



## **Analisa Temperatur Sinter Terhadap Diameter kristallit, Kerapatan dislokasi, Regangan mikro Dan Struktur mikro Pada Material Katoda Baterai $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$ .**

### ***Sintering Temperature Analysis of Crystallite Diameter, Dislocation Density, Micro Strain And Micro Structure In Material $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$ Battery Cathode.***

Budiarto Djono Siswanto<sup>1\*</sup>, Melya Dyanasari Sebayang<sup>1</sup>, Septian Arum Fajar Maulana<sup>1</sup>  
<sup>1</sup> Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Kristen Indonesia

Diterima: 26-07-2022 ; Disetujui: 04-03-2022 ; Diterbitkan: 30-05-2022

\*Corresponding author: E-mail: budidamaz@gmail.com

#### **Abstrak**

Penelitian analisa pengaruh temperatur sinter terhadap diameter kristallit, kerapatan dislokasi, regangan mikro dan struktur mikro pada pembuatan material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$ , sebagai salah satu bahan untuk baterai telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa pengaruh temperatur sinter terhadap diameter kristallit, kerapatan dislokasi, regangan mikro dan struktur mikro pada pembuatan material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  dengan metode kopengendapan satu tingkat. Hasil pengujian dengan difraktometer sinar-X menunjukkan bahwa dengan meningkatnya temperatur sinter rerata diameter kristallit menurun (6,88nm menjadi 4,10nm), akan tetapi rerata kerapatan dislokasi menaik (1,42 garis/mm<sup>2</sup> menjadi 9,9 garis/mm<sup>2</sup>). Namun rerata regangan mikro meningkat (13,56 % ke 31,56%) dengan temperatur naik pada bidang *hkl* (104), (110), (101), (003), dan (105). Berdasarkan hasil pengamatan spektrum dengan FTIR menunjukkan adanya pita yang ditemukan sekitar 549 cm<sup>-1</sup>, untuk getaran peregangan Li-O, yang menunjukkan pembentukan oktahedra  $\text{LiO}_6$ . Juga vibrasi karakteristik oksida logam Co-O, Ni-O, dan Fe-O masing-masing pada bilangan gelombang : 528-586, 580, dan 680 cm<sup>-1</sup>. Hasil pengamatan struktur mikro dengan SEM menunjukkan ukuran mikron dengan permukaan tidak merata dan homogen. Komposisi unsur logam Ni, Fe, dan Co dianalisis dengan EDXS menunjukkan kandungan logam Ni, Fe, dan Co berkurang seiring dengan temperatur sinter dinaikkan.

**Kata Kunci:** katoda baterai NFC, diameter kristallit, regangan mikro, struktur mikro.

#### **Abstract**

Research on the effect of sintering temperature analysis on crystallite diameter, dislocation density, micro-strain and microstructure in the manufacture of  $\text{LiNi}_{0.7}\text{Fe}_{0.2}\text{Co}_{0.1}\text{O}_2$  battery cathode material, as one of the materials for batteries, has been carried out. This study aims to analyze the effect of sintering temperature on crystallite diameter, dislocation density, micro-strain and microstructure in the manufacture of  $\text{LiNi}_{0.7}\text{Fe}_{0.2}\text{Co}_{0.1}\text{O}_2$  battery cathode material with one stage co-precipitation method. The test results using an X-ray diffractometer showed that with increasing sintering temperature the average diameter of the crystallites decreased (6.88 nm to 4.10 nm), but the average dislocation density increased (1.42 lines/mm<sup>2</sup> to 9.9 lines/mm<sup>2</sup>). However, the mean micro-strain increased (13.56% to 31.56%) with increasing temperature in the *hkl* (104), (110), (101), (003) and (105) planes. Based on the results of spectral observations using FTIR, the band was found to be around 549 cm<sup>-1</sup>, for Li-O stretching vibrations, indicating the formation of  $\text{LiO}_6$  octahedra. Also the characteristic vibrations of metal oxides Co-O, Ni-O, and Fe-O respectively at wave numbers: 528-586, 580, and 680 cm<sup>-1</sup>. The results of the observation of the microstructure with SEM showed the size of the micron with an uneven and homogeneous surface. The elemental composition of Ni, Fe, and Co analyzed by EDXS showed that the metal content of Ni, Fe, and Co decreased as the sintering temperature was increased.

**Keywords:** NFC battery cathode, crystallite diameter, micro strain, microstructure.

**How to Cite:** Siswanto, B.D. 2022. Analisa Temperatur Sinter Terhadap Diameter kristallit, Kerapatan dislokasi, Regangan mikro Dan Struktur mikro Pada Material Katoda Baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$ . JMEMME (Journal of Mechanical Engineering, Manufactures, Materials and Energy), 6 (01): 1-17

## PENDAHULUAN

Kandungan bijih nikel terbesar di Dunia berbentuk mineral bijih nikel laterit dan limonit, cadangan sumber mineral ini lebih dari 23,7 % berada di Indonesia, terutama Pulau Sulawesi dan Maluku, serta pulau lainnya. Sampai saat ini penyediaan energy terbesar di Indonesia adalah dari bahan bakar fosil, yang kandungannya makin menipis. Untuk itu pemerintah sudah merencanakan penyediaan energy bauran (mix), salah satunya energi baru terbarukan, seperti pembangkit listrik tenaga hydro air, pembangkit listrik tenaga bayu, pembangkit listrik tenaga geothermal, pembangkit listrik panel surya. Pembangkit listrik tenaga ombak, dan sebagainya. Energy baru terbarukan untuk pengurangan emisi CO<sub>2</sub>, SO<sub>x</sub>, NO<sub>x</sub>, yang menyebabkan pemanasan global, pemerintah Indonesia telah membangun pabrik pengolahan mineral bijih nikel laterit dan limonit menjadi baja tahan karat dan baterai litium ion (BLI). BLI merupakan salah satu komponen penyimpanan energy pada mobil listrik yang akan diproduksi di daerah Sulawesi. Untuk itu dibutuhkan sumber daya manusia dan infrastruktur serta biaya yang besar. Komponen yang tidak dapat dilepaskan dari adanya peningkatan kebutuhan energi listrik adalah perangkat penyimpanan energi itu sendiri (energy storage). Penyimpan energi umumnya dikenal dengan akumulator atau baterai. Jenis baterai yang paling dominan adalah baterai isi ulang (BIU), salah satu jenisnya adalah baterai litium-ion (BLI) [1].

Baterai yang ringan dan dapat diisi ulang. Baterai saat ini banyak digunakan pada semua aspek kehidupan, mulai dari ponsel hingga kendaraan listrik. Baterai juga dapat menyimpan energi dalam jumlah yang besar dari sumber energi terbarukan seperti tenaga surya dan angin sehingga dapat menggantikan penggunaan bahan bakar fosil.

