *Particle Size Analyzer* (PSA), mikrostruktur menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan pengujian konduktivitas listrik dengan *two probe* menunjukkan hasil, pada waktu penahanan kalsinasi 10 jam terbentuk 2 fasa utama yaitu *olivine* (LiFePO_4) dan *Nasicon* ($\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$) dengan masing-masing prosentase fasa sebesar 35% dan 56%. Hasil analisa menunjukkan bahwa semakin lama waktu penahanan kalsinasi terjadi peningkatan fasa konduktif (*olivine+Nasicon*), dimana fasa konduktif tertinggi terjadi pada waktu penahanan selama 12 jam dengan terbentuknya fasa konduktif sebesar 90% dan nilai konduktivitas listrik tertinggi yaitu sebesar 0,087 S/cm. Sedangkan pengaruh lamanya waktu penahanan terhadap dimensi partikel menunjukkan adanya peningkatan dimensi partikel dengan ukuran terkecil 0,8 μm pada waktu penahanan 8 jam dan meningkat menjadi 1,4 μm pada waktu penahanan 12 jam. Rentang dimensi partikel tersebut dalam orde mikro dan nilai konduktivitas listrik dari material katoda LFP sudah dapat dikategorikan sebagai material katoda baterai ion lithium.

Kata Kunci— Katoda, LFP, *olivine*, *Nasicon*, XRD, konduktivitas

I. PENDAHULUAN

SEJUMLAH besar bahan bakar fosil yang dikonsumsi setiap hari untuk menghasilkan listrik dan kekuatan pembakaran mesin menyebabkan keprihatinan global mengenai efisiensi energi, emisi gas rumah kaca, dan penipisan sumber daya alam. Akibatnya, upaya substansial telah dilakukan untuk mengembangkan teknologi energi terbarukan seperti panel surya, sel bahan bakar, dan kendaraan bertenaga listrik. Ini semua membutuhkan metode untuk penyimpanan energi listrik.

Baterai, sebagai perangkat untuk menyimpan energi kimia, memiliki keuntungan yaitu mobilitas yang tinggi, efisiensi konversi yang tinggi, berumur panjang, dan tidak menghasilkan polutan. Baterai merupakan sumber daya yang ideal untuk perangkat portabel, mobil, dan pasokan cadangan listrik. Di antara banyak jenis baterai isi ulang, baterai Li-ion memiliki volumetrik yang tinggi dan kerapatan energi galvometrik yang tinggi pula, karena berat atomnya kecil

sekitar 6,94 g/mol. Baterai Li-ion biasa digunakan sebagai sumber energi pada kendaraan listrik ataupun perangkat elektronik portabel. Baterai Li-ion juga memiliki beda potensial tinggi, densitas energi tinggi dan stabilitas cycling yang baik [1].

Baterai Li - ion terdiri dari beberapa sel elektrokimia yang terhubung secara paralel atau seri sesuai dengan kapasitas atau tegangan yang direncanakan. Setiap sel elektrokimia memiliki dua elektroda, yaitu katoda dan anoda yang dipisahkan oleh elektrolit yang berifat mengisolasi sifat listrik tetapi konduktif terhadap ion Li^+ . Selama pemakaian, ketika baterai Li-ion bekerja sebagai sel galvanik dimana ion Li^+ mengalir dari internal elektroda negatif (anoda) ke elektroda positif (katoda), sedangkan elektron bergerak eksternal dari elektroda negatif ke elektroda positif. Selama pengisian atau ketika bekerja sebagai sel elektrolit, ion Li^+ mengalir internal dari elektroda positif ke elektroda negatif, sedangkan elektron bergerak eksternal dari elektroda positif ke elektroda negatif untuk menjaga kesetimbangan muatan [2,3].

