BAB IV

DATA DAN ANALISA

4.1 Komposisi Slurry Katoda dan Anoda

Slurry akan dituangkan diatas aluminium foil untuk proses *coating*. Aluminium foil yang digunakan berukuran lebar 15 cm. Bagian lebar yang terlapisi oleh *slurry* hanya 13 cm saja. Pembuatan anoda dilakukan dengan cara yang sama dengan menggunakan bahan aktif grafit. *Copper foil* yang digunakan berukuran lebar 25 cm. Bagian lebar yang terlapisi oleh *slurry* hanya 13 cm saja. Massa jenis dari pelarut NMP sebesar 1,028 gr/ml.

Berikut ini adalah komposisi dari bahan aktif katoda/anoda, pengikat PVDF dan karbon konduktif super P yang digunakan untuk membuat *slurry* dan melapisi foil dengan ukuran 160 cm x 13 cm:

Tabel 4.1 Komposisi slurry anoda

BAHAN	RASIO	JUMLAH (gr)
Grafit	0,8	29,04
Super P	0,1	3,63
PVDF	0,1	3,63
Total Sol	id Content	36,3
(gr)		

 Tabel 4.2 Perhitungan Jumlah Pelarut NMP Anoda

FASE	RASIO	JUMLAH (ml)
Solid	0,3	36,3
Liquid (NMP)	0,7	84,7

Tabel 4.3 Komposisi slurry katoda

BAHAN	RASIO	JUMLAH (gr)
NMC541	0,9	39,6
Super P	0,05	2,2
PVDF	0,05	2,2
Total Sol	id Content	44
(gr)		

FASE	RASIO	JUMLAH (ml)
Solid	0,3	44
Liquid (NMP)	0,7	102,67

Tabel 4.4 Perhitungan Jumlah Pelarut NMP Katoda

Dalam pembuatan katoda digunakan rasio bahan aktif lebih tinggi yaitu 9:0,05:0,05 sedangkan untuk anoda grafit rasio komposisi *slurry* yang digunakan adalah 8:1:1 karena dari penelitian sebelumnya menghasilkan baterai dengan performa yang baik (Yuan, et al., 2022). Masing-masing komposisi di aduk menggunakan *vacuum mixer*. Dalam melakukan proses *mixing* urutan pengadukan juga menentukan hasil. Pada penelitian ini PVDF dan NMP di aduk terlebih dahulu sampai terlarut sekitar 45 menit. Setelah PVDF larut, di tambahkan super P dan di aduk sampai larut sekitar 15 menit, terakhir dimasukan bahan aktif dan dimulai pengadukan selama 2 jam. Setelah selesai proses *mixing* kemudian *slurry* yang terbentuk harus segera di*coating*-kan.

4.2 Analisa Data LCR

Konduktivitas adalah nilai yang mempengaruhi perpindahan ion litium dari anoda ke katoda (*discharge*) dan dari katoda ke anoda (*charge*). Jika konduktivitas materialnya bagus, transfer ion litium akan cepat. Sebaliknya, jika konduktivitas material buruk, transfer ion litium akan lambat (Purwamargapratala, Sari, & Kartini, 2021).

Lembaran katoda yang terbentuk kemudian di uji LCR untuk mengetahui konduktivitasnya dengan variasi frekuensi pengujian 42 Hz - 1 MHz dan *probe* jepit dengan luas area 0,785 cm² pada suhu ruangan. Untuk setiap elektroda dilakukan dua kali pengukuran. Pengukuran LCR ditunjukan pada gambar dibawah ini:



Gambar 4.1 Pengukuran LCR

Perhitungan nilai konduktivitas di tentukan dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\sigma = G \frac{l}{A}$$

Keterangan:

 σ = Konduktivitas (Siemens/cm) G = Konduktansi (Siemens) l = Tebal elektroda (cm)A = Luas area (cm²)-3,48 Log Konduktivitas (S.Cm⁻¹) -3,49 -3,5 -3,51 -3,52 -3,53 (Run 2) γ = 0,0002x - 3,5300 (Run 1) γ = 0,0004x - 3,5353 -3,54 3 2 4 5 6 7 1 Log F (Hz)

Gambar 4.2 Hasil pengukuran LCR katoda

Dari hasil pengukuran konduktansi katoda menggunakan alat HIOKI LCR sebanyak dua kali didapat nilai sebesar 0,0002915 dan 0,0002951 S.cm⁻¹ dengan rerata nilai konduktansi sebesar 0,0002933 S.cm⁻¹. Ketebalan katoda

double side coated yang diukur sebesar 0,0228 cm. Dibawah ini adalah cara menghitung nilai konduktivitasnya:



Gambar 4.3 Hasil pengukuran LCR anoda

Dari hasil pengukuran konduktansi anoda menggunakan alat HIOKI LCR sebanyak dua kali didapat nilai sebesar 0,0121507 dan 0,0118741 S.cm⁻¹ dengan rerata nilai konduktansi sebesar 0,0120124 S.cm⁻¹. Ketebalan anoda *double side coated* yang diukur sebesar 0,0181 cm.