Komponen utama baterai terdiri dari katoda (elektroda oksidasi), anoda (elektroda reduksi), elektrolit sebagai media perpindahan ion litium, dan separator sebagai pemisah elektroda dan jalur perpindahan elektrolit. Pada elektroda diberikan *current collector* yang memiliki konduktivitas tinggi untuk mengalirkan arus dari atau menuju elektroda selama proses pengisian dan pengosongan. Pada proses pengosongan, ion litium bergerak dari anoda menuju katoda dan terjadi perubahan energi kimia menjadi energi listrik. Untuk proses pengisian, ion litium bergerak dari katoda menuju anoda dan terjadi perubahan energi listrik menjadi kimia [1, 2, 3, 4].

Adapun kelebihan dari baterai berbasis ion litium adalah metal yang paling ringan dan memiliki potensial elektrokimia yang paling tinggi dibandingkan dengan logam lainnya. Litium merupakan unsur logam paling ringan dan memiliki potensi redoks sangat rendah [ $E(\text{Li}^*/\text{Li}) = -3,04 \text{ V vs SHE}$ ], yang memungkinkan sel memiliki tegangan tinggi dan kerapatan energy besar serta dapat memberikan kapasitas jenis (*specific capacity*) sebesar 3.600 Ah/kg. Nilai ini jauh lebih besar dibandingkan dengan kapasitas jenis dari baterai sekunder jenis asam timbal yang sebesar 260 Ah/kg. Kelemahan baterai litium ion adalah baterai rusak ketika dipakai dibawah 2 Volt dan menguap ketika tegangan berlebih. Oleh sebab itu, baterai litium ion umumnya menggunakan alat manajemen sirkuit dan pemutus mekanis untuk memberi perlindungan terhadap pemakaian berlebih atau kondisi temperatur berlebih, selain itu mereka kehilangan kapasitas permanen pada temperatur tinggi (65°C) [5, 6].

Ada beberapa jenis baterai sekunder berbasis lithium yang berkembang saat ini, diantaranya adalah baterai lithium-ion, baterai lithium polimer dan baterai lithium sulfur. Lithium juga memiliki sifat reaktif yang tinggi terhadap air dan oksigen, untuk itu baterai lithium harus menggunakan elektrolit yang tidak mengandung air seperti lithium hexafluorophosphate ( $\text{LiPF}_6$ ), Lithium tetrafluoroborate ( $\text{LiBF}_4$ ) dan Lithium perchlorate ( $\text{LiClO}_4$ ), dimana kesemuanya itu dilarutkan dalam pelarut organik [6, 7].

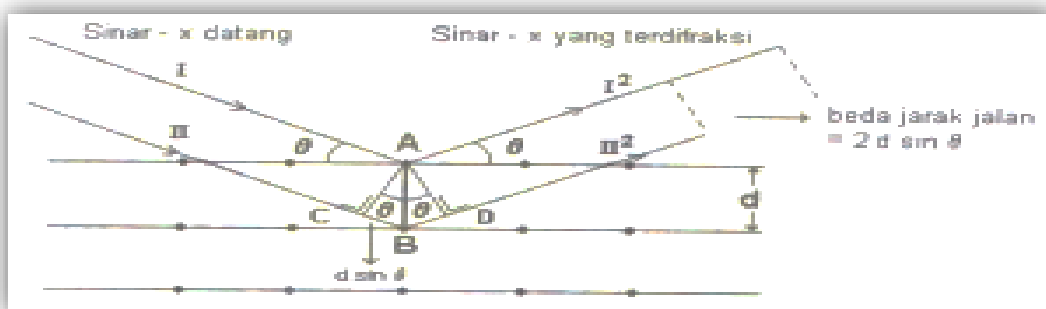
Katoda merupakan bagian terpenting pada baterai dan setengah harga dari produksi baterai merupakan harga dari katoda. Katoda diklasifikasikan menjadi 3 berdasarkan struktur kristalnya, yaitu: *layered*, *spinel*, dan *olivine*.  $\text{LiCoO}_2$  adalah contoh baterai dengan *layered structure*, yang mana transfer ion lithium terjadi pada 2 dimensi. Untuk *spinel structure*, transfer ion dilakukan pada 3 dimensi, contoh katoda komersial dengan struktur kristal *spinel* adalah  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ . Sedangkan struktur kristal *olivine*, transfer ion terjadi pada 1 dimensi, contoh katoda komersialnya adalah  $\text{LiFePO}_4$  [7].

Bahan elektroda positif lain yang telah diperkenalkan antara lain:  $\text{LiMn}_2\text{O}_2$ ,  $\text{Li}(\text{NiMnCo})\text{O}_2$ ,  $\text{Li}(\text{NiCoAl})\text{O}_2$ , dan sebagainya. Pada penggunaan material katoda baterai ke depan material katoda berbasis metal memiliki peluang memberikan hasil yang optimal. Sifat pendukung lain untuk penggunaan anoda material yaitu pada struktur nano yang akan berpengaruh pada energy density yang semakin besar. Untuk itu akan dilakukan penelitian pembuatan material katoda baterai ion litium adalah  $\text{LiNiFeCoO}_2(\text{NFC})$  [8, 9, 10].

Material BIU terdiri dari material anoda BLI dan katoda BLI, yang memiliki pengaruh signifikan terhadap sifat elektrokimia dan keamanan baterai litium. Material katoda BLI memiliki peran dalam mempercepat adaptasi BLI sekunder. Hasil penelitian terdahulu bahwa senyawa  $\text{LiFePO}_4$  sebagai material katoda baterai litium-ion tradisional memiliki rendah kepadatan energi [2]; senyawa litium kobalt dioksida ( $\text{LiCoO}_2$ ) memiliki elektrokimia yang sangat baik kinerja, tetapi kobalt langka dan beracun [3]; yang dimiliki senyawa litium nikel dioksida ( $\text{LiNiO}_2$ ) pencampuran kation seri  $\text{Ni}^{2+}$  dan  $\text{Li}^+$  dan ireversibel kapasitas tinggi [4]. Serta pada senyawa litium mangan dioksida ( $\text{LiMnO}_2$ ) berlapis memiliki transformasi kristalografi telah memiliki struktur spinel [5, 6].

a. Cara analisa struktur kristalit dan kerapatan cacat bentuk garis (dislokasi)

Pola difraktogram sinar x terbentuk dari interaksi antara berkas cahaya sinar x yang menumbuk sampel material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{-Co}_{0,1}\text{O}_2$  (LNFC), jika di dalam sampel uji material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{-Co}_{0,1}\text{O}_2$  (LNFC) memiliki struktur yang berurutan, maka beberapa berkas cahaya sinar x akan berubah arah pada sudut tersendiri tergantung dari struktur material uji sampel material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{-Co}_{0,1}\text{O}_2$  (LNFC) dan panjang gelombang sumber radiasi sinar x yang dipakai. Untuk itu dapat ditentukan apakah suatu material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{-Co}_{0,1}\text{O}_2$  (LNFC) mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak, dan gambar dan analisa dengan alat XRD untuk pengujian sampel uji material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{-Co}_{0,1}\text{O}_2$  (LNFC) dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Peristiwa difraksi sinar X [3]

## Budiarto Djono Siswanto, Analisa Temperatur Sinter Terhadap Diameter kristalit...

Cara penentuan sudut difraksi sinar X dari hasil pengujian material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{-Co}_{0,1}\text{O}_2$  (LNFC), dapat ditentukan dengan persamaan hukum Bragg yang dituliskan menurut persamaan (1).