Beberapa bahan lithium yang digunakan sebagai katoda baterai antara lain LiMn_2O_4 [1], LiMnPO_4 , LiMnCoO_4 [4] dan LiFePO_4 [5]. *Lithium ferrophosphate* (LFP) telah dianggap sebagai bahan katoda yang paling menjanjikan, terutama berpotensi besar untuk baterai lithium ion yaitu memiliki keuntungan biaya rendah, stabilitas termal yang sangat baik, keamanan yang memuaskan, toksisitas rendah dan berlimpah di alam. LFP adalah bahan katoda baru Li-ion baterai. Di antara senyawa besi, $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ (2.8V vs Li^+/Li), LiFePO_4 (3.45V vs Li^+/Li) dan $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ (3.6V vs Li^+/Li) dapat digunakan sebagai kutub positif (katoda) pada baterai ion lithium. Perbandingan LiFePO_4 dan $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ sebagai bahan positif menunjukkan bahwa keduanya telah berhasil digunakan sebagai katoda baterai Li-ion secara komersial. Bahan-bahan ini menunjukkan reversibilitas yang baik untuk pasangan $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ redoks. Sementara itu LFP mendapatkan banyak perhatian sebagai bahan katoda yang menarik untuk Baterai Li-ion. LFP memiliki dua bentuk yang berlimpah LiFePO_4 dan $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$. Dalam LiFePO_4 , ion besi dalam keadaan oksidasi dari $^{2+}$ dan di $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$, memiliki keadaan oksidasi $^{3+}$. Tipe *olivine* LiFePO_4 dan tipe *Nasicon* $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ merupakan fasa baru untuk bahan elektroda positif. Tipe *Nasicon* $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ memiliki kapasitas teoritis (128.2 mAhg⁻¹) lebih rendah dari tipe *olivine* LiFePO_4 (kapasitas teoritis 170 mAhg⁻¹), tetapi tipe *Nasicon* memiliki

beberapa keuntungan sebagai berikut:

1. Tipe *Nasicon* memiliki konduktivitas ionik yang relatif baik dari gangguan ion lithium di dalam strukturnya daripada tipe LiFePO_4
2. Tipe *Nasicon* lebih stabil daripada tipe *olivine*
3. Sintesis $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ lebih mudah daripada LiFePO_4
4. Sebagai hasil dari pasangan redoks $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$, 2 mol Li^+ dapat diselingi ke dalam 1 mol $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ reversibel

Di sisi lain, meski banyak penelitian dalam fabrikasi dan karakterisasi pada LiFePO_4 , bahan ini memiliki kelemahan sebagai bahan katoda komersial dalam baterai Li-ion karena:

1. Sintesis LiFePO_4 tidak mudah karena pada oksidasi besi masih banyak fase pengotor yang tidak diinginkan, seperti Fe_2O_3 dan $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$, terdapat pada hasil LiFePO_4 akhir yang tidak terelakkan
2. Tingkat kemampuan yang rendah, yang dikaitkan dengan konduktivitas elektronik yang rendah dan gerakan difusi antar muka yang lambat pada ion litium $\text{LiFePO}_4\text{-FePO}_4$

Oleh karena itu, banyak penelitian telah dilakukan untuk meningkatkan konduktivitas listrik dan konsentrasi fase konduktif pada stuktur katoda olivine LiFePO_4 sebagai bahan katoda baterai ion litium dan mereduksi ukuran partikel sampai pada orde nano. Pada penelitian ini bertujuan merekayasa struktur LFP melalui mekanisme waktu penahanan pada proses kalsinasi untuk mencapai konsentrasi fasa konduktif yang optimum.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Pada pembuatan bahan LFP, bahan dasar yang digunakan adalah bahan-bahan proanalisis, antara lain Li_2CO_3 , $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Pembuatan bahan LFP ini dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi^[8] dan *solid state reaction*. Dalam metode kopresipitasi menggunakan pelarut NH_4OH , hal tersebut dikarenakan bahan sisa NH_4OH yang tidak terlibat dalam proses pelarutan dapat dengan mudah dihilangkan pada saat proses pengeringan endapan hasil kopresipitasi. Eksperimen ini diawali dari proses preparasi material serbuk $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Selanjutnya dilakukan pencampuran dengan ditetesi NH_4OH sampai pH= 2-5. Kemudian sampel dibiarkan mengendap, setelah itu dicuci dengan aquades sampai pH=7 (netral) dan disaring dengan kertas saring sehingga bersih dari pengotornya. Proses ini merupakan proses hidrolisis untuk menghilangkan Cl. Material yang diperoleh dikeringkan pada temperatur 110°C selama 24 jam. Metode kopresipitasi ini dilakukan untuk memperoleh prekursor FePO_4 .

