

**PENGARUH PENAMBAHAN LITHIUM DAN WAKTU
PENGADUKAN TERHADAP SINTESIS NMC-721
DENGAN METODE KO-PRESIPITASI
OKSALAT**

SKRIPSI

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa



Oleh:

Revina Dea Nanda
3334190047

**JURUSAN TEKNIK METALURGI FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA
CILEGON – BANTEN
2024**

LEMBAR PENGESAHAN

**PENGARUH PENAMBAHAN LITHIUM DAN WAKTU
PENGADUKAN TERHADAP SINTESIS NMC-721
DENGAN METODE KO-PRESIPITASI OKSALAT**

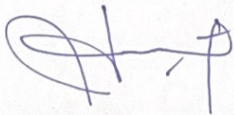
SKRIPSI

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Disetujui untuk Jurusan Teknik Metalurgi oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II



Adhitya Trenggono. S.T., M.Sc.

NIP. 197804102003121001



Prof. Dr.rer.nat. Evvy Kartini

NIP. 196504221988102001

LEMBAR PERSETUJUAN

**PENGARUH PENAMBAHAN LITHIUM DAN WAKTU
PENGADUKAN TERHADAP SINTESIS NMC-721
DENGAN METODE KO-PRESIPITASI OKSALAT**

SKRIPSI

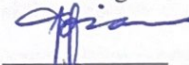


Disusun dan diajukan oleh

Revina Dea Nanda

3334190047

Telah disidangkan di depan dewan penguji pada tanggal

Selasa, 9 Juli 2024

	Susunan Dewan Penguji	Tanda Tangan
Penguji I	: Prof. Alfirano, ST., MT., Ph.D.	
Penguji II	: Dr. Amalia Sholehah, S.Si., M.Si.	
Penguji III	: Anistasia Milandia, ST., MT.	

Skripsi ini telah diterima sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

Mengetahui

Ketua Jurusan Teknik Metalurgi



Abdul Aziz, S.T., M.T., Ph.D.

NIP. 19800030720050111002

LEMBAR PERNYATAAN

Dengan ini saya sebagai penulis Skripsi berikut:

Judul : Pengaruh Penambahan Lithium dan Waktu Pengadukan
pada Sintesis NMC-721 dengan Metode Ko-presipitasi
Oksalat

Nama : Revina Dea Nanda

NIM : 3334190047

Fakultas : Teknik

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa Skripsi tersebut di atas adalah benar-benar hasil karya asli saya dan tidak memuat hasil karya orang lain, kecuali dinyatakan melalui rujukan yang benar dan dapat dipertanggungjawabkan. Apabila dikemudian hari ditemukan hal-hal yang menunjukkan bahwa sebagian atau bahkan seluruh karya ini bukan karya saya, maka saya bersedia dituntut melalui hukum yang berlaku. Saya juga bersedia menanggung segala akibat hukum yang timbul dari pernyataan yang secara sadar dan sengaja saya nyatakan melalui lembar ini.

Cilegon, 08 Juli 2024



Revina Dea Nanda
NIM. 3334190047

ABSTRAK

Baterai merupakan sebuah media penyimpanan energi yang terdiri dari dua jenis elektroda dalam elektrolit yang terpisah oleh sebuah separator. Baterai yang saat ini banyak dilakukan pengembangan adalah baterai yang *rechargeable*. NMC merupakan katoda yang digunakan dalam pembuatan baterai *rechargeable* dan terbukti mampu memberikan kombinasi terbaik. NMC dapat disintesis melalui beberapa metode salah satunya adalah metode ko-presipitasi dengan menggunakan oksalat yang dinilai ramah lingkungan dan murah jika dibandingkan dengan metode lain. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis NMC-721 menggunakan metode ko-presipitasi oksalat dengan variasi konsentrasi penambahan lithium 3% dan 5% serta variasi pada waktu pengadukan (30, 60, 180) menit. Material hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, XRF dan PSA. Uji performa dilakukan dengan EIS dan CV. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kedua sampel NMC-721 dengan Li 3% dan 5% menunjukkan struktur heksagonal. Variasi waktu pengadukan dengan hasil terbaik ditunjukkan oleh variasi 60 menit dengan volume $103,383 \text{ \AA}^3$ dan R_{wp} tertinggi (4,74157) dengan struktur kristal heksagonal. Performa baterai dengan variasi waktu pengadukan 30 menit dan 60 menit diuji dengan menggunakan *Electrochemical Impedance Spectrometry* dan *Cyclic Voltametry*. Hasilnya menunjukkan nilai resistansi transfer muatan (R_p) pada S60 (262,68 Ω) lebih rendah dari nilai resistansi transfer muatan (R_p) pada S30 (317,58 Ω). Nilai resistansi transfer muatan (R_p) yang tinggi menunjukkan bahwa elektron pada material katoda berjalan dengan lebih lambat. Pada sampel dengan waktu pengadukan 30 menit (S30) juga ditunjukkan nilai konduktivitas ionik (σ_i) yang lebih rendah dari sampel dengan waktu pengadukan (S60). Hal ini mengindikasikan bahwa S60 memiliki konduktivitas ionik yang lebih baik. Hasil *Cyclic Voltametry* juga menunjukkan S60 memiliki proses interkalasi dan de-interkalasi yang lebih baik.

Kata Kunci: NMC-721, lithium-ion, ko-presipitasi, waktu pengadukan, resistansi muatan

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, atas segala curahan rahmat serta karunia-Nya, sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengaruh Penambahan Lithium dan Waktu pengadukan Terhadap Sintesis NMC-721 Dengan Metode Ko-presipitasi Oksalat” dengan baik. Skripsi ini ditulis dalam rangka memenuhi syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik Metalurgi di Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Dalam penyelesaian studi dan penulisan skripsi ini, penulis menyadari bahwa naskah skripsi ini tidak lepas dari kerjasama dan bantuan dari berbagai pihak. Dengan penuh rasa hormat, penulis mengucapkan terima kasih yang tak terhingga kepada:

1. Bapak Abdul Aziz, S.T., M.T., Ph.D. selaku Ketua Jurusan Teknik Metalurgi FT Untirta
2. Bapak Adhitya Trenggono, S.T., M.Sc., selaku Pembimbing I
3. Ibu Prof. Dr.rer.nat. Evvy Kartini selaku pembimbing II
4. Kedua orang tua, kakak dan adik yang telah mendukung penulis secara moral dan materil.
5. Teman-teman selama penelitian di National Battery Research Institute (NBRI), Baihaqi Muhammad, Sigit Aryo Kristianto, Agung Fauzi Rahman, Raychan Abyqa yang telah menjadi support system terbaik.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penyusunan skripsi ini, sehingga penulis terbuka untuk saran, koreksi, dan tanggapan untuk perbaikan penelitian ini. Penulis berharap agar skripsi ini bermanfaat khususnya bagi penulis dan bagi pembaca pada umumnya.