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl} \dots\dots\dots (1)$$

dimana  $n$  = adalah orde difraksi,  $\lambda$  = panjang gelombang sinar x,  $d_{hkl}$  = jarak antar bidang difraksi dengan indeks miller  $hkl$ , dan  $\theta$  = sudut difraksi bragg untuk bidang difraksi.

Dari persamaan tersebut terlihat bahwa jika panjang gelombang sinar x yang digunakan diketahui dan sudut  $\theta_{hkl}$  diukur, dimungkinkan untuk menentukan jarak antar bidang difraksi,  $d_{hkl}$ . Untuk struktur kubik jarak  $d$  bidang difraksi berhubungan dengan parameter kisi struktur kristal dengan persamaan (2).

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

dimana  $a$  = parameter kisi,  $hk$  = indeks miller bidang, dan  $d_{hkl}$  = jarak antar bidang.

Untuk menentukan dan menganalisa ukuran/diameter kristalit merujuk pada puncak-puncak difraksi sinar X dari pola difraktogram melalui pendekatan persamaan *Debye Scherrer* yang dirumuskan menurut persamaan (3).

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \dots\dots\dots (3)$$

Sedangkan untuk menentukan nilai regangan kisi digunakan rumus menurut persamaan (4).

$$\varepsilon = \frac{\beta}{(4\tan\theta)} \dots\dots\dots (4)$$

Untuk menentukan nilai kerapatan dislokasi digunakan rumus menurut persamaan (5).

$$\rho = \frac{1}{D^2} \dots\dots\dots (5)$$

Dimana  $D$  = Diameter kristalit,  $\rho$  = Kerapatan Dislokasi,  $\varepsilon$  = Regangan Kisi,  $K$  = Faktor bentuk dari kristal (0,9-1),  $\lambda$  = Panjang gelombang dari sinar-X (1,54056 Å),  $\beta$  = Nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad), dan  $\theta$  = Sudut difraksi (derajat).

b. Cara analisa morfologi permukaan dan komposisi unsur kimia dengan SEM-EDXS

Pengamatan morfologi permukaan atau struktu mikro sampel material paduan  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_2$  dipakai alat SEM-EDXS. Di dalam prinsip pengujian alat SEM-EDXS ini dikenal dua jenis elektron, yaitu elektron primer dan elektron sekunder. Adapun material elektron primer yang mempunyai energy tinggi biasanya unsur nikel, unsur wolfram dan unsur platinum serta sebagai elektron sekunder yang akan ditangkap oleh detektor, sehingga 2 jenis electron akan mengubah sinyal tersebut menjadi suatu sinyal *image*.

Pada penelitian ini, penulis akan mengganti dan mendoping dua atom yaitu atom kobalt dan atom besi pada senyawa litium nikel dioksida ini, sehingga diharapkan dapat optimal dalam mengatasi permasalahan senyawa litium nikel dioksida dengan komposisi senyawa akhir material katoda  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$ .

### **METODE PENELITIAN**

Pelaksanaan penelitian/eksperimen ini, bertempat di laboratorium Teknik Mesin, Fakultas Teknik, UKI, mulai dari penimbangan sampel, proses sintesis, proses cetakan sampel dan proses sintering pada variasi temperatur 650<sup>0</sup>C, 700<sup>0</sup>C, dan 750<sup>0</sup>C serta waktu tetap selama 10 jam. Adapun pengujian hasil sintesis dilakukan di Puslabforensik, Mabas Polri dan Pusat Terpadu Laboratorium UI. Bahan yang digunakan antara lain : material senyawa nikel dinitrat hepta anhidrat  $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , senyawa kobalt dinitrit hepta anhidrat  $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , senyawa besi dinitrat nona anhidrat  $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$  dan material litium hidroksida  $[\text{LiOH}]$ , semua material yang dipakai dengan kualitas teknis, serta bahan-bahan untuk metalografi lengkap. Alat yang digunakan antara lain: (1) Alat pembuatan sampel lengkap ( alat press dan diesnya, alat ball mill/pencampur ), (2) Alat *Furnace (Thermoline)* seperti diperlihatkan pada gambar 2, (3) Alat SEM-EDXS seperti diperlihatkan pada gambar 3, (4) Alat difraktometer sinar-x (XRD) seperti diperlihatkan pada gambar 4, (5) Alat Timbangan analitik, (6) Alat FTIR Spektrofotokopi seperti diperlihatkan pada gambar 5, dan (6) Alat metalografi lengkap.

**Budiarto Djono Siswanto, Analisa Temperatur Sinter Terhadap Diameter kristalit...**



Gambar 2. Alat Pemanas Furnace



Gambar 3. Alat SEM-EDXS



Gambar 4. Alat Difraktometer Sinar-X



Gambar 5. Alat FTIR Spektrofotokopi

Sintesa sampel uji material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  (LNFC) dimulai dengan cara penimbangan material dengan timbangan analitik. Adapun material sebagai berikut, material senyawa nikel dinitrat hepta anhidrat  $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , senyawa kobalt dinitrit hepta anhidrat  $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , senyawa besi dinitrat nona anhidrat  $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$  dan material litium hidroksida  $[\text{LiOH}]$ , kemudian dibuat ratio perbandingan berat ketiga senyawa tersebut yaitu 70 : 20 : 10. Selanjutnya ketiga senyawa material nikel dinitrat hepta anhidrat  $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , senyawa kobalt dinitrit hepta anhidrat  $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , senyawa besi dinitrat nona anhidrat  $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ , dilarutkan dengan air pada suhu  $60^\circ\text{C}$  hingga konsentrasi logam terner 1 M. Dicampur dengan senyawa  $\text{LiOH}$  2M selama 1 jam. Campuran larutan (slurry) yang terbentuk, disaring dan dipanaskan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  sehingga isinya menjadi setengahnya. Selanjutnya material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  (LNFC) yang berbentuk padatan dilakukan pemanasan lagi dengan variasi suhu  $650^\circ\text{C}$ ,  $700^\circ\text{C}$ , dan  $750^\circ\text{C}$  masing-masing selama 10 jam pada kondisi atmosfer udara. Selanjutnya dilakukan pengujian: -Pengamatan struktur mikro dan komposisi unsur kimia secara kualitatif dan kuantitatif dengan alat SEM-EDXS. Pengujian strukturkristal dan diameter kisi Kristal dengan XRD. Uji XRD menggunakan  $\text{CuK}\text{-}\alpha$  sebagai sumber cahaya dengan mengaplikasikan scanning speed  $2^\circ/\text{menit}$  pada rentang sudut  $10^\circ$  sampai  $90^\circ$ . Pengamatan morfologi permukaan dan komposisi unsur kimia dengan alat SEM-EDX.