$$\log_{10} \sigma = -1,9154$$

$$\sigma = 10^{-1,9154}$$

$$\sigma = 0,0121507 \text{ S. } cm^{-1}$$

$$\log_{10} \sigma = -1,9254$$

$$\sigma = 10^{-1,9254}$$

$$\sigma = 0,0118741 \text{ S. } cm^{-1}$$

4.3 Analisa Data Cyclic Voltammetry (CV)

Untuk menyelidiki penyisipan dan pelepasan Li-ion dalam sel sampel, pengujian cyclic voltammetry (CV) dilakukan dalam rentang tegangan 2,5 hingga 4,3 V pada scan rate 60 μ V/s. Pada grafik CV terdiri atas dua puncak, yaitu puncak oksidasi pada daerah arus positif dan puncak reduksi pada daerah arus negatif. Pada saat charging terjadi proses interkalasi (proses oksidasi) dimana ion-ion lithium bergerak dari katoda ke anoda. Sedangkan, pada saat discharging ion-ion lithium bergerak dari anoda ke katoda, yaitu terjadinya proses de-interkalasi (proses reduksi).

Hasil pengujian *Cyclic Voltammetry* disajikan dalam bentuk grafik hubungan antara tegangan dengan arus pengujian.



Gambar 4.4 Hasil CV NMC541-6x5

Gambar diatas menunjukan hasil CV NMC541-6x5, arus anodik tertinggi ketika mencapai puncak oksidasi (E_{pa}) sebesar 4,2956 V. Setelah mengalami oksidasi arus akan turun dan berbalik menuju negatif untuk melakukan proses reduksi. Proses reduksi terjadi pada arus katodik, dengan puncak reduksi (E_{pc}) sebesar 3,4836 V. Hal ini dilakukan beberapa siklus untuk mengetahui kestabilan dari hasil yang didapat. Selisih potensial (ΔE) yang biasa disebut juga jarak interkalasi menandakan cepat lambatnya transfer ion lithium dalam elektrolit. Hal tersebut dapat mempengaruhi kapasitas spesifik baterai. Selisih potensial atau jarak interkalasi yang didapat pada sampel dengan ukuran 6x5 cm sebesar 0,8120 V.



Gambar 4.5 Waktu pengujian CV NMC541-6x5

Gambar 4.5. menunjukan total waktu yang digunakan selama pengujian CV sampel 6x5 adalah sekitar 58,3 Jam. Selisih potensial dari peristiwa oksidasi dan reduksi menunjukkan reversibilitas material baterai. Selisih potensial tegangan (ΔE) secara kualitatif menentukan tingkat reversibilitas dan kinetik ion Li saat transfer muatan. Nilai ΔE yang semakin kecil mengindikasikan reversibilitas yang lebih baik dan kinetik transfer ion yang tinggi saat interkalasi dan deinterkalasi.



Gambar 4.6 Hasil CV NMC541-6x6

Gambar diatas menunjukan hasil CV NMC541-6x6, arus anodik tertinggi ketika mencapai puncak oksidasi (Epa) sebesar 4,2997 V. Setelah mengalami oksidasi arus akan turun dan berbalik menuju negatif untuk melakukan proses reduksi. Proses reduksi terjadi pada arus katodik, dengan puncak reduksi (E_{pc}) sebesar 3,4561 V. Hal ini dilakukan beberapa siklus untuk mengetahui kestabilan dari hasil yang didapat. Selisih potensial (ΔE) atau jarak interkalasi yang didapat pada sampel dengan ukuran 6x6 cm sebesar 0,8436 V. Gambar 4.7. menunjukan total waktu yang digunakan selama penguian CV sampel 6x6 adalah sekitar 72,2 Jam.



Gambar 4.8 Hasil CV NMC541-6x7

Gambar diatas menunjukan hasil CV NMC541-6x7, arus anodik tertinggi ketika mencapai puncak oksidasi (E_{pa}) sebesar 4,2994 V. Setelah mengalami oksidasi arus akan turun dan berbalik menuju negatif untuk melakukan proses reduksi. Proses reduksi terjadi pada arus katodik, dengan puncak reduksi (E_{pc}) sebesar 3,4298 V. Hal ini dilakukan beberapa siklus untuk mengetahui kestabilan dan memastikan hasil yang didapat. Terlihat bahwa terjadi degradasi pada sel baterai yang ditandai dengan tidak bertumpuknya garis pada hasil CV, degradasi atau penurunan performa baterai terjadi karena meningkatnya hambatan dalam baterai (Rct) seperti yang ditunjukan pada referensi (Li, Zhang, Dongyan, & Yan, 2020). Garis dengan tegangan dibawah 2,5 V muncul karena mula mulanya baterai berada pada kondisi tegangan yang rendah. Hal lain yang kemungkinan mempengaruhi hasil adalah kontak antara elektroda, separator dan elektrolit didalam baterai yang kurang baik. Selisih potensial (ΔE) atau jarak interkalasi yang didapat pada sampel dengan ukuran 6x7 cm sebesar 0,8696 V. Gambar 4.9. menunjukan waktu yang digunakan selama penguian CV sampel 6x7 adalah sekitar 75 Jam.