Cilegon, 08 Juli 2024

Revina Dea Nanda

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERSETUJUAN	iii
LEMBAR PERNYATAAN	iv
ABSTRAK	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi Masalah	6
1.3 Tujuan	6
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Sistematika Penulisan	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Jenis – Jenis Baterai	9
2.1.1 Baterai Timbal-Asam (<i>Lead-acid batteries</i>)	9
2.1.2 Baterai Nikel-Kadmium (<i>Ni-Cd Batteries</i>)	10
2.1.3 Baterai Natrium-Sulfur (<i>Sodium-sulfur batteries</i>)	12

2.2	Baterai Lithium Ion (<i>Li-Ion Batteries</i>).....	13
2.3	Baterai Nikel-Mangan-Kobalt (<i>Nickel-manganese-cobalt batteries</i>)...	15
2.4	Komponen Baterai <i>Lithium Ion</i>	16
2.3.1	Elektroda Positif (Katoda).....	16
2.3.2	Elektroda Negatif (Anoda).....	18
2.3.3	Elektrolit.....	19
2.3.4	Separator	19
2.5	Prinsip Kerja Baterai Lithium	20
2.6	Metode Sintesis Katoda.....	23
2.5.1	<i>Self-ignition Combustion (SIC)</i>	24
2.5.2	Metode Sol-Gel.....	24
2.5.3	<i>Solid-state</i>	25
2.5.4	Metode Hidrotermal.....	25
2.5.5	Metode Ko-Presipitasi.....	26

BAB III METODE PENELITIAN

3.1	Diagram Alir Penelitian	31
3.1.1	Material Aktif Katoda NMC-721 untuk Karakterisasi XRF dan PSA	31
3.1.2	Baterai Koin Sel Untuk Uji EIS dan CV.....	32
3.2	Alat dan Bahan	33
3.2.1	Alat-alat yang Digunakan.....	33
3.2.2	Bahan-bahan yang Digunakan.....	33
3.3	Prosedur Penelitian	34
3.4	Karakterisasi Material	36
3.4.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	36

3.4.1	<i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	38
3.4.2	<i>Particle Size Analyzer (PSA)</i>	39
3.4.3	<i>Electrochemical Impedance Spectrometry (EIS)</i>	39
3.4.4	<i>Cyclic Voltammetry (CV)</i>	43
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		46
4.1	Pengaruh Penggunaan Metode Ko-Presipitasi Oksalat dan Variasi Waktu pengadukan.....	46
4.1.1	Struktur Kristal Hasil Sintesis NMC-721 dengan Variasi Waktu pengadukan.....	46
4.1.2	Rasio Komposisi NMC-721	49
4.1.3	Distribusi Ukuran Partikel.....	50
4.2	Pengaruh Penambahan Lithium Konsentrasi 3% dan 5% Pada Struktur Kristal Hasil Sintesis NMC-721	51
4.3	Analisa EIS dan CV Pada Sampel NMC-721 Dengan Variasi Waktu pengadukan.....	55
4.3.1	Analisa <i>Electrochemical Impedance Spectrometry (EIS)</i>	55
4.3.2	Analisa <i>Cyclic Voltametry (CV)</i>	58
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan.....	60
5.2	Saran.....	61
DAFTAR PUSTAKA		62
LAMPIRAN A CONTOH PERHITUNGAN		69
LAMPIRAN B DATA PENELITIAN		73
LAMPIRAN C GAMBAR ALAT DAN BAHAN		82

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Data material katoda dan anoda yang saat ini telah diteliti dan digunakan dalam beberapa aplikasi	18
Tabel 4.1	Hasil indeks persetujuan dan properti umum sampel S30, S60 dan S180 dari NMC-721	46
Tabel 4.2	Analisa XRF dari prekursor NMC-721	49
Tabel 4.3	Ukuran partikel dari prekursor NMC-721	50
Tabel 4.4	Properti umum untuk satuan sel	52
Tabel 4.5	Parameter material katoda NMC-721 dengan Li 3% dan Li 5%	54
Tabel 4.6	Parameter impedansi untuk sampel dengan waktu pengadukan 30 menit dan 60 menit	57
Tabel A.1	Massa Molar Atom	70
Tabel A.2	Massa Molar Molekul	70
Tabel B.1	Data EIS	74
Tabel B.2	Lanjutan Data EIS	78

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur baterai timbal-asam	9
Gambar 2.2 Struktur baterai nikel-cadmium jenis tertutup.....	11
Gambar 2.3 Struktur baterai nikel-cadmium dengan ventilasi.....	11
Gambar 2.4 Struktur baterai natrium-sulfur	12
Gambar 2.5 Struktur baterai lithium-ion.....	15
Gambar 2.6 Skema kerja dan prinsip operasi baterai lithium-ion	21
Gambar 2.7 Proses manufaktur baterai lithium-ion.....	21
Gambar 2.8 Skema susunan sel monolitik	23
Gambar 2.9 Rute reaksi ko-presipitasi oksalat	28
Gambar 3.1 Diagram alir pembuatan material katoda NMC-721 untuk Uji XRF dan PSA.....	31
Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan koin sel untuk uji EIS dan CV	32
Gambar 3.3 Skema kerja XRD	36
Gambar 3.4 Skema kerja XRF.....	39
Gambar 3.5 Nyquist Plot dan Bode Plot	41
Gambar 3.6 Nyquist Plot (Pengukuran Impedansi Komponen Sel)	42
Gambar 3.7 Kurva Hasil siklik voltammogram	44
Gambar 4.1 Grafik PSA dari prekursor NMC-721.....	50
Gambar 4.2 Pola difraksi untuk sampel NMC-721 dengan 3% Li (a) dan 5% Li (b)	51
Gambar 4.3 Pola difraksi XRD pada sampel NMC-811.....	52
Gambar 4.4 Kurva Nyquist untuk sampel dengan waktu pengadukan 30 menit dan 60 menit	55

Gambar 4.5 Kurva cyclic voltametry (CV) untuk sampel dengan waktu pengadukan 30 menit (a) dan waktu pengadukan 60 menit (b) 58

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Jumlah penduduk dunia yang terus meningkat telah menyebabkan peningkatan kebutuhan energi untuk memenuhi kebutuhan hidup. Di Indonesia, kebutuhan energi masih didominasi oleh sumber energi fosil yang digunakan untuk pembangkit listrik dan transportasi. Namun, penggunaan sumber energi fosil ini memiliki beberapa kerugian, seperti dampak negatif pada lingkungan akibat zat sisa pembakaran yang beracun. Selain itu, sumber energi fosil ini juga tidak dapat diperbarui (*non-renewable*) [1]. Menurut Kementerian ESDM RI melalui siaran pers Nomor 028.Pers/04/SJI/2021 pada 19 Januari 2021, cadangan minyak bumi di Indonesia akan tersedia hingga 9,5 tahun mendatang, sementara usia cadangan gas bumi Indonesia mencapai 19,9 tahun. Perhitungan cadangan migas ini didasarkan pada data cadangan tahun 2020 dengan asumsi tidak ada penemuan cadangan migas yang baru [2].

Beberapa metode telah diketahui dapat digunakan untuk mengganti bahan bakar fosil yaitu dengan penggunaan sumber energi non konvensional, biomasa, dan biodiesel [1]. Selain itu, penelitian pada perangkat yang mampu menyimpan energi dan dapat menghemat pasokan energi yang berkelanjutan dan tidak memberikan kerugian pada lingkungan juga telah dilakukan. Teknologi penyimpanan energi elektrokimia telah ditemukan pada akhir tahun 1700. Baterai primer tembaga-seng telah ditemukan pada 1799, setelahnya berbagai jenis baterai secara bertahap bermunculan termasuk baterai yang dapat diisi ulang (*rechargeable*).

Baterai *rechargeable* ini mendapat perhatian khusus karena keunggulannya yang dapat menyimpan energi listrik dalam kimia dan dapat digunakan sesuai dengan keinginan pengguna. Penelitian mengenai baterai *rechargeable* ini didasarkan pada performa yang komprehensif, pengaruhnya terhadap lingkungan dan biaya produksinya sebagai kriteria dasar [3].

