

Sintesis $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ Terdoping Co, Ni, Cr dan Aplikasinya sebagai Katoda Baterai Litium

Dyah Purwaningsih

12/336309/SPA/00424

INTISARI

Tujuan dari penelitian ini adalah: (1) Mempelajari karakter fisik senyawa turunan $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ dengan teknik refluks pada temperatur rendah dilanjutkan metode *solid-state* sederhana; (2) Mempelajari pengaruh temperatur kalsinasi dan rasio mol Li/Mn terhadap ukuran partikel, morfologi, konduktivitas dan struktur mikro LiMn_2O_4 ; dan (3) Mempelajari pengaruh antara kuantitas dan jenis $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ (M: Co, Ni dan Cr) terhadap ukuran partikel, morfologi, konduktivitas dan struktur mikro LiMn_2O_4 .

Penelitian ini mengembangkan sintesis $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ dengan refluks. $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ yang direfluks selama 10 jam pada suhu 120°C hingga terbentuk $\beta\text{-MnO}_2$. Doping Co, Ni dan Cr dilakukan dengan metode *solid state* dengan LiOH hingga terbentuk $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$. Analisis struktur mikro $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ dilakukan terhadap data XRD powder dengan metode *two-stage* menggunakan program FullProf yang terdapat dalam WinPlotR dan Program Oscail serta terhadap data energi ikat dari XPS. Morfologi $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ dipelajari dengan SEM-EDX, TEM dan SAA. Uji stabilitas termal dilakukan dengan TGA/DTA. Konduktivitas ionik dan elektronik dipelajari dari data LCR meter. Kapasitas spesifik $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ sebagai katoda baterai litium diuji menggunakan *eight channel battery analyzer*.

Hasil penelitian menunjukkan sintesis $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ telah berhasil dilakukan dengan refluks dilanjutkan dengan metode *solid-state*. Suhu optimal kalsinasi adalah 750°C . Karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa LiMn_2O_4 memiliki struktur kristal kubik dengan grup ruang $Fd\text{-}3m$. Program CheckCell dalam WinPlotr mengindikasikan bahwa peningkatan rasio mol Li/Mn tidak mengakibatkan terjadinya perubahan struktur kristal $\text{Li}_{1+x}\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ adalah $Fd\text{-}3m$. Doping Co, Ni dan Cr pada $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ ($x = 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10$) tidak mengubah struktur kristal kubik $Fd\text{-}3m$. Semua kristal yang terbentuk adalah polikristal dengan ukuran 100-450 nm. Karakterisasi struktur mikro $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ dengan metode *two-stage* menunjukkan terjadinya penyusutan nilai parameter kisi dan volume sel. Konduktivitas $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ merupakan konduktivitas ionik dengan nilai kapasitansi untuk LiMn_2O_4 ; $\text{Li}_{1,08}\text{Mn}_{1,92}\text{O}_4$; $\text{LiCo}_{0,08}\text{Mn}_{0,92}\text{O}_4$; $\text{LiNi}_{0,08}\text{Mn}_{0,92}\text{O}_4$ dan $\text{LiNi}_{0,06}\text{Mn}_{0,94}\text{O}_4$ berturut-turut adalah $2,87 \times 10^{-11} \text{ F}$; $9,93 \times 10^{-9} \text{ F}$; $7,61 \times 10^{-8} \text{ F}$; $1,13 \times 10^{-8} \text{ F}$; dan $1,07 \times 10^{-8} \text{ F}$. Nilai kapasitas spesifik baterai pada voltase 4799,7 mV pada LiMn_2O_4 ; $\text{Li}_{1,08}\text{Mn}_{1,92}\text{O}_4$; $\text{LiCo}_{0,1}\text{Mn}_{1,9}\text{O}_4$; $\text{LiNi}_{0,1}\text{Mn}_{1,9}\text{O}_4$; dan $\text{LiCr}_{0,1}\text{Mn}_{1,9}\text{O}_4$ berturut-turut adalah $88,62 \text{ mAh.g}^{-1}$; $2,73 \text{ mAh.g}^{-1}$; $89,39 \text{ mAh.g}^{-1}$; $85,15 \text{ mAh.g}^{-1}$; dan $1,48 \text{ mAh.g}^{-1}$.