Gambar 4.9 Waktu pengujian CV NMC541-6x7

Kode Sampel	Epa (V)	Epc (V)	ΔE (V)
NMC541-6x5	4,2956	3,4836	0,8120
NMC541-6x6	4,2997	3,4561	0,8436
NMC541-6x7	4,2994	3,4298	0,8696

Tabel 4.5 Hasil Uji Cyclic Voltammetry NMC

Berdasarkan Tabel 4.5 terlihat bahwa sampel NMC541-6x5 memiliki nilai ΔE paling rendah sehingga tingkat reversibilitas dan kinetik ion Li saat transfer muatan terbilang lebih baik daripada sampel lain. Karena material yang digunakan sama, maka puncak anodik dan katodiknya cenderung sama, pengujian ini mengonfirmasi hal tersebut sekaligus menunjukan pengaruh dimensi terhadap nilai ΔE .

4.4 Analisa Data Charge-Discharge (CD)

Profil *charge/discharge* yang digunakan dan waktu yang dibutuhkan berbeda beda untuk setiap pabrikan baterai. Secara umum proses ini membutuhkan waktu beberapa jam sampai satu hari untuk selesai karena *charge/discharge* dilakukan pada laju arus yang lambat berkisar 0,1C sampai 0,2C (Warner, 2019). Pengukuran dilakukan dalam tegangan *cut-off* 2,8-4,6V dan laju pengisian/pengosongan 0,1C. Semua baterai diuji *chargedischarge* pertama kali menggunakan arus 0,0947 A atau 0,1C dengan menggunakan perhitungan kapasitas teoritis NMC532 yang paling mendekati NMC541. Kapasitas teoritis NMC532 bervariasi dari berbagai sumber berkisar 160-186,675 mAh.g⁻¹. Ini dilakukan untuk mengetahui kapasitas *discharge* maksimum yang dimiliki oleh setiap sampel, sehingga perhitungan *C-rate* dapat dilakukan sesuai kapasitasnya masing-masing.

Dibawah ini adalah hasil pengujian *charge-discharge* untuk sampel NMC541-6x5:

Cycle	Cap Chg	Cap Dchg	Efficiency
	(mAh.g ⁻¹)	(mAh.g ⁻¹)	(%)
1	323,890	171,418	52,924
2	177,222	162,320	91,591
3	158,915	153,760	96,756

Tabel 4.6 Hasil charge discharge 3 siklus pertama NMC541-6x5

Untuk sampel NMC541-6x5 pada tahap *charging* siklus pertama mampu mencapai kapasitas *charge* sebesar 323,890 mAh.g⁻¹, kapasitas *discharge* hanya 171,418 mAh.g⁻¹, dengan efisiensi 52,924%. Nilai efisiensi tertinggi dicapai pada siklus ke-3 yakni sebesar 96,756 %.



Gambar 4.10 Charge discharge 3 siklus pertama NMC541-6x5.

Kapasitas pengisian daya atau efisiensi Coulombic (CE) sebagai parameter baterai untuk memantau besarnya reaksi samping, telah menjadi perhatian besar dalam beberapa tahun terakhir (Yang, Wang, Zhao, Tsui, & Bae, 2018). Efisiensi pengisian/pengosongan adalah rasio energi yang dapat dikeluarkan dari baterai (kapasitas *discharge*) dibagi dengan energi yang dapat dimasukkan (kapasitas *charge*) (Sudaryanto, Purwamargapratala, Yulianti, Honggowiranto, & Kartini., 2020).

Hasil *charge-discharge* pada siklus pertama biasanya memiliki efisiensi yang rendah karena baterai belum stabil. Karena itu pada siklus kedua dan ketiga dapat dilihat seperti gambar di bawah nilai kapasitas *charge* semakin mendekati nilai kapasitas *discharge*, sehingga nilai efisiensi meningkat. Umum nya baterai di uji ratusan bahkan ribuan siklus.



Gambar 4.11 Kapasitas spesifik dan efisiensi 3 siklus pertama NMC541-6x5.



Dibawah ini adalah hasil pengujian *charge-discharge* untuk sampel

Gambar 4.12 Charge discharge 3 siklus pertama NMC541-6x6

Untuk sampel NMC541-6x6 pada tahap *charging* siklus pertama mampu mencapai kapasitas *charge* sebesar 145,467 mAh.g⁻¹, kapasitas *discharge* hanya 40,772 mAh.g⁻¹, dengan efisiensi 28,029%. Nilai efisiensi ini 50% lebih rendah dari sampel NMC541-6x5 siklus pertama. Pada siklus kedua dan ketiga sampel NMC541-6x6 juga menunjukan hal yang sama, nilai kapasitas *charge* dan *discharge* mulai mendekati dan efisiensi juga meningkat. Nilai efisiensi siklus ke-3 sebesar 78,621%.