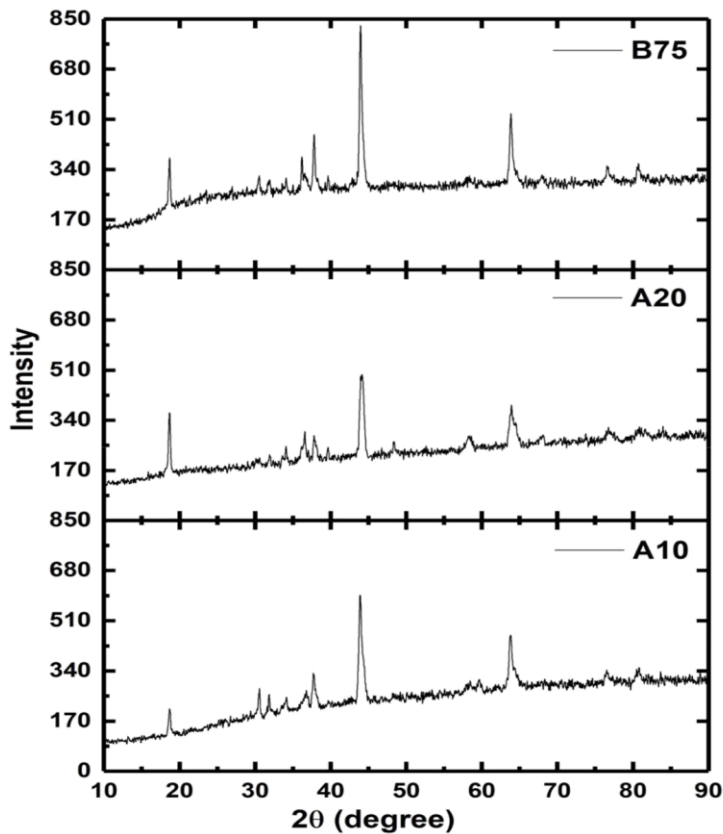
## HASIL DAN PEMBAHASAN

*Analisa Diameter kristalit, kerapatan dislokasi, regangan mikro dengan XRD pada material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$*

Hasil difraktogram sinar-X terhadap material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  temperatur sinter  $650^\circ\text{C}$  (A10),  $700^\circ\text{C}$  (A20), dan  $750^\circ\text{C}$  (B75) diperlihatkan pada gambar 6. Hubungan bidang hkl, temperatur sinter terhadap diameter Kristalit, kerapatan dislokasi, dan regangan mikro material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  diperlihatkan



pada tabel 1, 2, dan 3. Grafik hubungan diameter kristalit, kerapatan dislokasi, dan regangan mikro terhadap bidang indeks Miller hkl, Temperature sinter 650 °C, 700 °C, dan 750 °C diperlihatkan pada gambar 7, 8, dan 9.



Gambar 6. Difraktogram sinar-X dari material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  temperatur sinter 650 °C (A10), 700 °C (A20), dan 750 °C (B75)

Tabel 1. Hubungan bidang hkl, temperatur sinter terhadap diameter Kristalit material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$

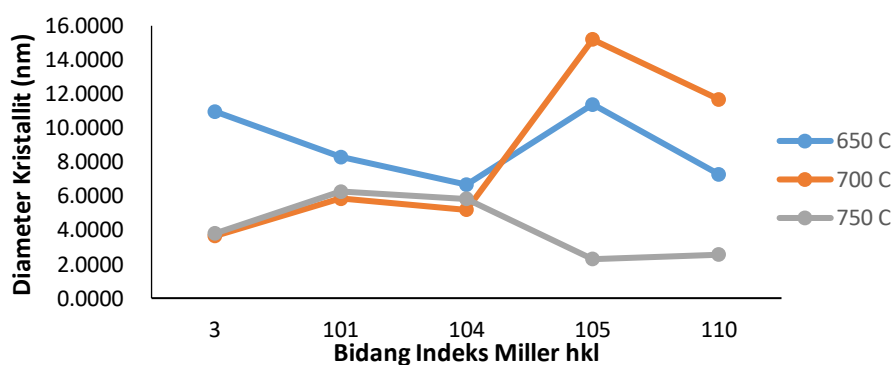
Bidang hkl	Diameter Kristalit (nm)		
	Temperatur 650 °C	Temperatur 700 °C	Temperatur 750 °C
(104)	6,6671	5,1912	5,8362
(110)	7,2856	11,6714	2,5518
(101)	8,3019	5,8504	6,2671
(003)	10,9693	3,6431	3,7985
(105)	11,3867	15,1917	2,2895

Tabel 2. Hubungan bidang hkl, temperatur sinter terhadap kerapatan dislokasi material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$

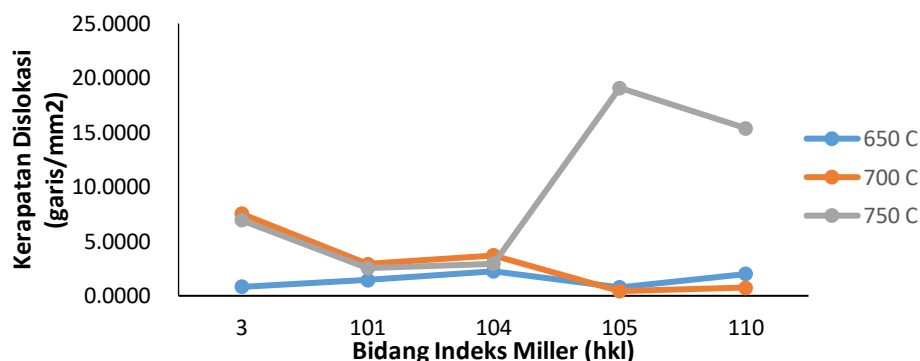
Bidang hkl	Kerapatan Dislokasi (garis/mm <sup>2</sup> )		
	Temperatur 650 °C	Temperatur 700 °C	Temperatur 750 °C
(104)	2,249	3,711	2,935
(110)	1,994	0,734	15,365
(101)	1,451	2,922	2,546
(003 )	0,831	7,535	6,933
(105)	0,771	0,433	19,089

Tabel 3. Hubungan bidang hkl, temperatur sinter terhadap regangan mikro material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$