Pada sintesis pembuatan bahan LFP itu sendiri adalah dengan mencampurkan prekursor FePO_4 dan prekursor ion lithium dari bahan Li_2CO_3 yang proses sintesisnya dilakukan dengan menggunakan metode *solid state reaction* yaitu *wet ball milling* (penggilingan basah). Proses *milling* ini dilakukan dengan *planetary ball milling* berkecepatan konstan 300 rpm selama 3 jam dengan perbandingan bola *milling* dan serbuk 10:1. Pada penggilingan basah material selalu dalam media cair dan peluang terkontaminasi selama pemrosesan sangat rendah. Media cair yang digunakan dalam penelitian ini berupa alkohol. Prekursor hasil proses *milling* ini kemudian dikalsinasi pada suhu 700°C dengan variasi waktu penahanan

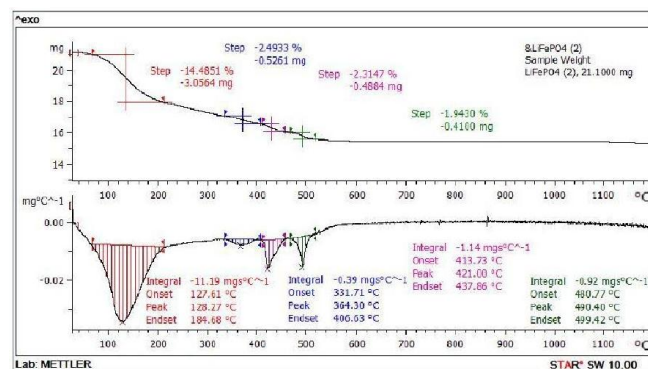
kalsinasi yaitu 8, 10, 12 dan 15 jam di dalam lingkungan aliran nitrogen. Kemudian dilakukan karakterisasi dengan *Differential Analysis-Thermogravimetric Analysis* (DSC-TGA), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Particle Size Analyzer* (PSA), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan uji konduktivitas (*two probe*).

Serbuk hasil kalsinasi kemudian dicampur dengan bahan polimer PVDF (*polyvinylidene difluoride*) sebagai binder antar partikel dan grafit sebagai sumber karbon aktif. Pencampuran dilakukan secara manual dengan menggunakan mortar kemudian serbuk hasil pencampuran dibuat pellet. Kemudian dilakukan uji konduktivitas *two probe*.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Hasil Pengujian DSC-TGA

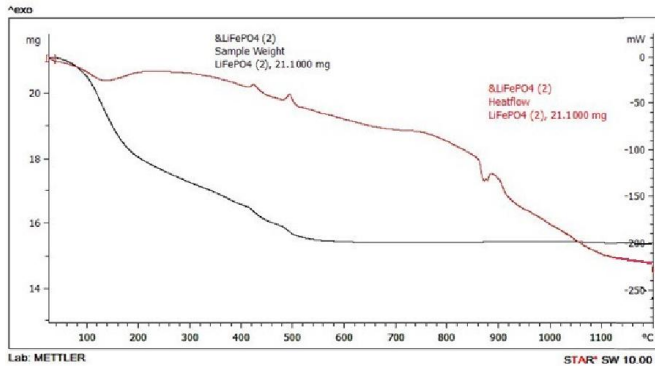
Pembentukan partikel LFP dari bahan prekursor FePO_4 melalui proses kalsinasi sangat ditentukan oleh temperatur yang dikenakan pada bahan tersebut. Untuk mengetahui ketepatan perlakuan pemanasan agar membentuk fasa yang diinginkan diperlukan identifikasi perilaku fasa yang terbentuk akibat perlakuan panas dengan menggunakan *Differential Scanning Calorimetry/Thermo-Gravimetric Analysis* (DSC/TGA). Berdasarkan pengamatan hasil perilaku panas pada prekursor LFP dengan menggunakan DSC-TGA dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva TGA Prekursor LFP