Gambar 4.13 Kapasitas spesifik dan efisiensi 3 siklus pertama NMC541-6x6

Cycle	Cap Chg (mAh.g ⁻¹)	Cap Dchg (mAh.g ⁻¹)	Efficiency (%)
1	145,467	40,772	28,029
2	48,163	34,554	71,744
3	40,753	32,040	78,621

Tabel 4.7 Hasil charge discharge 3 siklus pertama NMC541-6x6

Dibawah ini adalah hasil pengujian *charge-discharge* untuk sampel NMC541-6x7:



Gambar 4.14 Charge discharge 3 siklus pertama NMC541-6x7

Sampel NMC541-6x7 pada tahap *charging* siklus pertama mencapai kapasitas *charge* sebesar 27,425 mAh.g⁻¹, kapasitas *discharge* hanya 3,880 mAh.g⁻¹, dengan efisiensi 14,148 %. Nilai efisiensi ini 73% lebih rendah dari sampel NMC541-6x5 siklus pertama. Pada siklus kedua dan ketiga sampel NMC541-6x7 juga menunjukan hal yang sama yakni nilai kapasitas *charge* dan *discharge* mulai mendekati dan efisiensi juga meningkat, walaupun masih lebih kecil dibandingkan dua sampel lainnya. Nilai efisiensi terbesar dicapai pada siklus ke-3 yaitu 44,406 %.



Gambar 4.15 Kapasitas spesifik dan efisiensi 3 siklus pertama NMC541-6x7

Cycle	Cap Chg (mAh.g ⁻¹)	Cap Dchg (mAh.g ⁻¹)	Efficiency (%)
1	27,425	3,880	14,148
2	11,854	4,548	38,364
3	11,356	5,042	44,406

Tabel 4.8 Hasil charge discharge 3 siklus pertama NMC541-6x7

4.4.1 Analisa Data Charge Discharge Siklus Panjang

Pengujian *charge-discharge* telah dilakukan sebelumnya sebanyak 3 siklus dengan rentang tegangan 2,8 – 4,6 V dengan arus 0,1C sebesar 0,0947A. Setelah diketahui hasilnya, pengujian *chargedischarge* dilakukan kembali dengan nilai arus 0,1C berdasarkan kapasitas maksimal dari 3 siklus pertamanya, yaitu sebesar 0,0868A untuk NMC541-6x5 sebanyak 50 siklus, untuk mengetahui degradasi yang terjadi pada baterai ketika digunakan dalam waktu yang lama. Arus yang digunakan pada pengujian panjang ini berbeda-beda sesuai pengujian 3 siklus pertama. Sampel NMC541-6x5 diuji 50 siklus dengan rentang 2,8 – 4,3 Volt dengan arus 0,0868A atau 0,1C berdasarkan pengujian 3 siklus pertama. Rentang voltase yang digunakan menyesuaikan dengan puncak anodik (oksidasi) yang didapatkan dari pengujian CV. Dibawah ini adalah grafik hasil *charge-discharge* sebanyak 50 siklus.



Gambar 4.17 Kapasitas spesifik dan efisiensi 50 siklus NMC541-6x5

Dari data diatas terlihat bahwa semakin tinggi siklus pengujian maka nilai kapasitas *charge* maupun *discharge* terlihat menurun secara bersama sama. Nilai efisiensi terlihat cukup konstan mendekati 100%, meskipun pada siklus pertama, nilai kapasitas *charge* lebih kecil dari pada kapasitas *discharge* sehingga nilai efisiensi yang didapat melebihi angka 100% yakni 125,9%. Hal ini terjadi karena kondisi baterai mula mula berada pada tegangan yang cukup tinggi mendekati batas *cut off voltage* 4,3V, sehingga kapasitas saat *charge* yang tercatat kecil, kemudian langsung memasuki tahap *discharge*. Dibawah ini adalah tabel yang menunjukan dengan lengkap nilai kapasitas *charge-discharge* dan efisiensinya untuk setiap siklus. **Tabel 4.9** Hasil 50 siklus CD NMC541-6x5

Cycle	Cap Chg	Cap Dchg	Efficiency
	(mAh/g)	(mAh/g)	(%)
1	73,690	92,792	125,922
2	95,053	92,399	97,208
3	89,203	87,651	98,260
4	85,804	84,317	98,267
5	84,983	83,971	98,810
6	86,351	85,699	99,245
7	86,817	84,816	97,696
8	81,671	81,707	100,045
9	84,719	83,647	98,734
10	80,298	78,703	98,013
11	81,573	81,190	99,530
12	82,022	80,081	97,634
13	75,723	75,953	100,304
14	79,733	78,903	98,960
15	75,645	74,205	98,097
16	76,205	75,928	99,637
17	77,040	75,731	98,301
18	72,282	71,501	98,919
19	71,678	70,989	99,039
20	70,980	69,971	98,578
21	68,498	68,197	99,561
22	71,695	71,020	99,059
23	71,699	69,980	97,603
24	66,252	66,446	100,293
25	69,942	69,028	98,693
26	69,501	67,969	97,796
27	64,660	64,623	99,943
28	67,481	66,845	99,058
29	67,382	66,039	98,008
30	62,599	62,343	99,591
31	65,373	64,977	99,394
32	65,556	64,699	98,693
33	61,155	60,197	98,435
34	62,628	62,611	99,973
35	63,498	62,831	98,950
36	60,133	58,979	98,081
37	58,344	58,630	100,490
38	61,902	61,087	98,683