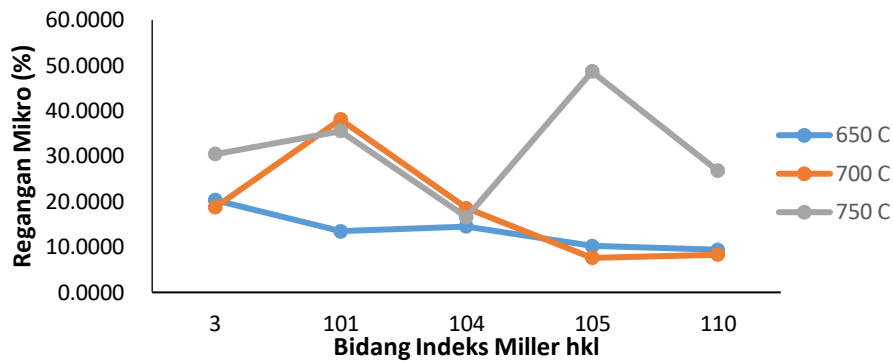
Bidang hkl	Regangan mikro (%)		
	Temperatur 650 °C	Temperatur 700 °C	Temperatur 750 °C
(104)	14,52	18,54	16,57
(110)	9,40	8,29	26,81
(101)	13,46	38,08	35,56
(003 )	20,32	18,78	30,44
(105)	10,24	7,60	48,62



Gambar 7. Grafik hubungan diameter kristalit terhadap bidang indeks Miller hkl, Temperature sinter 650 °C, 700 °C, dan 750 °C.



Gambar 8. Grafik hubungan kerapatan dislokasi terhadap bidang indeks Miller hkl, Temperature sinter 650 °C, 700 °C, dan 750 °C.



Gambar 9. Grafik hubungan regangan mikro terhadap bidang indeks Miller hkl, temperatur sinter 650 °C, 700 °C, dan 750 °C.

Pola XRD cocok dengan  $\text{LiNiO}_2$  dari  $\alpha\text{-NaFeO}_2$  struktur sistem rombohedral menunjukkan kelompok ruang  $R3m$  [11]. Pembentukan senyawa fase tunggal diungkapkan oleh fakta bahwa semua puncak yang diamati dapat diindeks dalam diameter kristalit (ukuran partikel), distribusi diameter kristalit dan morfologi material katoda. baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  juga. Pertumbuhan butir pada temperatur sinter yang lebih tinggi dianggap cepat, yang mengarah ke ukuran butir yang lebih besar (dari 650 °C ke 700 °C). Rerata diameter kristalit yang dihitung untuk  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  masing-masing temperatur dari 650 °C, 700 °C, dan 750 °C adalah 8,92 nm, 6,35 nm, dan 4,14 nm. Ukuran diameter kristalit merata, yang menunjukkan kristalinitas tinggi. Partikel kristalit utama dari sampel yang dibuat menjadi berbentuk baik dan ukuran diameternya meningkat dengan meningkatnya kandungan Fe dan Co. Material katoda baterai yang dibuat dengan ukuran diameter kristalit yang lebih kecil dengan kapasitas tinggi dan distribusi ukuran diameter kristalit yang seragam meningkatkan kinerja baterai secara keseluruhan dengan kedalaman muatan yang seragam dari setiap kristalit [12, 13].

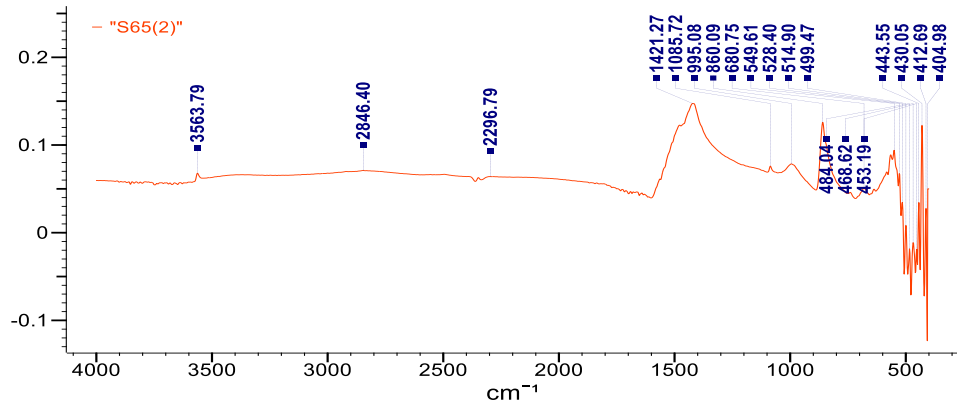
Data yang diperoleh dari hasil pengujian diameter kristalit, kerapatan dislokasi dan regangan mikro dari material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  menggunakan alat Difraktometer sinar-X (XRD). Dari Gambar 6, 7, 8, dan 9 serta Tabel 1,2, dan 3, terlihat intensitas puncak-puncak difraksi terhadap sudut  $2\theta$  dari variasi temperatur sinter, hubungan diameter kristalit, kerapatan diskolasi dan regangan mikro terhadap bidang indeks Miller (104), (110), (101), (003), (105) dan temperatur sinter 650 °C, 700 °C, dan 750 °C.

Dari Tabel 1, menunjukkan bahwa diameter kristalit terbesar pada bidang indeks Miller (105), temperatur sinter 700 °C dan waktu tahan 10 jam, sebesar 15,19 nm. Untuk diameter kristalit terkecil juga dibidang indeks Miller (105), temperatur sinter 750 °C waktu tahan 10 jam, sebesar 2,24 nm. Tabel 2, menunjukkan bahwa kerapatan dislokasi terbesar dibidang indeks Miller (105), pada temperatur sinter 750 °C waktu tahan 10 jam, sebesar 19,089 garis/mm<sup>2</sup>. Dan kerapatan dislokasi terkecil, sama dibidang indeks Miller (105), temperatur sinter 700 °C waktu tahan 10 jam, sebesar 0,433 garis/mm<sup>2</sup>, hal ini mengindikasikan bahwa material katoda baterai LiNi<sub>0,7</sub>Fe<sub>0,2</sub>Co<sub>0,1</sub>O<sub>2</sub> setelah proses sinter selama 10 jam terdapat cacat kristal yang sedikit.