Dari gambar dapat kita lihat terjadinya pengurangan massa yaitu pada suhu $52^\circ\text{-}205^\circ\text{C}$ sebesar 14 % dengan kecepatan pengurangan massa berdasarkan temperaturnya sebesar $11,19 \text{ mgs}^\circ\text{C}^{-1}$. Pengurangan massa ini disebabkan karena menguapnya molekul air yang secara alami terserap oleh serbuk prekursor LFP. Pada suhu $320^\circ\text{-}400^\circ\text{C}$ terjadi pengurangan massa sebesar 2,5% dengan kecepatan pengurangan massa $0,39 \text{ mgs}^\circ\text{C}^{-1}$. Pada suhu $400^\circ\text{-}460^\circ\text{C}$ terjadi pengurangan massa sebesar 2,3% dengan kecepatan pengurangan massa $1,14 \text{ mgs}^\circ\text{C}^{-1}$. Pada suhu $460^\circ\text{-}520^\circ\text{C}$ terjadi pengurangan massa sebesar 1,94% dengan kecepatan pengurangan massa $0,92 \text{ mgs}^\circ\text{C}^{-1}$. Tiga puncak tersebut didominasi karena hilangnya Cl dari proses reaksi reduksi oksidasi proses kopresipitasi seperti bahan metal klorida. Pada suhu di atas 500°C terlihat fasa mulai stabil karena tidak ada degradasi pengurangan massa dan terjadi penambahan peningkatan kecepatan perubahan massa. Hal ini dapat diidentifikasi timbulnya fasa oksida-oksida yang stabil seperti *olivine* atau *Nasicon*. Hal tersebut didukung pula

dengan Gambar 2. yang menunjukkan dimana pada temperatur di atas 500°C terlihat grafik TG relatif datar dan grafik DTA juga tidak menunjukkan adanya puncak yang tajam lagi. Hal ini menunjukkan tidak adanya lagi transformasi/perubahan fasa.

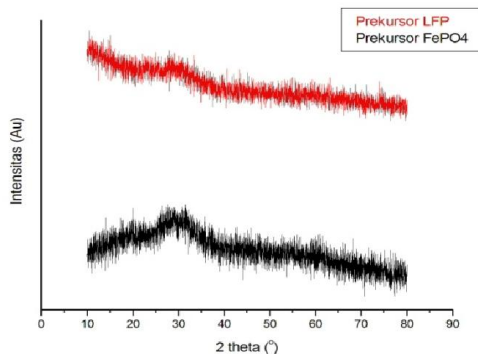


Gambar 2. Kurva DSC-TGA Prekursor LFP

Dari Gambar 2 diperkirakan suhu kalsinasi untuk mendapatkan fasa LFP pada daerah temperatur 500°C dan tidak lebih dari 720°C karena titik leleh dari Li_2CO_3 yang merupakan bahan pembentuk prekursor LFP sebagai sumber ion litium adalah sebesar 720°C. Pada penelitian ini digunakan suhu kalsinasi 700°C.

3.3 Hasil Pola Difraksi Sinar-X

Berdasarkan analisa temperatur terhadap fenomena pengurangan massa pada bahan prekursor LFP, banyak aspek yang dapat dianalisa. Salah satunya adalah pembentukan fasa-fasa metal oksida yang sesuai dengan yang diinginkan. Untuk mengidentifikasi fasa apa saja yang terbentuk setelah proses kalsinasi, dilakukan terlebih dahulu identifikasi fasa-fasa pada saat pembentukan prekursor bahan LFP.

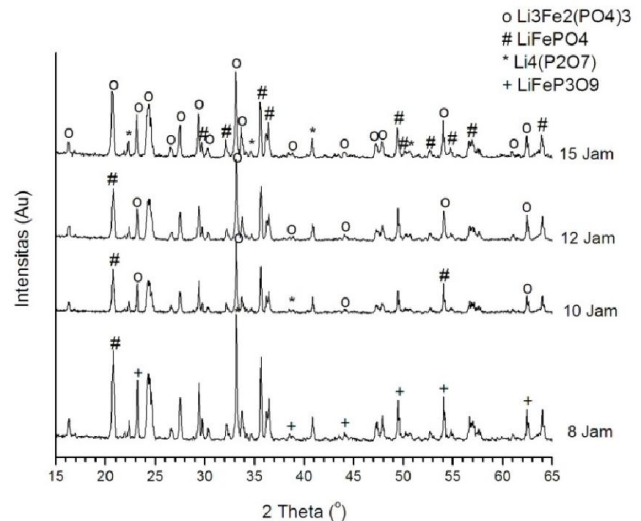


Gambar 3. Pola difraksi prekursor FePO4 dan LFP

Pada gambar tersebut menunjukkan bentuk yang melebar dan tidak mempunyai puncak kristal sehingga dapat dikatakan kedua prekursor tersebut masih bersifat amorf. Prekursor FePO_4 masih amorf untuk memudahkan bereaksi dengan prekursor ion lithium dalam pembentukan prekursor LFP pada proses *ball milling*. Pola difraksi diatas memiliki pola difraksi yang hampir sama dengan referensi [6,7].