Gambar 4.18 Trend Kapasitas NMC541-6x5

Dengan menggunakan Ms.Excel bisa kita munculkan *trendline* dari data kapasitas *discharge* spesifik yang ada. Didapat persamaan polinom berderajat tiga, $Y=-0,0001X^3+0,0173X^2-1,3793X+92,7559$. Persamaan ini bisa kita gunakan untuk memperkirakan pada siklus keberapa baterai ini akan habis dan tidak bisa digunakan kembali. Nilai Y melambangkan kapasitas dalam mAh.g⁻¹ dan nilai X melambangkan siklus. Pada siklus ke-122 maka sisa kapasitas yang dimiliki adalah 0,389 mAh.g⁻¹.

Sampel NMC541-6x6 diuji 50 siklus dengan rentang 2,8 – 4,3 Volt dengan arus 0,0206 A atau 0,1C berdasarkan pengujian 3 siklus pertama. Dibawah ini adalah grafik hasil *charge-discharge* sebanyak 50 siklus.



Gambar 4.19 Hasil CD 50 Siklus NMC541-6x6



Gambar 4.20 Kapasitas spesifik dan efisiensi 50 siklus NMC541-6x6

Gambar diatas menunjukan bahwa nilai kapasitas *charge* yang dimiliki oleh NMC541-6x6 tidak berbeda jauh dari kapasitas *discharge*-nya, sehingga nilai efisiensinya berada di sekitar 80-90%. Hal yang diduga menjadi penyebab rendahnya nilai kapasitas adalah karena kontak antara elektroda, elektrolit dan separator yang kurang baik, semakin jauh jarak antara *current collector* sehingga semakin besar hambatan yang harus dilalui. Tabel 4.10 menunjukan detailnya.

Cycle	Cap Chg	Cap Dchg	Efficiency
	(mAh/g)	(mAh/g)	(%)
1	31,166	25,651	82,304
2	32,160	24,426	75,953
3	29,444	23,524	79,896
4	24,910	20,111	80,735
5	23,718	20,131	84,877
6	23,540	19,065	80,990
7	18,489	16,398	88,688
8	20,683	17,594	85,065

Tabel 4.10 Hasil 50 siklus CD NMC541-6x6

9	17,600	14,880	84,542
10	17,008	14,997	88,176
11	17,731	15,396	86,829
12	14,989	12,884	85,955
13	13,268	12,076	91,015
14	15,436	13,526	87,630
15	15,124	12,837	84,880
16	11,808	10,822	91,656
17	13,324	11,925	89,497
18	13,494	11,906	88,227
19	13,166	11,294	85,778
20	10,213	9,268	90,753
21	9,558	8,990	94,060
22	11,378	10,167	89,362
23	11,204	10,014	89,381
24	10,208	8,933	87,507
25	8,162	7,476	91,590
26	7,654	7,242	94,611
27	9,194	8,412	91,488
28	9,381	8,498	90,579
29	9,193	8,334	90,660
30	7,693	6,843	88,944
31	6,753	6,244	92,463
32	6,409	5,932	92,565
33	7,302	6,911	94,643
34	7,836	7,173	91,540
35	7,817	7,157	91,553
36	7,707	7,054	91,535
37	6,375	5,746	90,129
38	5,790	5,386	93,017
39	5,556	5,157	92,810
40	5,650	5,417	95,872
41	6,562	6,044	92,097
42	6,621	6,091	91,995
43	6,589	6,037	91,621
44	6,429	5,908	91,897
45	5,522	4,952	89,680
46	4,774	4,470	93,626
47	4,544	4,271	93,988
48	4,562	4,278	93,765
49	4,852	4,629	95,407
50	5,366	4,965	92,534
AVG	11,878	10,349	89,487



Gambar 4.21 Trend Kapasitas NMC541-6x6

Dengan menggunakan Ms.Excel bisa kita munculkan *trendline* dari data kapasitas *discharge* spesifik yang ada. Didapat persamaan Y=-0,0003X³+0,0347X²-1,3884X+26,251. Persamaan ini bisa kita gunakan untuk memperkirakan pada siklus keberapa baterai ini akan habis dan tidak bisa digunakan kembali. Nilai Y melambangkan kapasitas dalam mAh.g⁻¹ dan nilai X melambangkan siklus. Setelah dihitung didapati bahwa pada siklus ke-65 maka sisa kapasitas yang dimiliki sebesar 0,225 mAh.g⁻¹.