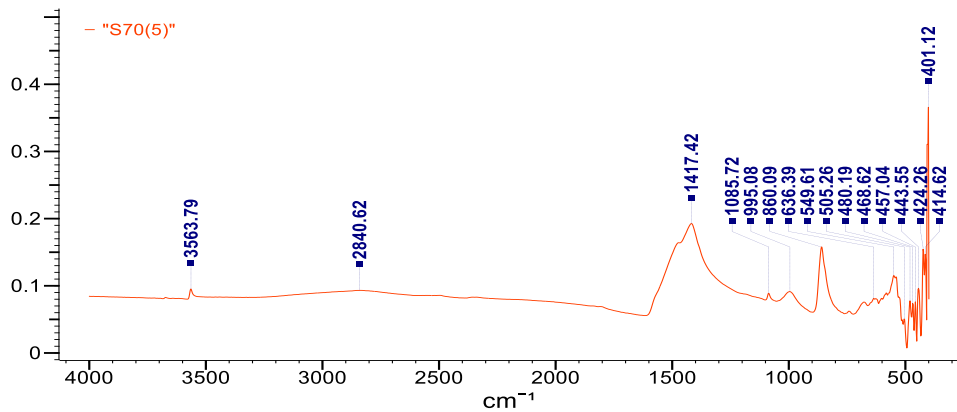
Pada Tabel 3, menunjukkan bahwa regangan mikro terbesar pada bidang indeks Miller (105), pada temperatur sinter 750 °C waktu tahan 10 jam, sebesar 48,16 %. Lebih lanjut, regangan mikro terkecil pada bidang indeks Miller (105), temperatur sinter 700 °C waktu tahan 10 jam, sebesar 7,60%. Bila ditinjau parameter ratio intensitas puncak difraksi tertinggi dan bidang indeks Millernya (003)/(104) nilainya kecil, maka ini mengindikasikan rendahnya kandungan unsur ion Ni<sup>2+</sup> pada sampel LiNi<sub>0,7</sub>Fe<sub>0,2</sub>Co<sub>0,1</sub>O<sub>2</sub>. Karena keberadaan unsur Ni<sup>2+</sup> menyebabkan tertukarnya posisi unsur Litium (Li) dengan unsur Ni<sup>2+</sup> sehingga posisi atom yang salah dapat menurunkan kemampuan berpindahan ion litium dan menurunkan kapasitas dari baterai. Selain itu keberadaan ion nitrat (NO<sub>3</sub>) dapat membantu proses oksidasi dari Ni<sup>2+</sup> menjadi Ni<sup>3+</sup> sehingga fenomena pertukaran unsur Li dan unsur Ni dapat dihambat [11].

#### *Analisa gugus fungsi dengan FTIR pada material katoda baterai LiNi<sub>0,7</sub>Fe<sub>0,2</sub>Co<sub>0,1</sub>O<sub>2</sub>*

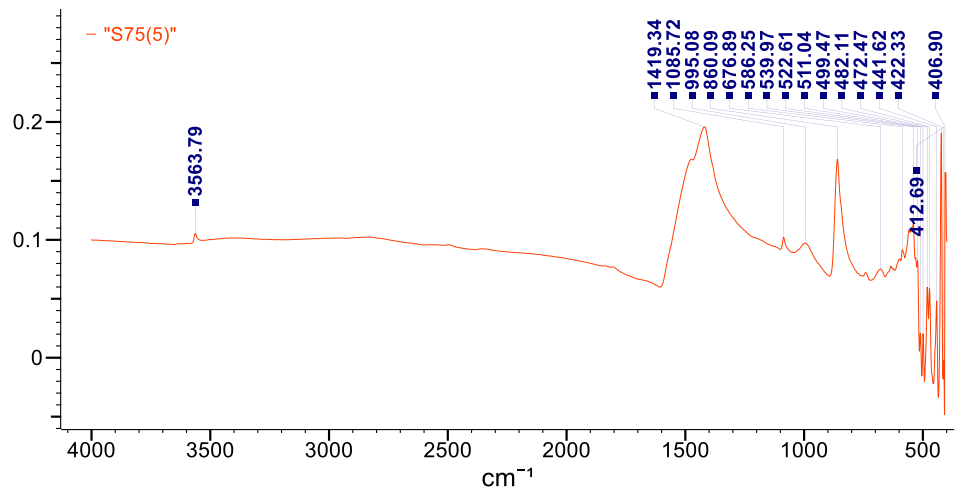
Gambar 10(a), (b), dan (c), menunjukkan spektrum hasil karakterisasi material katoda baterai LiNi<sub>0,7</sub>Fe<sub>0,2</sub>Co<sub>0,1</sub>O<sub>2</sub> yang disintering pada temperatur 650 °C, 700 °C, dan 750 °C selama 10 jam dengan FTIR yang ditampilkan melalui hubungan antara bilangan gelombang dengan nilai absorpsi. Bilangan gelombang merupakan nilai yang menunjukkan jenis ikatan dan absorpsi diartikan sebagai banyaknya penyerapan yang dilakukan oleh senyawa yang mempunyai ikatan tertentu.



(a)



(b)



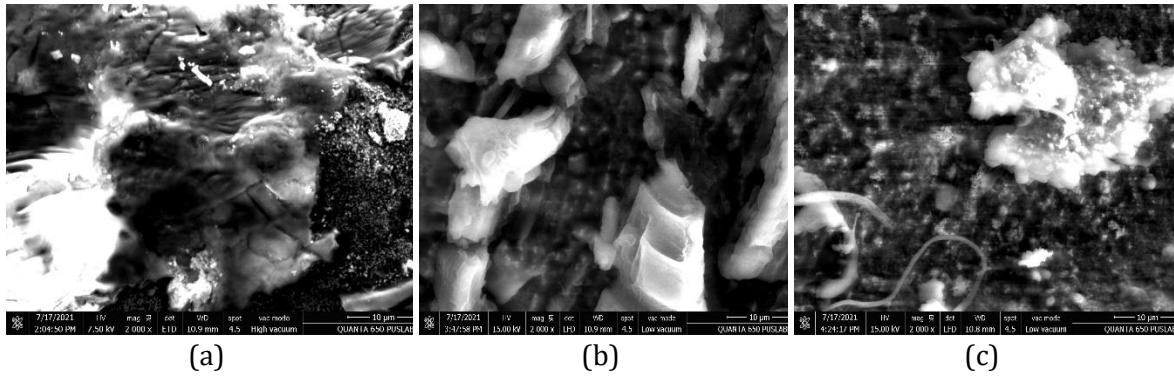
(c)

Gambar 10. Spektrogram material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  pada temperatur sinter a). 650 °C, b). 700 °C, dan c). 750 °C