Dari data pola difraksi XRD untuk masing-masing sampel dengan perbedaan waktu penahanan proses kalsinasi diperoleh puncak dan sudut difraksi yang hampir sama.

Perbedaan pada pola difraksi tersebut terletak pada masing-masing nilai intensitasnya, dimana posisi puncak pola difraksi tersebut dapat mengidentifikasi jenis fasa yang terbentuk.



Gambar 4. Pola difraksi LFP yang dikalsinasi pada suhu 700°C selama 8, 10, 12, dan 15 jam

Berdasarkan analisa pola difraksi yg diperoleh, mengindikasikan puncak-puncak struktur fasa LiFePO_4 dan $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ berada pada posisi sudut difraksi yg sama. Berdasarkan data PDF LiFePO_4 (PDF nomor: 01-081-1173) dimana fasa memiliki struktur *olivine* dengan sistem kristal orthorhombic dan *space group* Pnma, dan $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ (PDF nomor: 01-080-1517) dimana fasa ini memiliki struktur *Nasicon* dengan sistem kristal orthorhombic dan *space group* Pcan.

Pada Gambar 4 mengindikasikan semua sampel mempunyai tingkat kristalinitas yang tinggi terlihat dengan adanya puncak yang tinggi dan tajam pada masing-masing pola difraksi. Dari proses kalsinasi dengan lama penahanan yang paling singkat (8 jam) sampai dengan yang paling lama (15 jam) menunjukkan pola difraksi mempunyai sudut difraksi yang sama hanya tinggi intensitasnya yg berbeda. Hal ini dikarenakan adanya pertumbuhan butir yang semakin meningkat sehingga intensitas semakin tinggi.

Pada t=8 jam menuju t=10, 12, dan 15 jam terjadi transformasi fasa dari fasa LiFeP_3O_9 menjadi fasa *Nasicon* pada sudut 62,4 . Pada t=10 jam menuju t=12 jam terjadi transformasi fasa dari fasa $\text{Li}_4\text{P}_2\text{O}_7$ menjadi fasa *Nasicon* pada sudut 38,66. Pada t=12 jam menuju t=15 jam terjadi transformasi fasa dari fasa *olivine* menjadi fasa *Nasicon*. Fasa *Nasicon* memiliki kestabilan yang lebih tinggi daripada fasa *olivine*, sedangkan fasa $\text{Li}_4\text{P}_2\text{O}_7$ dan LiFeP_3O_9 merupakan fasa metastabil karena memiliki kecenderungan bertransformasi fasa.

Dari analisa data dengan HSP, dapat diketahui komposisi fasa secara kualitatif. Pada serbuk yang dikalsinasi pada temperatur 700°C selama 8 jam terkandung 4 fasa antara lain LiFePO_4 , $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$, $\text{Li}_4\text{P}_2\text{O}_7$ dan LiFeP_3O_9 . Sedangkan pada serbuk yang dikalsinasi selama 10, 12, dan 15 jam hanya terkandung 3 fasa, yaitu LiFePO_4 , $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ dan

Li₄P₂O₇. Prosentase masing-masing fasa yang terkandung di dalam serbuk dapat dilihat pada tabel 1:

Tabel 1.
Hasil analisis prosentase komposisi fasa menggunakan software HSP (*High Score Plus*)