Sampel NMC541-6x7 diuji 50 siklus dengan rentang 2,8 – 4,3 Volt dengan arus 0,0126A atau 0,5C berdasarkan pengujian 3 siklus pertama. Nilai arus 0,1C sebesar 0,0025A terlalu kecil untuk diinput pada mesin *charge discharge* yang digunakan, karena nilai arus minimum yang bisa di input adalah 0,01A atau 10 mA. Hal ini terjadi karena terlalu kecilnya kapasitas baterai yang dihasilkan Dibawah ini adalah grafik hasil *charge-discharge* sebanyak 50 siklus.



Gambar 4.22 Hasil CD 50 Siklus NMC541-6x7



Gambar 4.23 Kapasitas spesifik dan efisiensi 50 siklus NMC541-6x7

Dari gambar diatas terlihat bahwa nilai kapasitas *charge* yang dimiliki oleh NMC541-6x7 selalu lebih besar dari kapasitasi *discharge*-nya, sehingga nilai efisiensinya hanya berada di sekitar 50%, bahkan lebih rendah lagi pada 10 siklus pertamanya. Salah satu hal yang diduga menjadi penyebab rendahnya nilai kapasitas adalah karena kontak antara elektroda, elektrolit dan separator yang kurang baik dan juga kemungkinan disebabkan oleh adanya gas didalam baterai karena tindak menggunakan mesin *vacuum sealing* saat proses assembly karena mesinnya rusak, hipotesis lain adalah semakin jauh jaraknya maka semakin besar hambatan dan jarak difusi yang harus dilalui.

Dibawah ini adalah tabel yang menunjukan dengan lengkap nilai kapasitas *charge-discharge* dan efisiensinya untuk setiap siklus.

Cycle	Cap Chg (mAh/g)	Cap Dchg (mAh/g)	Efficiency (%)
1	13,656	0,230	1,684
2	0,742	0,204	27,541
3	0,620	0,200	32,250
4	0,563	0,198	35,213
5	0,538	0,198	36,780
6	0,503	0,196	39,006
7	0,475	0,195	41,038
8	0,451	0,194	42,883

Tabel 4.11 Hasil 50 siklus CD NMC541-6x7

9	0,436	0,192	44,128
10	0,427	0,191	44,830
11	0,417	0,190	45,608
12	0,409	0,189	46,338
13	0,401	0,188	47,004
14	0,393	0,188	47,676
15	0,385	0,186	48,378
16	0,379	0,185	48,915
17	0,373	0,185	49,454
18	0,365	0,183	50,199
19	0,360	0,182	50,584
20	0,356	0,181	50,929
21	0,352	0,180	51,204
22	0,348	0,180	51,583
23	0,345	0,179	51,811
24	0,341	0,178	52,157
25	0,337	0,177	52,459
26	0,333	0,176	52,798
27	0,329	0,175	53,142
28	0,326	0,174	53,265
29	0,323	0,173	53,534
30	0,321	0,172	53,657
31	0,319	0,171	53,628
32	0,317	0,170	53,709
33	0,315	0,170	53,857
34	0,309	0,169	54,506
35	0,307	0,168	54,568
36	0,305	0,167	54,707
37	0,303	0,166	54,701
38	0,303	0,165	54,512
39	0,301	0,164	54,508
40	0,300	0,163	54,474
41	0,299	0,163	54,397
42	0,298	0,162	54,236
43	0,297	0,161	54,156
44	0,297	0,160	53,989
45	0,295	0,160	54,018
46	0,294	0,159	54,101
47	0,292	0,158	54,209
48	0,291	0,157	54,105
49	0,289	0,157	54,126
50	0,288	0,156	54,222
AVG	0,632	0,178	48,816



Gambar 4.24 Trend Kapasitas NMC541-6x7

Dengan menggunakan Ms. Excel bisa kita munculkan trendline dari data kapasitas discharge spesifik yang ada. Didapat persamaan polinom berderajat tiga, $Y = -6x10^{-7}X^3 + 6x10^{-5}X^2 - 0,0026X + 0,213$. Persamaan ini menggunakan persamaan polinom berderajat tiga agar sama dengan sampel lainnya. Persamaan ini bisa kita gunakan untuk memperkirakan pada siklus keberapa baterai ini akan habis dan tidak bisa digunakan kembali. Nilai Y melambangkan kapasitas dalam mAh.g⁻¹ dan nilai X melambangkan siklus. Pada siklus ke-94 maka sisa kapasitas yang dimiliki sangat kecil sebesar 0,0004 mAh.g⁻¹, agar bisa dibandingkan kapasitas yang tersisa dibatasi 0,2-0,3 mAh.g⁻¹. Pada siklus kedua sampel ukuran 6x7, kapasitasnya sudah 0,208 mAh.g⁻¹. Dari Tabel 4.12 terlihat bahwa sampel NMC541-6x5 memiliki kapasitas dan efisiensi yang lebih baik dibandingkan sampel lain. Sampel 6x7 sudah menunjukan kapasitas yang kecil sejak awal sehingga pengujian CD 50 siklus ini terpaksa menggunakan nilai C rate yang berbeda mengikuti kemampuan, sehingga tidak bisa di bandingkan secara langsung dengan sampel lainnya,