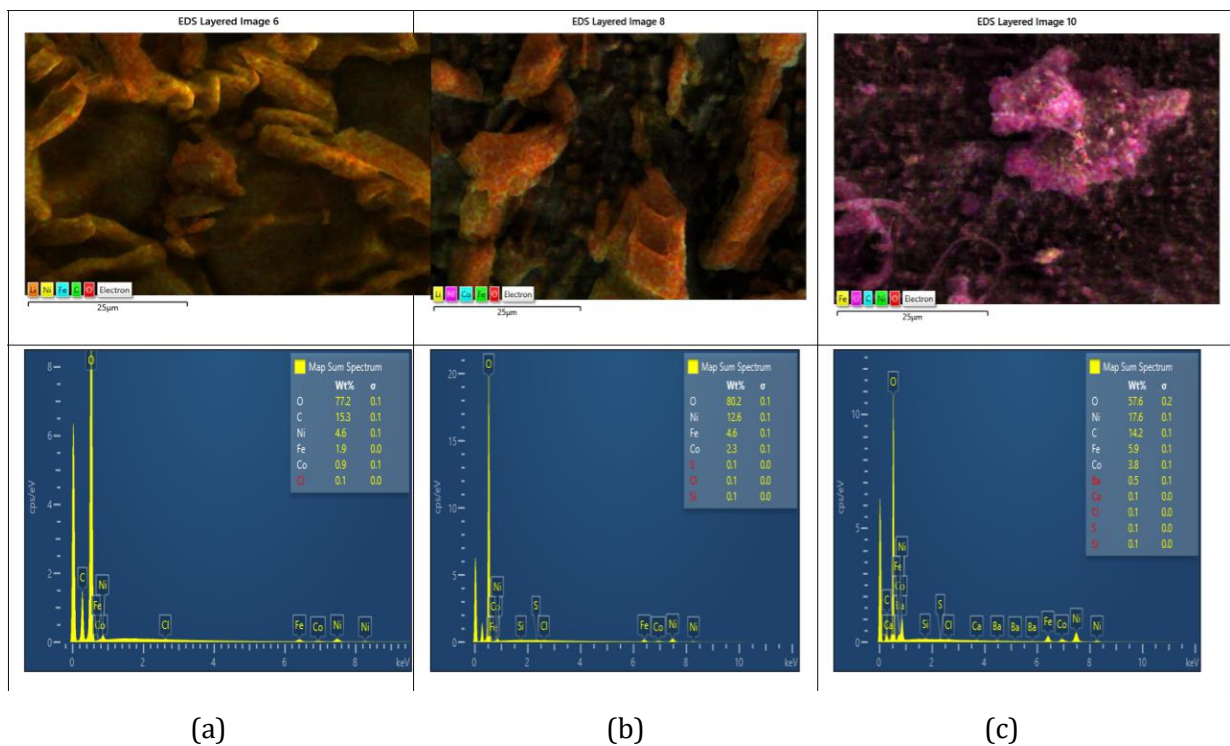
Puncak  $528,4 \text{ cm}^{-1}$  adalah serapan dari brasi ikatan Co-O (*bending vibration of Co-O*). Puncak  $636,3 \text{ cm}^{-1}$  adalah serapan dari vibrasi ikatan Co-O-Co (*stretching of Co-O-Co*). Puncak  $995,2 \text{ cm}^{-1}$  dan puncak  $1085 \text{ cm}^{-1}$  adalah serapan dari vibrasi ikatan mangan oksida dengan air yang terdiri dari dua klaster. Puncak  $1417 \text{ cm}^{-1}$  adalah serapan dari vibrasi ikatan H<sub>2</sub>O. Puncak  $3565 \text{ cm}^{-1}$  adalah serapan dari vibrasi ikatan -OH (*stretching vibration of -OH*). Tidak ada indikasi ikatan lain yang berasal dari hipotesis sebelumnya yaitu adanya pengotor dari zat lain. Dari puncak serapan tersebut, ternyata penyebab hidrasi serbuk LNFC adalah dari adanya ikatan gugus fungsi hidroksil -OH dengan ion-ion kobalt (Co) pada permukaan partikel LNFC. Pada saat serbuk LNFC selesai disintering pada temperatur sekitar  $650 \text{ }^\circ\text{C}$  dan dikeluarkan dari tungku, ion-ion kobalt pada permukaan LNFC berperan sebagai asam Lewis dan berinteraksi dengan zat H<sub>2</sub>O di udara sekelilingnya. Hasil interaksi ini adalah terbentuknya gugus fungsi hidroksil -OH yang berikatan dengan ion-ion kobalt pada LNFC. Menurut peneliti yang lain, berpendapat bahwa spektrum FT-IR yang berbentuk pita. Pita yang ditemukan sekitar  $549 \text{ cm}^{-1}$ , untuk getaran peregangan Li-O, yang menunjukkan pembentukan oktahedra LiO<sub>6</sub> [13]. Getaran karakteristik oksida logam Co-O, Ni-O, Mg-O, dan Fe-O masing-masing bilangan gelombang adalah 528-586, 580, 636, dan  $680 \text{ cm}^{-1}$ . Dalam karya ini, broadband yang terletak di sekitar  $638,36 \text{ cm}^{-1}$  dikaitkan dengan peregangan asimetris mode grup MO<sub>6</sub> (M Ni, Mg, Co dan Zn) [12, 13, 14, 15].

*Analisa struktur mikro dan komposisi unsur kimia dengan SEM-EDXS pada material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$*

Gambar 11 dan 12, Morfologi permukaan dari material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$ , memperlihatkan bahwa partikel kristalit yang terkristalisasi dengan baik dengan morfologi akumulatif yang merata. Hal ini mengindikasikan partikel kristalit utama dari sampel yang disintesis menjadi berbentuk baik dan ukurannya meningkat dengan meningkatnya kandungan unsur Fe dan unsur Co (Tabel 4) [16]. Karena keberadaan unsur Ni<sup>2+</sup> menyebabkan tertukarnya posisi unsur Litium (Li) dengan unsur Ni<sup>2+</sup> sehingga posisi atom yang salah dapat menurunkan kemampuan berpindahan ion litium dan menurunkan kapasitas dari baterai. Selain itu keberadaan ion nitrat (NO<sub>3</sub>) dapat membantu proses oksidasi dari Ni<sup>2+</sup> menjadi Ni<sup>3+</sup> sehingga fenomena pertukaran unsur Li dan unsur Ni dapat dihambat.



Gambar 11. Mikrograf dari material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  Temperatur sinter (a) 650 °C, (b) 700 °C, dan (c) 750 °C (Pembesaran 2000X)



Gambar 12. Mikrograf dan komposisi unsur kimia dari material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$  Temperatur sinter (a) 650 °C, (b) 700 °C, dan (c) 750 °C

Tabel 4. Hubungan komposisi unsur terhadap temperatur sinter material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$

Kandungan	Komposisi unsur ( wt%)		
	Temperatur 650 °C	Temperatur 700 °C	Temperatur 750 °C
Unsur			
Ni	4,6	12,6	17,6
Fe	1,9	4,6	5,9
Co	0,9	2,3	3,8

Menurut peneliti lain mengatakan bahwa material yang disintesis dengan ukuran partikel yang lebih kecil dengan kapasitas tinggi dan distribusi ukuran partikel yang seragam meningkatkan kinerja baterai secara keseluruhan dengan kedalaman muatan yang seragam dari setiap partikel [13, 17, 18, 19, 20, 21].

## KESIMPULAN

Hasil perhitungan dan analisis dari sintesis material katoda baterai  $\text{LiNi}_{0,7}\text{Fe}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$ , dengan metode kopengendapan satu tingkat. Pengujian dengan XRD menunjukkan bahwa dengan meningkatnya temperatur sinter rerata diameter kristallit menurun (6,88nm menjadi 4,10nm), akan tetapi rerata kerapatan dislokasi menaik (1,42 garis/mm<sup>2</sup> menjadi 9,9 garis/mm<sup>2</sup>). Namun rerata regangan mikro meningkat (13,56 % ke 31,56%) dengan temperatur naik pada bidang *hkl* (104), (110), (101), (003), dan (105). Berdasarkan hasil pengamatan spektrum dengan FTIR menunjukkan adanya pita yang ditemukan sekitar 549 cm<sup>-1</sup>, untuk getaran peregangan Li-O, yang menunjukkan pembentukan oktahedra  $\text{LiO}_6$ . Juga vibrasi karakteristik oksida logam Co-O, Ni-O, dan Fe-O masing-masing pada bilangan gelombang: 528-586, 580, dan 680 cm<sup>-1</sup>. Pengamatan strukturmikro menunjukkan ukuran mikron dengan permukaan tidak merata dan homogen. Komposisi unsur logam Ni, Fe, dan Co dianalisis dengan EDXS menunjukkan kandungan logam Ni, Fe, dan Co meningkat seiring dengan temperatur sinter dinaikkan.