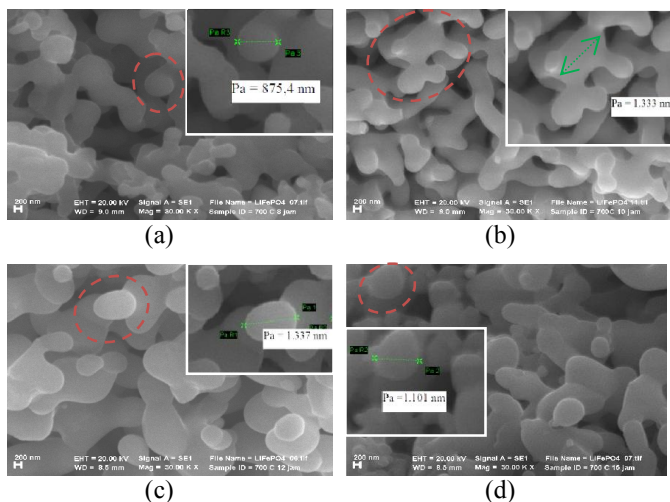
No	t (jam)	Komposisi Fasa (%)			
		LFP	Li ₃ Fe ₂ (PO ₄) ₃	Li ₄ P ₂ O ₇	LiFeP ₃ O ₉
1	8	24	43	8	12
2	10	35	56	9	-
3	12	35	55	10	-
4	15	28	60	11	-

Semakin lama waktu penahanan kalsinasi menyebabkan fasa yang terbentuk menjadi semakin sedikit dan semakin kristalin. Hal ini disebabkan karena semakin banyaknya energi yang diserap oleh partikel untuk melakukan difusi sehingga terjadi perubahan struktur kristal menjadi lebih kristalin.

Berdasarkan pengamatan secara semikuantitatif, fasa LiFePO₄ atau disebut fasa *olivine* dan Li₃Fe₂(PO₄)₃ atau disebut *Nasicon* paling banyak dihasilkan pada lama waktu tahan kalsinasi 10 jam yaitu dengan jumlah prosentase sebesar 91% dan fasa Li₄P₂O₇ sebagai fasa impuritas sebesar 9%.

3.3 Hasil Morfologi dengan menggunakan SEM dan analisis ukuran partikel menggunakan PSA

Setelah dianalisis fasa yang terbentuk dari serbuk LFP yang telah dikalsinasi selanjutnya dilakukan analisis ukuran partikel menggunakan PSA dan mikrostruktur menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Hasil SEM menunjukkan struktur kristal yang terbentuk pada serbuk LFP setelah dikalsinasi. Berikut Hasil pengamatan dari serbuk LFP dengan masing-masing waktu penahanan kalsinasi, seperti ditunjukkan pada Gambar 5 :



Gambar 5. Hasil Uji SEM perbesaran 30.000x pada masing-masing variasi a) 8 jam, b) 10 jam, c) 12 jam, d) 15 jam

Pada Gambar 5 menunjukkan bahwa semua variasi waktu penahanan kalsinasi memberikan gambar struktur kristal yang sama yaitu bunga karang memanjang (silinder) yang

disebabkan adanya perpanjangan pertumbuhan kristal menuju ke salah satu sumbu, maka bentuknya seperti silinder.

Berdasarkan pengamatan mikroskopis menggunakan SEM terlihat seiring dengan lamanya waktu penahanan kalsinasi terlihat dengan jelas *grain boundary* yang berbentuk butiran-butiran dengan ukuran yang relatif semakin besar tersebar homogen pada permukaan sampel. Hal ini mengindikasikan dekomposisi dan kristalisasi LFP seperti yang ditunjukkan pada hasil XRD (Gambar 5). Pertambahan ukuran butir ini juga didukung dengan pengamatan menggunakan PSA seperti pada sub bab sebelumnya. Jika kita lihat perbandingannya adalah sebagai berikut:

Tabel 2.
Perbandingan besar ukuran partikel dengan menggunakan SEM dan PSA

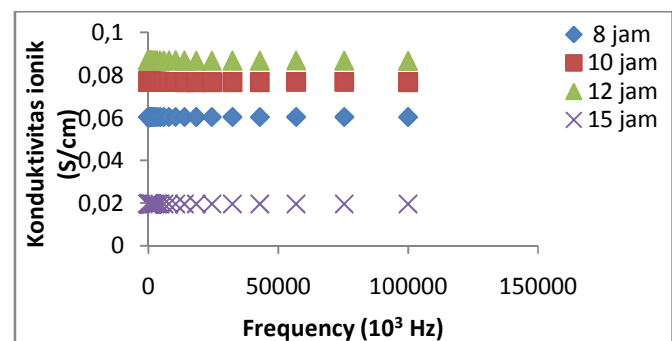
Waktu (jam)	SEM (nm)	PSA (nm)
8	875,4	802,2
10	1333	1371
12	1337	1410
15	1101	1071

3.4 Hasil Pengukuran Konduktivitas

Pada pengukuran konduktivitas menggunakan metode *two probe* dimana hasil pengukuran berdasarkan variabel waktu penahanan proses kalsinasi pada bahan LFP dapat ditunjukkan seperti pada Tabel 3 dan Gambar 6.