Kode Sampel	Avg Cap Chg (mAh.g ⁻¹)	Avg Cap Dchg (mAh.g ⁻¹)	Avg Efficiency (%)	Life Cycle	Remaining Cap (mAh.g ⁻¹)
NMC541-6x5	69,586	69,188	99,436	122	0,389
NMC541-6x6	11,878	10,349	89,487	65	0,225
NMC541-6x7	0,632	0,178	48,816	2	0,208

Tabel 4.12 Tabulasi Pengujian Siklus Panjang NMC541

4.4.2 Analisa Data Charge Discharge Variasi C-Rate

Pengujian *charge discharge* dengan variasi arus dilakukan untuk mengetahui karakter baterai pada nilai arus berbeda. Uji ini dilakukan dengan sampel NMC541-6x5. *C-rate* 0,05 C, 0,10 C, 0,20 C, 0,30 C, 0,50 C atau sebesar 0,043, 0,086, 0,174, 0,260, 0,434 A digunakan sebanyak 3 siklus masing masing.



Gambar 4.25 Pengaruh C-rate terhadap kapasitas baterai

Seperti yang terlihat pada grafik diatas bahwa semakin tinggi *C-rate* yang digunakan maka nilai kapasitas yang dimiliki semakin menurun, pada 0,5C nilai kapasitas *discharge* yang didapat hanya sekitar 1,2–1,3 mAh,g⁻¹. Penurunan kapasitas karena meningkatnya arus kemungkinan disebabkan oleh menebalnya *solid electrolyte interface* (SEI). (Li, Zhang, Dongyan, & Yan, 2020). Gambar 4.26 dan Tabel 4.13 menunjukan penurunan kapasitas baterai seiring meningkatnya siklus dan arus.



Gambar 4.26 Pengaruh C-rate terhadap kapasitas spesifik dan efisiensi

Cycle	Current	Cap Chg	Cap Dchg	Efficiency
	(A)	(mAh/g)	(mAh/g)	(%)
1	0,043	76,924	76,470	99,409
2	(0,05C)	78,188	77,225	98,768
3		79,496	78,859	99,199
4	0,087	60,876	56,097	92,149
5	(0,10C)	58,573	57,566	98,281
6		57,739	56,668	98,146
7	0,174	35,148	28,670	81,570
8	(0,20C)	27,352	26,657	97,460
9		25,478	24,865	97,595
10	0,260	14,714	11,790	80,123
11	(0,30C)	11,897	11,882	99,869
12		12,238	12,215	99,810
13	0,434	3,136	1,217	38,801
14	(0,50C)	1,685	1,262	74,881
15		1,529	1,319	86,306

Tabel 4.13 Pengaruh C-rate terhadap kapasitas dan efisiensi baterai

Kapasitas sel yang cepat memudar pada laju pengisian dan pengosongan 0,5C terutama disebabkan oleh hilangnya persediaan Li dari struktur katoda dan pelapisan logam Li pada elektroda grafit saat laju pengisian tinggi. Analisis lain mengatakan bahwa terjadi peningkatan molaritas garam pada cairan elektrolit pada laju pengecasan yang tinggi. Dengan meningkatkan laju pengecasan, semakin banyak kapasitas yang hilang karena limitasi dari transpor ion Lithium (Wua, Bai, & Li, 2020). Selain itu hal lain terjadi ketika kita meningkatkan laju pengisian, seperti meningkatnya produksi gas, gas yang dihasilkan oleh satu elektroda dapat bermigrasi ke elektroda lainnya (Wua, Bai, & Li, 2020). (Qu, Mo, & Zhang, 2019) memuat dalam artikelnya terkait NMC532 yang diperkuat menggunakan litium karbonat (Li₂CO₃), pengujian variasi C rate (Rate Capability) dengan nilai 0,2C, 0,5C, 1C, 2C, 5C, 8C dan terakhir kembali ke 0,2C dengan total 35 siklus/ 5 siklus untuk setiap variasi C-rate. LNCM-1.05 hanya menyediakan 154,1 mAh.g⁻¹, 140,9 mAh.g⁻¹, 125,1 mAh.g⁻¹, 101,6 mAh.g⁻¹, 55,9 mAh.g⁻¹, dan 21,5 mAh.g⁻¹, sesuai dengan laju arus 0,2 C, 0,5 C, 1 C, 2 C, 5 C, dan 8 C, masing-masing.