## REFERENSI

- [1] R. Balaji, A. Sarkar, S. A. devi, L. S. Vandana and A. Selokar, "A novel design on high-capacity lithium-ion batteries prepared using advanced material: Leonite series," in *Materials Today: Proceedings*, New Delhi, 2020.
- [2] H. Huang, S. Yin and L. F. Nazar, "Approaching theoretical capacity of  $\text{LiFePO}_4$  at room temperature at high rates," *Electrochemical and Solid-State Letters*, vol. 4, no. 10, pp. 170-172, 2001.
- [3] W. Ahn, S. Lim and K. Jung, "Combustion-synthesized  $\text{LiNi}_{0.6}\text{Mn}_{0.2}\text{Co}_{0.2}\text{O}_2$  as cathode material for lithium ion batteries," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 609, no. 1, p. 143-149, 2014.
- [4] H. Chen, J. Dawson and J. Harding, "Effects of cationic substitution on structural defects in layered cathode materials  $\text{LiNiO}_2$ ," *Journal of Materials Chemistry A*, vol. 2, no. 1, p. 7988- 7996, 2014.
- [5] S. Komaba, S. Myung, N. Kumagai, T. Kanouchi, K. Oikawa and T. Kamiyama, "Hydrothermal synthesis of high crystalline orthorhombic  $\text{LiMnO}_2$  as a cathode material for Li-ion batteries," *Solid State Ionics*, vol. 152, no. 1, p. 311-318, 2002.
- [6] L. Yunjian, L. Xinhai and G. Huajun, "Electrochemical performance and capacity fading reason of  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ /graphite batteries stored at room temperature," *Journal of Power Sources*, vol. 189, no. 1, p. 721-725, 2009.



- [7] T. Ohzuku, I. Tari and T. Hirai, "Thermal gravimetric studies of manganese dioxide," *Electrochimica Acta*, vol. 27, no. 8, pp. 1049-1053, 1982.
- [8] R. Ibrahim, C. Ratri and E. Suwandi, Perubahan fasa dalam pembuatan serbuk LiFePO<sub>4</sub> dengan tiga tahap perlakuan panas tanpa pelapisan karbon, Tangerang: LIPI, 2016.
- [9] A. Oktavia, "Pembuatan dan karakterisasi LiMnPO<sub>4</sub> dengan metode solid state reaksi untuk katoda baterai ion litium," USU Press, Medan, 2019.
- [10] . S. Coenelius, M. Lutfhi , U. Soraya , W. Hendri and P. Agus, "Sintesa dan Karakterisasi Material LiNi<sub>0,7</sub>Co<sub>0,2</sub>Al<sub>0,1</sub>O<sub>2</sub>," *Jurnal JKPK*, vol. 4, no. 3, pp. 134-144, 2019.
- [11] R. Sathiyamoorthi and T. Vasudevan, "Synthesis Characterization and electrochemical behavior of LiNi<sub>x</sub>Ba<sub>x</sub>O<sub>2</sub> (x<sup>1/4</sup>0.0, 0.1, 0.2, 0.3 and 0.5) cathode materials," *Electrochemical Communication*, vol. 9, no. 1, pp. 416-424, 2007.
- [12] Y. Choi, S. Pyun and S. Moon, "Synthesis of LiNiO<sub>2</sub> powders by a sol-gel method, Conditions for neglecting space charge effects on distributions of point defects and I-V relations," *Solid State Ionics*, vol. 89, no. 1, pp. 43-52, 1994.
- [13] C. Nithya, V. S. Kumari and S. Gopukumar, "Synthesis of high voltage (4.9 V) cycling LiNi<sub>x</sub>Co<sub>y</sub>Mn<sub>1-x-y</sub>O<sub>2</sub> cathode materials for lithium rechargeable batteries," *Physical Chemical Journal*, vol. 13, no. 1, pp. 6125-6132, 2011.
- [14] M. Sebayang, "The microstructure of the radiation effect of the heat on the complete cable NYM," *Inovation in Polymer Science and Technology (IPST)*, Jakarta, 2020.
- [15] M. Sebayang, S. Gideon and J. Panjaitan , "PENGARUH PERLAKUAN PANAS TERHADAP KABEL PVC," *Majalah Polimer Indonesia*, vol. 18, no. 1, pp. 9-13, 2015.
- [16] M. Sebayang, S. Gideon and M. Sianturi, "Pengaruh Efek Radiasi Panas Kabel Nym Khususnya Selubung Dan Isolasi Pada Gedung Kantor Yang Terbakar," UKI, Jakarta, 2020.
- [17] D. Alamsyah, A. J. Zulfikar and M. Y. R. Siahaan, "Optimasi Kekuatan Tekan Beton Kolom Silinder Diperkuat Selubung Komposit Laminat Jute Dengan Metode Anova," *JOURNAL OF CIVIL ENGINEERING BUILDING AND TRANSPORTATION*, vol. 6, no. 1, pp. 30-36, 2022.
- [18] A. T. Muzakir, A. J. Zulfikar and M. Y. R. Siahaan, "Analisis Kekuatan Tekan Beton Kolom Silinder Diperkuat Komposit Hibrid Laminat Jute E-Glass Epoksi," *JOURNAL OF CIVIL ENGINEERING BUILDING AND TRANSPORTATION*, vol. 6, no. 1, pp. 12-19, 2022.
- [19] N. Hidayat, A. J. Zulfikar and M. Y. R. Siahaan, "Analisis Kekuatan Tekan Struktur Beton Kolom Silinder Diperkuat Komposit Laminat Hibrid Jute E-glass Epoksi Eksperimental dan ANOVA," *JOURNAL OF CIVIL ENGINEERING BUILDING AND TRANSPORTATION*, vol. 6, no. 1, pp. 37-44, 2022.
- [20] M. Yuhazri, A. Zulfikar and A. Ginting, "Fiber Reinforced Polymer Composite as a Strengthening of Concrete Structures: A Review," in *International Conference in Industry and Manufacture Engineering*, Medan, 2020.
- [21] A. J. Zulfikar, "The Flexural Strength of Artificial Laminate Composite Boards made from Banana Stems," *Budapest International Research in Exact Sciences (BirEx) Journal*, vol. 2, no. 3, pp. 334-340, 2020.