Tabel 3.
Konduktivitas LFP/C/PVDF yang disintesis dengan variasi waktu penahanan proses kalsinasinya

Waktu (jam)	Tebal (cm)	Luas (cm ²)	Konduktivitas listrik rata-rata (S/cm)	Impedansi (Ω)
8	0,27	1,887	6 x 10 ⁻²	2,37
10	0,265	1,887	7,7 x 10 ⁻²	1,82
12	0,265	1,887	8,7 x 10 ⁻²	1,61
15	0,26	1,887	1,9 x 10 ⁻²	7,05

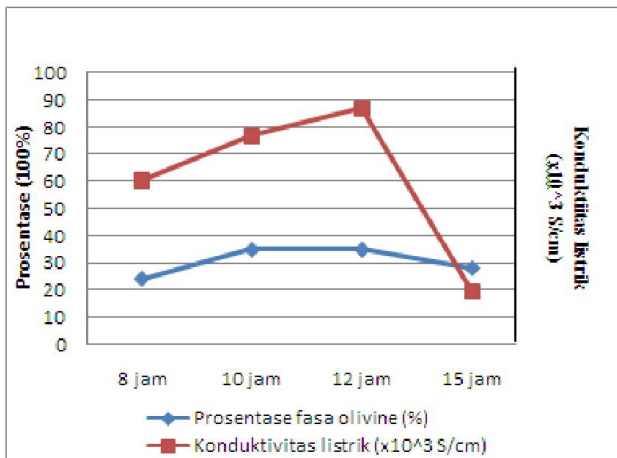


Gambar 6. Grafik hubungan antara frekuensi dengan konduktivitas pada masing-masing variasi waktu penahanan proses kalsinasi

Pada Gambar 6 terlihat semakin lama waktu penahanan akan meningkatkan nilai konduktivitas dari bahan LFP. Hal tersebut ditunjukkan dengan peningkatan dari lama

penahanan proses kalsinasi 12 jam sampai 15 jam. Peningkatan ini dikarenakan fasa-fasa konduktif seperti fasa *olivine* dan *Nasicon* juga meningkat, dan mengalami penurunan jumlah fasa konduktif anortic. Namun terjadi fenomena yang berbeda pada saat waktu penahanan proses kalsinasi selama 15 jam terjadi penurunan konduktivitas yang paling rendah. Hal tersebut dikarenakan terjadi peningkatan fasa anortic sebesar 11% dan penurunan fasa *olivine* menjadi sekitar 28%. Meskipun disertai peningkatan fase *Nasicon* sebesar 60% dari pemanasan sebelumnya 12 jam 55% sehingga terjadi peningkatan fasa *Nasicon* sebesar 9%. Sedangkan fasa *olivine* terjadi penurunan sebesar 20%. Untuk melihat semua fraksi fasa *olivine* dan *Nasicon* sehingga kita bisa melihat pengaruh waktu penahanan prekursor LFP akibat variasi lamanya waktu penahanan proses kalsinasi. Untuk penahanan 8 jam perbandingan fasa *olivine* dan *Nasicon* mempunyai nilai 0,56 dari fasa *Nasicon*. Sedangkan perbandingan pada waktu penahanan 15 jam mempunyai nilai sebesar 0,47 dari fasa *Nasicon*. Sehingga pada gambar tersebut bisa ditengarai penurunan nilai konduktivitas pada saat 15 jam akibat penurunan pengurangan fasa *olivine* yg bertransformasi menjadi fasa *Nasicon*.

Peningkatan konduktivitas dapat disebabkan dengan semakin banyaknya material katoda yang terbentuk.