Baterai yang merupakan sebuah media penyimpanan energi terdiri dari dua jenis elektroda dalam elektrolit yang dipisahkan dengan sebuah separator. Saat ini, baterai yang sedang banyak digunakan adalah baterai yang berbasis lithium-ion. *Lithium-ion batteries* (LIB) telah dikomersilkan dari tahun 1991 oleh SONY dengan kapasitas 80 Wh/kg dan 200 Wh/L dengan sel kimia pertamanya menggunakan LiCoO_2 sebagai katoda dan kokas petroleum sebagai anoda, penambahan etilen karbonat (EC) sebagai kosolven dapat memberikan perlindungan pada anoda grafit dan tegangan operasi yang lebih tinggi [4]. Setelah formulasi elektrolit diperkenalkan pada tahun 1993 maka dibuatlah LiPF_6 dalam sebuah campuran EC/DMC. Penggunaan elektrolit ini mampu meningkatkan densitas energi hingga 250 Wh/kg dan 600 Wh/L dan hingga saat ini masih digunakan. Dalam dunia riset baterai, katoda merupakan bagian dari baterai yang hingga saat ini selalu dikembangkan.

Katoda berbasis oksida Cobalt (Co) dapat memberikan densitas energi volumetrik hingga 600 Wh/L, hal ini tentu menjadikan oksida Co pilihan terbaik untuk membuat perangkat yang padu. Namun, Co ternyata memberikan beberapa dampak yang merugikan seperti *raw material* yang mahal dan beracun serta memiliki beberapa potensi risiko. Pada suhu sekitar 200 °C oksigen yang dilepaskan dapat mengoksidasi bagian yang mudah terbakar dalam baterai termasuk elektrolit

organic, sehingga oksida Co tidak cocok pada aplikasi otomotif karena dapat menyebabkan kebakaran atau bahkan ledakan [6]. Beberapa strategi dilakukan untuk mereduksi penggunaan kobalt dalam material baterai salah satunya adalah penggunaan material NCA dimana Co disubstitusi secara parsial oleh nikel (Ni) dan aluminium (Al). Nikel-kobalt-aluminium (NCA) mengandung 12% Co dan telah terjual oleh Tesla dan Panasonic sebagai pengembang pada pasar Eropa. Strategi lain yaitu dengan substitusi Co oleh Ni dan Mn atau yang disebut juga dengan oksida nikel-mangan-kobalt (NMC). Rasio NMC622 ($\text{LiNi}_{0,6}\text{Mn}_{0,2}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$) terbukti mampu mereduksi kandungan kobalt dalam baterai dan tengah dikembangkan oleh LG Chem. Saat ini LG Chem masih dalam upaya mengembangkan NMC baterai dengan strategi mereduksi kandungan kobalt dan meningkatkan performa. Beberapa rasio baterai NMC yang sedang dikembangkan adalah NMC-721 ($\text{LiNi}_{0,7}\text{Mn}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$), NMC811 ($\text{LiNi}_{0,8}\text{Mn}_{0,1}\text{Co}_{0,1}\text{O}_2$) dan NCA sebagai sumber tenaga kendaraan listrik generasi terbaru.

NMC merupakan katoda yang dibuat dengan kombinasi antara Ni, Mn dan Co yang mampu memberikan performa baterai yang baik. NMC dirancang untuk menggabungkan keuntungan oksida logam transisi tunggal dan mengurangi kerugian, seperti penggunaan Co yang mahal, dengan harapan meningkatkan efisiensi dan mengurangi biaya. Mn digunakan karena Mn_2O_4 lebih stabil daripada NiO_2 sehingga penggunaan Mn dapat mengurangi irreversibilitas yang disebabkan oleh ketidakstabilan katoda berbasis Ni [7]. Meskipun Co adalah logam yang mahal, keberadaannya juga penting karena Co dapat menstabilkan struktur dan konduktivitas elektrik yang berguna untuk performa elektrokimia jangka panjang. Nikel digunakan untuk mencapai kapasitas spesifik yang tinggi. NMC dapat

disintesis melalui beberapa metode seperti hidrotermal, *solid-state*, sol-gel, *solution-combustion synthesis* (SCS), *molten salt* dan ko-presipitasi.

Metode yang umum digunakan untuk sintesis baterai NMC adalah metode *solid-state* dan metode sol-gel namun kedua metode tersebut memiliki beberapa kerugian. Metode sol-gel memiliki hasil efisiensi elektrokimia yang sangat baik namun metode ini memerlukan prosedur manufaktur yang canggih dan melepas gas NO_x ke lingkungan dimana gas ini bersifat racun. Metode reaksi *solid-state* dapat melampaui keterbatasan yang dimiliki oleh metode sol-gel namun material yang dihasilkan memiliki homogenitas yang rendah dan efisiensi elektrokimia yang lebih rendah pula, selain itu metode reaksi *solid-state* juga relatif lebih mahal dalam hal konsumsi energi selama fabrikasi karena memerlukan suhu lingkungan di atas 900°C . Sehingga dikembangkan metode lain yaitu metode ko-presipitasi yang dapat menjawab kekurangan dari dua metode sebelumnya. Metode ko-presipitasi biasanya menggunakan garam karbonat atau sulfat sebagai prekursor untuk menyediakan ion logam dan menggunakan asam oksalat yang menyediakan radikal $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ untuk mendekomposisi radikal karbonat yang terbentuk. Prekursor asam oksalat yang digunakan juga dinilai mampu menghasilkan fitur dan performa NMC yang baik seperti kapasitas *discharge* hingga 153,60 mAh/g dengan retensi 70,9% setelah 100 siklus [8]. Metode ini memungkinkan reaksi berlangsung pada suhu yang relatif lebih rendah dari metode sebelumnya dan memungkinkan untuk memperoleh efisiensi sintesis yang tinggi, kontrol rasio atomik yang mudah dan menghasilkan gas sisa reaksi yang tidak beracun [9]. Namun, metode ko-presipitasi juga memiliki beberapa kekurangan seperti partikel prekursor hidroksida yang dihasilkan seringkali memiliki morfologi yang tidak teratur dan aglomerasi yang

berlebihan dimana hal ini menyebabkan penurunan pada sifat elektrokimia baterai [10]. Hal ini dipengaruhi oleh waktu pengadukan selama proses ko-presipitasi dilakukan. Waktu pengadukan yang terlalu pendek akan menghasilkan partikel dengan kristalinitas yang rendah, sedangkan waktu pengadukan yang terlalu panjang menyebabkan aglomerasi partikel yang tidak normal [11]. Dalam penelitian ini dilakukan studi pengaruh waktu pengadukan terhadap struktur material NMC yang dihasilkan dan dilihat melalui hasil karakterisasi menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*), XRF (*X-ray Fluorescence*) dan PSA (*Particle Size Analyzer*).

Aplikasi ion Li pada material katoda NMC menjadi populer sebagai peralatan penyimpanan energi untuk kendaraan listrik dan alat elektronik *portable*. Alasan utama dari luasnya penggunaan baterai Li-ion ini karena densitas energi yang cukup tinggi sehingga memungkinkan penggunaan yang lebih lama dalam satu lagi proses pengisian. Beberapa penelitian menunjukkan jumlah Li yang digunakan berpengaruh pada sifat elektrokimia material. Pengurangan gangguan pada Li/Ni dan peningkatan stabilitas struktur pada material ini dapat meningkatkan laju siklus ke arah yang lebih tinggi karena adanya pembentukan jumlah domain seperti Li_2MnO_3 yang sesuai pada lapisan logam transisi [12]. Peningkatan Li juga menjadi faktor kunci pada siklus baterai yang lebih baik dan laju kapabilitas material NMC-111 [13]. Penelitian mengenai pengaruh kandungan Li pada struktur dan performa elektrokimia material katoda berfokus pada dua hal yaitu pada material dengan kandungan mangan yang rendah (seperti NMC-111) dan material dengan kandungan mangan yang lebih tinggi (seperti NMC-721) [14]. Dalam penelitian ini juga diteliti mengenai penambahan konsentrasi Li (3% dan 5%) terhadap performa

elektrokimia baterai yang dilihat melalui hasil uji EIS (*Electrochemical Impedance Spectrometry*) dan CV (*Cyclic Voltametry*).