Perbedaan kemampuan *rate capability* sampel yang didapat dengan sampel hasil referensi dipengaruhi oleh beberapa faktor, seperti material yang digunakan berbeda, lalu pada referensi yang ada baterai koin *half cell* NMC532 ditambahkan lithium karbonat, Agen Li₂CO₃ dipilih sebagai fluks untuk mencegah masuknya unsur pengotor lainnya. Selain itu, sejumlah besar Li₂CO₃ mendorong ion-ion reaktan untuk berdifusi. Hal ini meringankan pertukaran antara Li⁺ dan Ni2⁺, yang meningkatkan integritas struktur kristal sampel LNMC (Qu, Mo, & Zhang, 2019).

Berbeda dengan sampel yang digunakan pada penelitian ini yang mana tidak didoping menggunakan material lain, selain itu impuritas dari material NMC yang digunakan juga tidak dipastikan menggunakan pengujian lain seperti XRD misalnya. Baterai *full cell* dan *half cell* juga mempengaruhi hasil pengukuran yang dihasilkan. Baterai *full cell* menggunakan anoda grafit, sedangkan baterai koin *half cell* biasanya menggunakan *lithium metal* sebagai anodanya.

4.5 Analisa Data *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) adalah metode pengujian non-destruktif yang biasa digunakan untuk mengkarakterisasi baterai lithium-ion. Pengujian ini menggunakan frekuensi 0,1 - 50 kHz. Impedansi internal baterai adalah salah satu karakteristik yang berdampak langsung pada tegangan baterai, efisiensi dan kapasitas baterai. Secara umum, impedansi meningkat seiring bertambahnya usia sel baterai dan menurunnya kualitas bahan elektroda (K.W.Beard, 2019) (Nina Meddings, 2020). EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*) digunakan untuk mengkarakterisasi sifat kelistrikan sampel. Data keluaran, nilai impedansi Z dan sudut fasa θ , dinyatakan dalam bentuk plot Nyquist sebagai hubungan antara bagian nyata dan bagian imajiner dari impedansi tersebut (Purwamargapratala, Syahrial, Putra, Kartini, & Jodi, 2023).

Pengukuran Spektroskopi Impedansi Elektrokimia dilakukan untuk mempelajari lebih lanjut sifat elektrokimia bahan katoda. Dibawah ini adalah hasil pengukuran EIS untuk masing-masing sampel:



Gambar 4.27 Hasil EIS; a) NMC541-6x5; b) NMC541-6x6; c) NMC541-6x7

Parameter EIS yang disesuaikan ditunjukkan pada Tabel 4.14 dibawah. Secara umum, resistansi larutan (Rs) dan resistansi perpindahan muatan (Rct) mewakili resistansi transpor Li⁺ dan resistansi perpindahan muatan dalam elektrolit. Rct merupakan parameter penting yang sangat mempengaruhi kinerja elektrokimia bahan katoda. Selama tahap awal *aging*, terjadi penurunan resistensi transfer muatan, kemungkinan terkait dengan peningkatan *double-layer capacitance* (Ylva Olofsson, 2014). Dalam pemeriksaan fenomena pelapisan, *constant phase element* (CPE) sering digunakan sebagai alternatif *double-layer capacitance* (Cdl). Tebalnya lapisan pelindung pada permukaan logam ditunjukkan dengan adanya penurunan nilai CPE. Perubahan nilai CPE menunjukkan bahwa molekul air pada permukaan logam mengalami perubahan. Peningkatan ketebalan bilayer setelah penurunan konstanta dielektrik permukaan menyebabkan CPE menurun (Ylva Olofsson, 2014).

Tabel 4.14 Hasil uji EIS simulasi dan fitting

Kode Sampel	Rs	Rct	СРЕ
	(Ω)	(Ω)	(mMho)
NMC541-6x5	0,1402	1,4675	277
NMC541-6x6	1,747	1,656	60
NMC541-6x7	0,7112	2,1107	131



Gambar 4.28 Kurva gabungan Nyquist plot



Gambar 4.29 Grafik pengaruh dimensi terhadap resistansi

Hasil Resistansi seluruh sampel ditunjukkan pada Gambar 4.29. NMC541-6x7 memiliki nilai Rct terbesar, sedangkan NMC541-6x5 memiliki nilai Rct terendah. Berdasarkan Gambar 4.28 hasil gabungan kurva Nyquist di atas terlihat bahwa NMC541-6x6 berada lebih kanan dibandingkan dengan sampel lain, walau demikian berdasarkan Gambar 4.29, Rct sebesar 1,656 Ω . NMC541-6x7 memiliki nilai Rct terbesar yakni 2,1107 Ω . Semakin besar hambatannya maka semakin kecil kemampuannya dalam menghantarkan listrik. Nilai Rct terendah dimiliki oleh NMC541-6x5 dibandingkan sampel lain yang memiliki nilai ketahanan transfer muatan lebih tinggi. Resistansi yang rendah disebabkan oleh polarisasi yang rendah, yang telah terbukti meningkatkan sifat elektrokimia (Li & and Lee, 2018).