Kata Kunci: $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$, *solid-state*, teknik refluks, metode *two-stage* konduktivitas ionik, kapasitas spesifik.

Synthesis of Co, Ni, Cr-Doped $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ and Its Application as Lithium-Ion Battery Cathode

Dyah Purwaningsih

12/336309/SPA/00424

ABSTRACT

The aims of this research are: (1) studying physical characteristics of $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ derivative compounds with reflux technique at low temperature followed by simple solid-state method; (2) studying the influence of temperature of calcination and Li/Mn mol ratio on particle size, morphology, conductivity and microstructure of LiMn_2O_4 ; and (3) studying the effect of quantity and type of $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ (M: Co, Ni and Cr) on particle size, morphology, conductivity and microstructure of LiMn_2O_4 .

This research developed the synthesis of $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ with reflux followed by simple-solid method. The mixture consisting of $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ were refluxed for 10 hours at 120°C to form $\beta\text{-MnO}_2$. The doping of Co, Ni and Cr was carried out using solid state method with LiOH to form $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$. The instruments included XRD, SEM-EDX, XPS, TEM, SAA, TG/DTA, FTIR, LCR meter and eight-channel battery analyzer. Microstructure analysis of $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ was carried out on XRD powder data by two-stage method using FullProf program integrated in WinPlotR and Oscail Program as well as on binding energy data from XPS. The morphology of $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ was studied with SEM-EDX, TEM and SAA. The thermal stability was tested with TG/DTA, the electrical conductivity was studied by the LCR meter data. The specific capacity of $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ as lithium-ion battery cathode was tested using an eight-channel battery analyzer.

The results showed that the synthesis of $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ was successfully carried out by reflux. The optimum temperature of calcination is 750°C . XRD characterization shows that LiMn_2O_4 has a cubic crystal structure with $Fd\text{-}3m$ space group. By using the CheckCell in the WinPlotr, the increase of Li/Mn mole ratio does not change the LiMn_2O_4 crystal structure. The doping of Co, Ni and Cr on $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ ($x = 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10$) does not change the cubic crystal structure of $Fd\text{-}3m$. All the formed crystals are polycrystals with the size of 100-450 nm. Characterization of $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ microstructure by two-stage method shows the shrinkage of lattice parameter and cell volume. Conductivity of $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ is ionic, the capacitance value for LiMn_2O_4 is 2.87×10^{-11} F and for $\text{Li}_{1,08}\text{Mn}_{1,92}\text{O}_4$; $\text{LiCo}_{0,08}\text{Mn}_{0,02}\text{O}_4$; $\text{LiNi}_{0,08}\text{Mn}_{0,02}\text{O}_4$ and $\text{LiCr}_{0,06}\text{Mn}_{0,04}\text{O}_4$ are 9.93×10^{-9} F; 7.61×10^{-8} F; 1.13×10^{-8} F; 1.07×10^{-8} F respectively. The specific battery capacity at a voltage of 4799.7 mV for LiMn_2O_4 ; $\text{Li}_{1,08}\text{Mn}_{1,92}\text{O}_4$; $\text{LiCo}_{0,1}\text{Mn}_{1,9}\text{O}_4$; $\text{LiNi}_{0,1}\text{Mn}_{1,9}\text{O}_4$ and $\text{LiCr}_{0,1}\text{Mn}_{1,9}\text{O}_4$ are 88.62 mAh.g^{-1} ; 2.73 mAh.g^{-1} ; 89.39 mAh.g^{-1} ; 85.15 mAh.g^{-1} ; and 1.48 mAh.g^{-1} respectively.

Keywords: $\text{LiM}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$, *solid-state*, reflux, *two-stage* method, ionic conductivity, specific capacity.



UNIVERSITAS
GADJAH MADA

Sintesis $\text{LiMxMn}_2\text{-xO}_4$ Terdoping Co, Ni, Cr dan Aplikasinya sebagai Katoda Baterai Litium
DYAH PURWANINGSIH, Drs. Roto, M.Eng., Ph.D.

Universitas Gadjah Mada, 2018 | Diunduh dari <http://etd.repository.ugm.ac.id/>