1.2 Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dikemukakan sebelumnya dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana cara melakukan sintesis baterai NMC-721 dengan menggunakan metode ko-presipitasi asam oksalat?
2. Bagaimana pengaruh waktu pengadukan 30, 60 dan 180 (menit) pada struktur material hasil sintesis baterai NMC-721 berdasarkan XRD, XRF dan PSA?
3. Bagaimana performa elektronik baterai NMC-721 setelah penambahan Lithium 3% pada variasi waktu pengadukan 30 dan 60 menit berdasarkan uji EIS dan CV?

1.3 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui proses sintesis baterai NMC-721 dengan menggunakan metode ko-presipitasi dengan asam oksalat.
2. Mengetahui pengaruh waktu pengadukan terhadap hasil sintesis baterai NMC-721 melalui karakterisasi XRD, XRF dan PSA.
3. Mengetahui performa elektronik baterai NMC-721 setelah penambahan lithium 3% pada variasi waktu pengadukan 30 dan 60 menit berdasarkan uji EIS dan CV.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Penelitian ini fokus pada sintesis dan karakterisasi material NMC-721 yang dihasilkan melalui metode ko-presipitasi dengan asam oksalat
2. Menggunakan rasio komposisi Ni:Co:Mn (0,7:0,2:0,1)
3. Menggunakan penambahan logam lithium 3% dan 5%.
4. Menggunakan variasi waktu pengadukan 30 menit, 60 menit dan 180 menit.
5. Karakterisasi material dilakukan dengan menggunakan XRD, XRF dan PSA
6. Uji performa elektronik baterai dilakukan dengan EIS dan CV.

1.5 Sistematika Penulisan

Adapun sistematika penulisan skripsi ini terdiri dari lima bab yaitu sebagai berikut:

Bab I Pendahuluan

Latar belakang dilakukan penelitian ini didasarkan pada kebutuhan dan analisa mengenai pengaruh waktu pengadukan dan penambahan lithium terhadap struktur dan performa material NMC-721 yang disintesis melalui metode ko-presipitasi oksalat. Hal ini perlu dilakukan untuk mengetahui kondisi optimum dalam proses sintesis.

Bab II Tinjauan Pustaka

Berisi teori secara umum mengenai definisi dari bahan yang digunakan, proses yang dilakukan, serta pengujian yang dilakukan pada penelitian ini. Hal ini berfokus pada NMC-721, ko-presipitasi oksalat, karakterisasi dengan XRF, PSA, XRD, EIS dan CV.

Bab III Metode Penelitian

Pada pelaksanaan penelitian terdapat langkah-langkah penelitian. Bab ini menjelaskan mengenai diagram alir penelitian, alat dan bahan, serta prosedur penelitian mulai dari preparasi dan karakterisasi awal, hingga proses pengamatan dan pengujian.

Bab IV Hasil dan Pembahasan

Pada bab ini menyajikan data hasil analisa dengan menggunakan beberapa spektrofotometri seperti XRF, PSA, XRD, EIS dan CV, serta membahas mengenai hubungan pengaruh-pengaruh variabel pada penelitian yang telah dilakukan.

Bab V Kesimpulan dan Saran

Pada bab ini menjelaskan tentang kesimpulan penelitian yang telah dilakukan dan saran-saran untuk penelitian selanjutnya.

Daftar Pustaka

Daftar pustaka menyajikan beberapa referensi dan penelitian terkait dari yang sudah dilakukan sebelumnya oleh para peneliti yang dijadikan acuan dalam pengembangan riset yang dilakukan.

Lampiran

Lampiran berisi hasil pengujian, perhitungan, data pengujian serta gambar alat dan bahan yang digunakan pada penelitian ini.

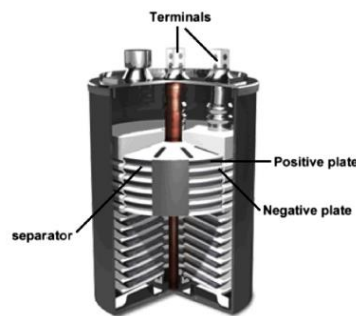
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jenis – Jenis Baterai

Baterai dengan sistem penyimpanan energi skala besar memiliki sel elektrokimia. Menurut Poullikas [15], terdapat beberapa jenis baterai dengan karakteristik tertentu yang digunakan untuk penyimpanan energi dengan skala besar yaitu:

2.1.1 Baterai Timbal-Asam (*Lead-acid batteries*)

Baterai timbal-asam pertama kali ditemukan pada tahun 1859 dan merupakan jenis tertua dari baterai yang *rechargeable*. Baterai ini menggunakan larutan elektrolit. Keunggulan dari baterai jenis ini adalah teknologi yang digunakan tidak terlalu rumit dan biaya produksinya cukup rendah. Namun, baterai jenis ini sangat lambat dalam proses pengisian ulangannya, tidak dapat dilakukan isi ulang sepenuhnya dan memiliki siklus *charge/discharge* yang terbatas karena rasio energi/berat dan energi/volume yang dimilikinya rendah [16]. Penggunaan timbal dan asam sulfat juga sangat beracun dan membahayakan lingkungan Gambar 2.1 menunjukkan struktur baterai timbal-asam.

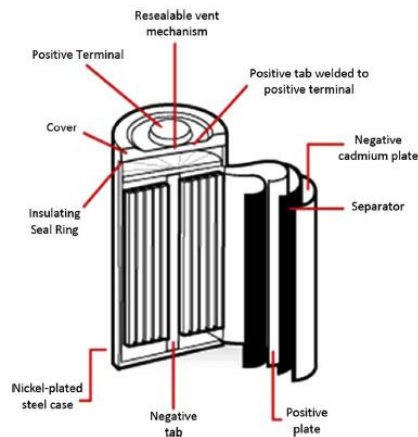


Gambar 2.1 Struktur baterai timbal-asam [15]

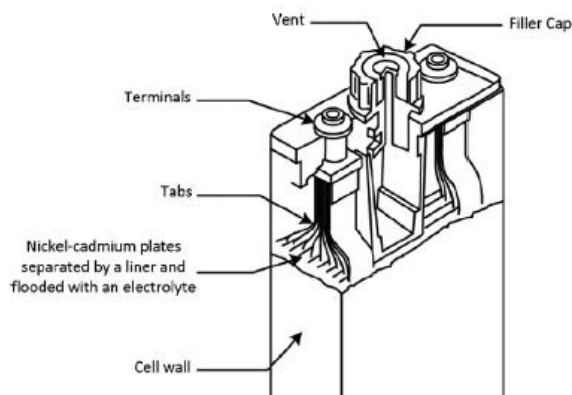
Sifat kimia dari baterai timbal-asam dapat dimodifikasi untuk aplikasi jaringan penyimpanan yang lebih stabil dengan melakukan modifikasi struktur elektroda. Elektroda timbal-karbon dirancang untuk kombinasi densitas energi dengan daya spesifik yang dihasilkan melalui proses *charging* dan *discharging* lapisan ganda elektrokimia. Penelitian elektroda timbal-karbon difokuskan untuk memperpanjang siklus penggunaan dan daya spesifiknya [17]. Karbon ditambahkan pada elektroda negatif karena dapat meningkatkan daya spesifik dan mengurangi adanya sulfasi selama siklus pengisian ulang tanpa mengubah reaksi transfer muatan alami yang dimiliki baterai [16].