Gambar 7. Grafik hubungan presentase fasa *olivine* terhadap konduktivitas listrik

Berdasarkan Gambar 7 dapat diketahui bahwa semakin besar presentase fasa *olivine* maka semakin besar nilai konduktivitas listriknya. Namun nilai konduktivitas listrik tidak berpengaruh pada fasa *Nasicon* padahal fasa ini memiliki presentase lebih tinggi daripada fasa *olivine* (tabel 1). Hal ini dikarenakan fasa *Nasicon* memiliki kestabilan yang lebih tinggi dibandingkan fasa *olivine* (Karami, 2011), sehingga ion litium pada fasa *Nasicon* sulit untuk lepas dari ikatan utamanya. Sedangkan ion litium pada fasa *olivine* mudah lepas sehingga fasa ini dapat berpengaruh pada nilai konduktivitas listrik.

IV. KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah berhasil disintesis lithium ferrophosphate sebagai katoda baterai Li-ion dengan 2 fasa

utama yang terbentuk yaitu fasa tipe olivine LiFePO_4 dan tipe *Nasicon* $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ dengan masing-masing prosentase fasa sebesar 35% dan 56% pada variasi waktu penahanan temperatur kalsinasi 700°C selama 10 jam. Diperoleh ukuran partikel rata-rata untuk semua variasi waktu penahanan proses kalsinasi 700°C berdimensi $1,16 \mu\text{m}$ dan geometri partikel berbentuk bunga karang silinder. Peningkatan lama waktu penahanan proses kalsinasi menyebabkan kenaikan konsentrasi fase konduktif. Hal tersebut terkait dengan kenaikan konduktivitas listrik dimana pada lama penahanan 12 jam menghasilkan konsentrasi fasa yang terbentuk 90% dengan nilai konduktivitas listrik tertinggi yaitu sebesar $8,69 \times 10^{-2}$ S/cm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak M. Zainuri atas bimbingan yang diberikan selama penulis menyelesaikan penelitian. Penulis juga menyampaikan terima kasih kepada kepala laboratorium fisika bahan jurusan Fisika FMIPA ITS yang telah memberikan kesempatan kepada penulis untuk menyelesaikan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Chew, S.Y., Patey, T.J., Waser, O., Ng, S.H., Buchel, R., Tricoli, A., Krumeich, F., Wang, J., Liu, H.K., Pratsinis, S.E., Novak, P., (2008), "Thin Nanostructured LiMn_2O_4 Film by Flame Spray Deposition an In Situ Annealing Method", *Journal of Power Sources*, Vol. 189, hal. 449 – 453.
- [2] Yuan, H., Gao, F., Zhang, Z., Miao, L., Yu, R., Zhao, H., Lan, M., (2010), "Study of Controllable Preparation of Silica Nanoparticles with Multi-sized and Their Size-dependent Cytotoxicity in Pheochromocytoma Cells and Human Embryonic Kidney Cells", *Journal of Health Science*, Vol. 56, No. 6, pp.632-640.
- [3] Zhu, Y., Tang, S., Shi, H., Huili. (2014), "Synthesis of $\text{FePO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ for Fabricating Submicrometer Structured LiFePO_4/C by a co-precipitation method", *Ceramics International*, Vol. 40, 2685-2690.
- [4] Strobel, R., Pratsinis, S.E., (2007), "Flame Aerosol Synthesis of Smart Nanostructured Materials", *Journal of Materials Chemistry*, Vol. 17, hal. 4743 – 4756.
- [5] Hamid, N.A., Wennig, S., Hardt, S., Heinzel, A., Schulz, C., Wiggers, H., (2012), "High-capacity Cathodes for Lithium-ion Batteries from Nanostructured LiFePO_4 Synthesized by Highly-flexible and Scalable Flame Spray Pyrolysis", *Journal of Power Sources*, Vol. 216, hal. 76 – 83.
- [6] Wang, Y., Sun, Bing., Park, J., Kim, Wang, G. (2011), "Morphology Control And Electrochemical Properties Of Nanosize LiFePO_4 Cathode Material Synthesized By Co-Precipitation Combined With In Situ Polymerization", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509, 1040–1044.
- [7] Kong, B., Zhang, P., Liu, Luo, C., Kang, L. (2012), "Fabrication Of Promising LiFePO_4/C Composite With A Core-Shell Structure By A Moderate In Situ Carbothermal Reduction Method", *Electrochimica Acta*, Vol. 70, 19–24.