2.1.2 Baterai Nikel-Kadmium (*Ni-Cd Batteries*)

Baterai nikel-cadmium dibuat dengan menggunakan material aktif berupa nikel hidroksida pada elektroda positif dan komposit logam cadmium pada elektroda negatif [18]. Kedua elektroda ini dipisahkan oleh sebuah devider nilon. Kalium hidroksida digunakan sebagai elektrolit sehingga tidak ada perubahan yang signifikan selama penggunaan. Selama proses *discharge* nikel hidroksida dikombinasikan dengan air dan menghasilkan nikel hidroksida dan ion hidroksida, sedangkan kadmium hidroksida dihasilkan pada bagian elektroda negative [19]. Proses pengisian daya dapat dibalik. Namun, selama pengisian dapat dihasilkan oksigen pada elektroda positif dan hidrogen pada elektroda negatif sehingga diperlukan ventilasi dan tambahan air meskipun tidak sebanyak baterai timbal-asam.



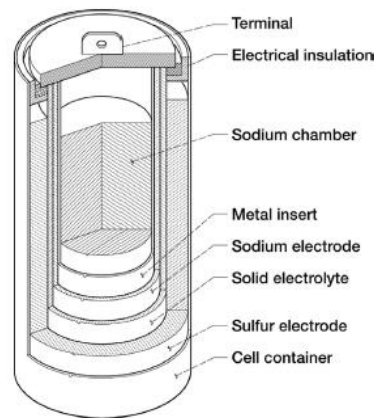
Gambar 2.2 Struktur baterai nikel-kadmium jenis tertutup [15]



Gambar 2.3 Struktur baterai nikel-kadmium dengan ventilasi [15]

Terdapat dua jenis baterai nikel-cadmium yaitu jenis tertutup (Gambar 2.2) dan dengan ventilasi (Gambar 2.3). Baterai nikel-kadmium jenis tertutup merupakan jenis yang paling umum digunakan sebagai baterai *rechargeable*. Tidak ada gas yang keluar dari baterai jenis ini, sedangkan pada baterai nikel-kadmium dengan ventilasi terdapat gas yang keluar jika terjadi *overcharging* atau *discharging* cepat. Oksigen dan hidrogen dilepaskan melalui katup bertekanan rendah sehingga baterai jenis ini lebih aman, ringan dan ekonomis daripada jenis baterai nikel-kadmium terbuka [20].

2.1.3 Baterai Natrium-Sulfur (*Sodium-sulfur batteries*)



Gambar 2.4 Struktur baterai natrium-sulfur [15]

Baterai natrium-sulfur adalah teknologi baterai *rechargeable* suhu tinggi yang menggunakan logam natrium dan menawarkan solusi untuk banyak aplikasi utilitas penyimpanan energi listrik skala besar. Aplikasinya termasuk *levelling* muatan, kualitas daya dan pemangkas *peak* serta manajemen energi terbarukan yang terintegrasi. Baterai natrium-sulfur merupakan jenis baterai logam cair yang dibuat dari natrium dan sulfur. Baterai jenis ini memiliki densitas energi yang tinggi, efisiensi *charge/discharge* yang tinggi (57-86%), waktu siklus yang panjang dan dibuat dari material yang tidak terlalu mahal [21]. Namun, suhu operasinya berada pada kisaran 300-350 °C dan memiliki produk *discharge* berupa natrium polisulfida yang secara alami bersifat korosif. Sel baterai lebih cocok digunakan untuk penyimpanan energi skala besar dan aplikasi *non-mobile* [22]. Struktur baterai natrium-sulfur ditunjukkan pada Gambar 2.4.

2.2 Baterai Lithium Ion (*Li-Ion Batteries*)

Dasar dari material katoda aktif adalah masuknya ion lithium pada struktur. Katoda seperti NMC merupakan jaringan penyedia yang dapat memasukkan ion Li. Ion Li ini dapat menyediakan perpindahan *reversible* dari muatan elektrik dengan cara keluar-masuk jaringan [23].

Salah satu tantangan dari struktur katoda sebagai akseptor ion Li adalah kondisi sisi akseptor dari material. Jika jumlah sisi akseptor yang dapat menerima lithium rendah maka jumlah ion yang dapat masuk-keluar jaringan sesuai fungsinya tidak akan lengkap. Selain itu, jika katoda tidak memiliki area permukaan spesifik yang tinggi atau tidak memiliki morfologi yang baik untuk menerima ion Li maka *recovery* Li tidak akan selesai. Kondisi lain yang diperlukan oleh katoda adalah susunan antara katoda dan ion Li, jika katoda dan ion Li tidak homogen saat berikatan pada struktur katoda maka ikatan yang cocok tidak akan terbentuk dan mengakibatkan performa elektrokimia dari baterai akan menurun [24].

Sehingga untuk mengatasi hal ini digunakan penambahan lithium yang dapat meningkatkan kondisi ini dengan cara menciptakan jaringan yang homogen dengan ion lithium. Pada metode ini ion Li yang ada dalam struktur katoda aktif digunakan untuk meningkatkan jumlah ion aktif karena pada proses produksi Li digunakan dalam jumlah yang lebih banyak daripada yang diperlukan dalam stoikiometri demi menjaga adanya ion Li pada semua sisi aktif [25]. Jumlah lithium yang tersedia dapat ditingkatkan selama proses redoks dengan memodifikasi komposisi kimia katoda. Penggunaan *excess lithium* (*Li-excess*) dalam formulasi katoda dapat memastikan bahwa terdapat cukup lithium dalam katoda untuk digunakan selama proses *discharge*. Metode ini dapat membuka jaringan yang tidak teratur dalam Li-

logam transisi sehingga memungkinkan difusi Li yang mudah dalam bahan-bahan ini [26].

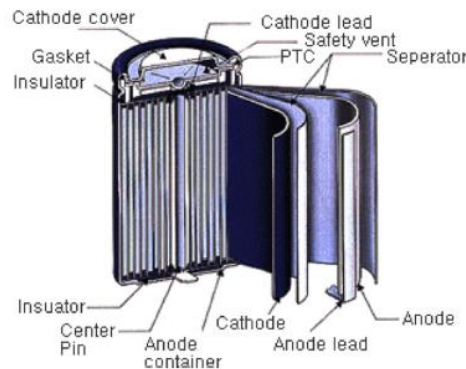
Li adalah logam pertama pada tabel periodik (Li) yang memiliki nomor atom paling rendah sehingga memiliki berat atom yang kecil juga (6,95 g/mol) dan densitas rendah (0,534 g/cm³). Berada pada golongan alkali dan termasuk dalam logam yang paling reaktif [27].

Dari sekian banyak logam yang tersedia untuk bahan kimia baterai, Li dipertimbangkan sebagai bahan yang cukup menjanjikan karena ketersediaannya yang besar, tidak beracun, sangat ringan dan elektropositif. Keuntungan mendasar ini membuat baterai berbasis Li memiliki potensi yang tinggi sebagai penyimpanan energi. Namun, Li sangat reaktif sehingga diperlukan teknologi yang menantang untuk membuat sebuah sel baterai mengandung lithium yang aman. Saat ini, teknologi yang tengah dikembangkan adalah penggunaan material lain yang dapat mendonorkan kandungan ion Li⁺ yang dapat bergerak diantara dua elektroda dalam sebuah reaksi kimia yang *reversible* [28].

Kombinasi antara berat atom yang kecil, potensial reduksi yang rendah dan muatan monovalent yang unik membuat Li sulit ditandingi oleh elemen maupun senyawa lain. Oksidasi dari sebuah satuan berat Li harus diimbangi dengan angka coulomb yang besar sehingga dapat bertranslasi hingga kapasitas gravimetri yang tinggi (3860 mAh/g) dalam terminologi baterai. Namun, kapasitas volumetrinya yang hanya 2061 mAh/L dan terjadi karena densitas rendah kurang disukai. Kapasitas gravimetri Li adalah yang terbesar kedua setelah Be sedangkan kapasitas volumetrinya lebih rendah dari Be, Al, Zn, dan Mg. Li mungkin masih kurang dari Be dalam hal densitas gravimetri dan volumetri namun Be lebih beracun,

kelimpahan rendah dan berpotensi radioaktif sehingga tidak mungkin untuk diaplikasikan pada peralatan yang digunakan sehari-hari [27].

Baterai *lithium-ion* telah memasuki pasar pengguna elektronik *portable* dan telah membuat transisi dalam aplikasi kendaraan elektrik dan *hybrid*. Baterai ini juga memiliki jaringan penyimpanan yang besar. Terdapat tiga jenis baterai *lithium-ion* dalam penggunaan komersial yaitu Co, Mn, dan PO₄. Aplikasinya pada skala utilitas menunjukkan regulasi dan layanan manajemen daya, serta dapat digunakan beberapa menit selama *runtime* [29]. Gambar 2.5 menunjukkan struktur baterai *lithium-ion*



Gambar 2.5 Struktur baterai *lithium-ion* [15]

2.3 Baterai Nikel-Mangan-Kobalt (*Nickel-manganese-cobalt batteries*)

Baterai nikel-mangan-kobalt (NMC) merupakan jenis baterai yang menggunakan logam transisi nikel, mangan, dan kobalt yang saling bersusun sebagai katoda. NMC menunjukkan sebuah siklus penggunaan yang lebih baik, memiliki stabilitas termal yang baik dan energi densitas yang lebih baik pula jika dibandingkan dengan katoda jenis LFP (*lithium-iron-phosphate battery*). Struktur katoda yang berlapis pada NMC menunjukkan sebuah proses interkalasi fasa tunggal. Katoda NMC terdiri atas $\text{Li}(\text{Ni}_x\text{Mn}_y\text{CO}_z)\text{O}_2$ dimana fraksi molar (x, y, z) merupakan ekuivalen dari stoikiometri material prekursor. Reaksi kimia NMC sama

dengan jenis baterai dengan ion lithium lain dimana prosesnya adalah oksidasi lithium pada anoda dan reduksi pada katoda [30].

2.4 Komponen Baterai *Lithium Ion*

Komponen penyusun sel baterai Li-ion ada empat yang utama yaitu katoda (elektroda positif), anoda (elektroda negatif), elektrolit dan separator. Masing-masing komponen dapat dikembangkan melalui riset material khusus.

2.3.1 Elektroda Positif (Katoda)

Elektroda positif atau katoda merupakan lokasi dimana reaksi setengah sel yaitu reaksi reduksi terjadi selama proses *charge*. Potensi kerja dari sebuah baterai lithium biasanya ditentukan oleh material katoda yang digunakan. Pemilihan material katoda menjadi ‘jantung’ dari sel baterai dan menjadi penelitian terkini untuk menemukan material katoda dengan densitas energi gravimetri dan volumetri yang tinggi dengan biaya yang rendah. Saat mempertimbangkan tentang biaya untuk tiap sel, elektroda positif mengambil peran yang cukup besar dengan oksida lithium-nikel-mangan-kobalt (NMC) yang saat ini banyak digunakan.

Menurut Piatek [31] sejak baterai lithium-ion (LIB) dikomersilkan terdapat beberapa pilihan material untuk elektroda positif sebagai berikut:

a. Oksida Li_xCoO_2

Material ini memiliki struktur ion oksida *cubic closed packed* dan memiliki struktur garam defektif yang disusun berlapis-lapis. Ion Li^+ dan Co^{3+} ada pada sisi octahedral dan membentuk lapisan antara ion oksida. Ion Li^+ dapat keluar atau masuk ke dalam struktur dengan

kapasitas spesifik 140 mAh/g dan beda potensial 4,2 V. Namun biaya untuk kobalt yang tinggi dan masalah keamanan dari penggunaannya membuat material ini tidak banyak digunakan lagi.

b. Oksida logam (Li_xMO_2 , $M = \text{Co}, \text{Mn}, \text{dan Ni}$)

Diantara keluarga material berlapis ini, oksida berlapis yang kaya akan nikel ($\text{Li}[\text{Ni}_{1-x}\text{M}_x]\text{O}_2$ dan bentuk NMC (contoh: $\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$) (NMC333) menunjukkan kapasitas spesifik yang tinggi yaitu 200mAh/g dengan beda potensial 1,4-2,5 V.

c. Katoda berbasis polianion

Katoda berbasis polianion seperti LiFePO_4 memberikan keuntungan lain melalui voltasi operasi yang lebih tinggi karena adanya peningkatan potensial kisi dan memperbaiki atom oksigen di dalam struktur sehingga stabilitas kimianya lebih baik dari pada katoda NMC dan dapat bertindak sebagai agen pengoksidasi untuk elektrolit organik. Namun, PO_4^{3-} tidak elektroaktif dan mengurangi densitas energi jika dibandingkan dengan jenis oksida. LiFePO_4 memiliki kapasitas spesifik 170 mAh/g dan beda potensial 3,5 V. Jenis polianion lain seperti $\text{Li}_7\text{Mn}(\text{BO}_3)_3$ menunjukkan kapasitas muatan 280 mAh/g dan beda potensial 4,7-1,7 V. LiFeSO_4F menghasilkan 130-150 mAh/g dan 3,9 V.

d. Material dengan struktur spinel

Material dengan struktur spinel seperti $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ memiliki keunggulan ramah lingkungan, kelimpahan elemen dan sebagai

stabilitas termal pada keadaan *charge* yang tinggi. LiMn_2O_4 memiliki kapasitas praktis 120 mAh/g dan tegangan 4,0-4,1 V.

2.3.2 Elektroda Negatif (Anoda)

Elektroda negatif atau anoda merupakan merupakan lokasi dimana reaksi setengah sel yaitu reaksi oksidasi terjadi selama proses *charge*. Penelitian mengenai material anoda difokuskan pada pencarian material dengan kapasitas spesifik yang tinggi dan karakteristik siklus pemakaian yang baik. Parameter lainnya yaitu biaya yang rendah, ramah lingkungan dan densitas energi yang tinggi. Potensial kerja dari material anoda harus mendekati potensial elektroda referensi (Li^+/Li). Tabel 2.1 berikut menunjukkan data material katoda dan anoda yang saat ini telah diteliti dan digunakan dalam beberapa aplikasi [31].

Tabel 2. 1 Data material katoda dan anoda yang saat ini telah diteliti dan digunakan dalam beberapa aplikasi [31]

Katoda			Anoda		
Material	Kapasitas Spesifik (mAh/g)	Beda Potensial (V)	Material	Kapasitas Spesifik (mAh/g)	Beda Potensial (V)
LiCoO_2	140	3,8-3,9	LiC_6	375	0,05-0,5
$\text{LiNi}_x\text{Co}_y\text{Mn}_z\text{O}_2$	160-210	3,8-3,9	$\text{LiTi}_5\text{O}_{12}$	175	1,55
LiM_2O_4 (spinel)	120-148	4,1-4,8	LiAl	790	0,3
LiFePO_4	160-170	3,4-3,5	$\text{Li}_{21}\text{Si}_5$	4008	0,05-0,5

2.3.3 Elektrolit

Ion Li^+ mengalir bolak-balik antara elektroda positif dan negatif melalui media untuk transfer ion selama baterai beroperasi. Media ini disebut elektrolit dan elektrolit konvensional untuk LIB mengandung garam Li, LiPF_6 , LiAsF_6 , LiBF_4 , LiClO_4 , dan LiCF_3SO_3 yang terlarut dalam pelarut organik non-akuos seperti EC, DMC, propilen karbonat dan 1,3-dioksolen. Baterai berdasarkan jenis elektrolit yang digunakan dapat dibedakan menjadi sel basah (baterai basah) dan sel kering (baterai kering). Sel basah memiliki ciri-ciri yaitu elektrolitnya berbentuk cair, kapasitas besar dan bentuk fisik yang besar. Sedangkan, sel kering memiliki ciri-ciri elektrolit yang digunakan berbentuk pasta dan fisiknya yang lebih kecil dibanding sel basah [32].

Penelitian untuk elektrolit berfokus pada pengembangan elektrolit yang lebih aman, murah dan ramah lingkungan. Beberapa parameter lain untuk elektrolit adalah dapat beroperasi di bawah kondisi konduktivitas elektronik 10^{-10} S/cm, tinggi konduktivitas ionik (dalam rentang 10^{-3} S/cm), stabilitas termal yang baik, dan biaya sintesis yang rendah.

2.3.4 Separator

Separator merupakan material yang diletakkan antara anoda dan katoda dengan tujuan mencegah terjadinya gesekan antara dua elektroda tersebut yang jika terjadi akan menimbulkan arus pendek. Material yang dijadikan sebagai separator harus bisa dilalui oleh ion Li. Separator juga penting dalam proses penghasil energi listrik, proses *charge* dan keamanan baterai Li-ion. Karakteristik lain untuk material separator adalah bersifat

insulasi, hambatan listrik kecil, memiliki stabilitas mekanik yang baik, tidak mudah terdegradasi oleh elektrolit, dan ketebalan yang sama pada permukaan [32].

2.5 Prinsip Kerja Baterai Lithium

Baterai Lithium-ion (LIB) memiliki dua material elektroda dimana ion Li^+ dapat dimasukkan atau mengalir bolak-balik di dalam lapisan-lapisannya. Reaksi elektrokimia terjadi dengan cara material elektroda positif mengalami oksidasi (contoh: Li_xMO_2) dan litiasi terjadi pada material elektroda negatif (contoh: grafit) selama proses *charge*. Proses *discharge* terjadi saat ion Li^+ diekstrak dari elektroda negatif dan dimasukkan kembali ke elektroda positif.

Pelarut untuk garam Li (contoh: LiPF_6) adalah pelarut organik seperti etilen karbonat atau campuran dimetil karbonat [31]. Prinsip kerja baterai lithium-ion secara umum ditunjukkan pada Gambar 2.6. Reaksi redoks yang terjadi pada baterai lithium-ion yang disintesis sebagai berikut.

- Reaksi setengah sel pada katoda [32]

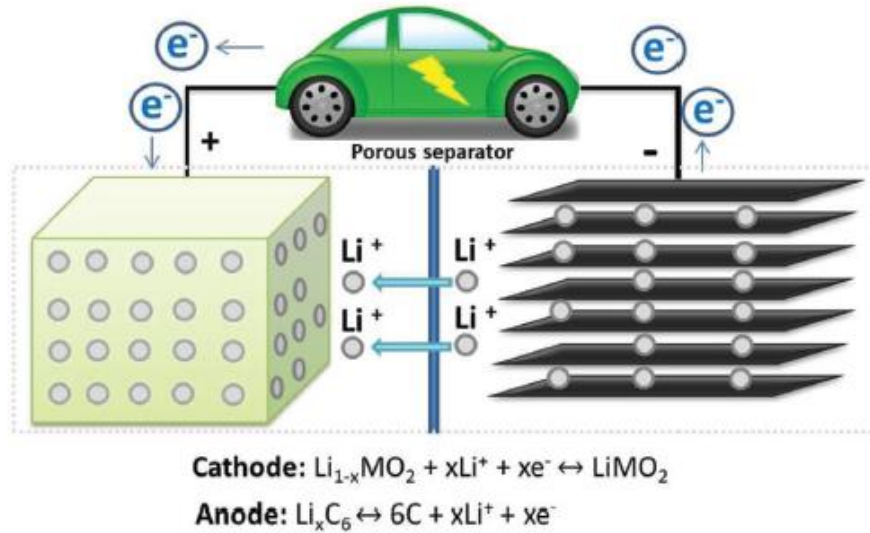


- Reaksi setengah sel pada anoda [32]

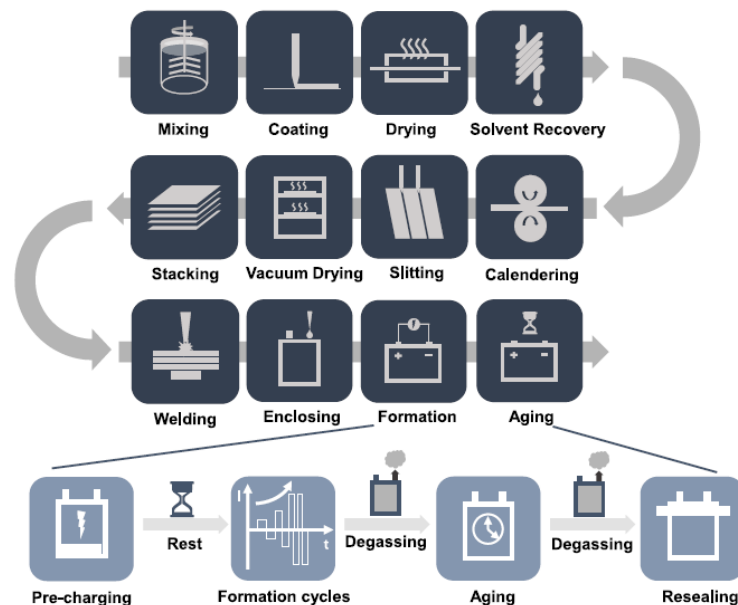


Secara umum penggunaan LIB memiliki keuntungan densitas energi yang tinggi, siklus hidup yang panjang, tidak ada pengaruh memori, dan laju *self-discharge* yang rendah jika dibandingkan dengan baterai sekunder konvensional. Penggunaan elektrolit juga dapat diminimalisasi karena organis elektrolit yang

digunakan tidak secara langsung dikonsumsi selama reaksi elektrokimia. Hal ini memungkinkan desain baterai yang lebih kompak untuk penggunaan praktis.



Gambar 2.6 Skema kerja dan prinsip operasi baterai -ion (Afyon, 2020)

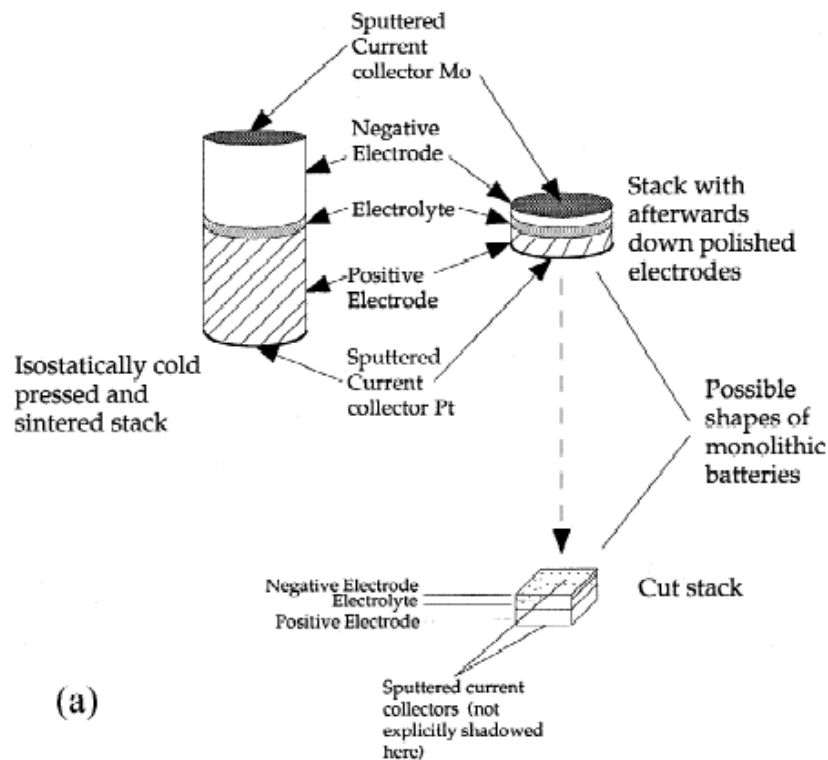


Gambar 2.7 Proses manufaktur LIB (Liu, et al., 2021)

Gambar 2.7 menunjukkan proses manufaktur dari LIB yang terdiri atas tiga bagian yang utama yaitu preparasi elektroda, penggabungan sel dan aktivasi elektrokimia baterai. Pertama, material aktif, aditif konduktif, dan *binder* dicampur untuk membentuk sebuah *slurry* yang seragam dengan pelarut. Pada katoda, N-

metilpirolidon (NMP) digunakan untuk melarutkan binder polivinilidin fluoride (PVDF), dan pada anoda binder karet stiren-butadiena (SBR) dilarutkan dalam air dengan selulosa karboksimetil (CMC). *Slurry* kemudian dipompakan dalam sebuah slot pewarna dan dilakukan *coating* pada kedua bagian pengumpul arus (*Al foil* pada katoda dan *Cu foil* pada anoda) kemudian dikirim menuju peralatan pengering untuk menguapkan pelarut. Pelarut organik yang umum seperti NMP untuk *slurry* katoda merupakan bahan yang beracun dan memiliki peraturan emisi yang ketat sehingga proses *recovery* pelarut sangat penting untuk produksi katoda selama pengeringan dan proses *recovery* NMP ini dapat digunakan lagi untuk manufaktur dengan 20%-30% *loss* [35]. Pada *slurry* anoda yang berbasis air, uap yang tidak berbahaya dapat langsung dilepas ke lingkungan. Proses *calendering* yang dilakukan dapat membantu untuk penambahan properti fisikal pada elektroda seperti ikatan, konduktivitas, densitas, porositas, dll. Setelah semua proses ini, elektroda yang sudah jadi dicetak sesuai dimensi yang cocok dengan *design* sel. Elektroda kemudian dikirim menuju oven vakum untuk menghilangkan air yang tersisa. Tingkat kelembaban elektroda akan diperiksa setelah pengeringan untuk memastikan bahwa sisi reaksi dan korosi dalam sel berada pada kondisi yang minimal. Elektroda yang sudah siap kemudian dikirim pada ruang pengering dengan separator kering untuk produksi sel. Elektroda dan separator disusun lapisan demi lapisan untuk membentuk struktur internal dari sel. Tab aluminium dan tembaga dilas masing-masing pada katoda dan kolektor arus anoda. Metode pengelasan yang paling umum adalah pengelasan ultrasonik, dan beberapa produsen dapat memilih resistensi pengelasan untuk desain sel mereka [4].

Baterai biasanya disusun menggunakan konsep monolitik (Gambar 2.8) yaitu sebuah model yang disusun secara kompak dan dapat terintegrasi melalui integrasi hibrid [36]. Susunan sel kemudian ditransfer ke selungkup yang dirancang, yang tidak memiliki standar yang konsisten saat ini. Setiap produsen memiliki preferensi mereka tergantung pada tujuan sel-sel. Penutup diisi dengan elektrolit sebelum penyegelan akhir dan menyelesaikan produksi sel [4].



Gambar 2.8 Skema susunan sel monolitik [36]

2.6 Metode Sintesis Katoda

Oksida lithium nikel-mangan-kobalt (NMC) merupakan salah satu katoda yang digunakan dalam baterai yang saat ini masih mendominasi pasar baterai untuk kendaraan elektrik dengan peningkatan permintaan pasar hingga 96% pada tahun 2019. Ada beberapa jenis katoda NMC yang saat ini telah dikomersilkan salah satunya adalah $\text{Ni}_{0,7}\text{Mn}_{0,2}\text{Co}_{0,1}$ (NMC-721) [37]. Sintesis katoda NMC juga dapat

dilakukan melalui beberapa metode seperti *Self-ignition Combustion* (SIC), sol-gel, *solid-state*, hidrotermal dan ko-presipitasi.

2.5.1 *Self-ignition Combustion* (SIC)

Pada metode *self-ignition combustion* prekursor LiNO_3 , $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$, dan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ berperan sebagai oksidan dan sukrosa sebagai bahan bakar. Dalam sintesis jenis ini, prekursor dilarutkan dalam air distilat dan diikuti dengan penambahan sukrosa dan diaduk secara kontinyu selama 6 jam. Kemudian air yang ada dalam campuran diuapkan dengan memanaskan campuran sehingga diperoleh material berbentuk *slurry*. Pemanasan dilanjutkan pada suhu $320\text{ }^\circ\text{C}$ yang akan memberikan sebuah *self-ignition* pada reaktan sehingga dapat menghasilkan material komposit amorf. Material ini kemudian ditumbuk halus dan dipanaskan pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam dengan atmosfer udara. Kemudian, ditumbuk lagi untuk menghasilkan bubuk halus dan dipanaskan sekali lagi pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ hingga menghasilkan material terkristalisasi mikrometris [38].

2.5.2 Metode Sol-Gel

Dalam metode sol-gel *raw material* dengan fasa liquid didispersikan dalam sebuah pelarut untuk membentuk sol dengan viskositas yang rendah, sehingga prekursor dapat terdistribusi secara searagam dalam tingkat molekuler dengan waktu yang cukup singkat. Metode sol-gel hanya memerlukan suhu yang rendah dan lebih mudah untuk melakukan control jika dibandingkan dengan metode *solid-phase*. Selain itu partikel reaksi secara umum memiliki keseragaman dan kemurnian yang cukup tinggi [39].

2.5.3 *Solid-state*

Reaksi *solid-state* adalah metode sintesis yang umum untuk mendapatkan material polikristalin dari *reagent* padat. Dalam reaksi ini biasanya digunakan suhu yang sangat tinggi. Faktor yang dapat mempengaruhi reaksi *solid-state* adalah karakteristik morfologi dan kimia dari reagen termasuk reaktivitas, area permukaan dan muatan energi bebas. Faktor kondisi reaksi seperti suhu tekanan dan reaksi lingkungan juga dapat menjadi sebuah pengaruh. Keuntungan dari reaksi *solid-state* adalah sederhana dan dapat diaplikasikan pada produksi skala besar.

Metode reaksi *solid-state* ini dapat digunakan secara luas untuk menghasilkan material katoda polikristalin dengan *throughput* yang tinggi dan secara terus menerus. Lubang dan pori katoda dapat dengan mudah disintesis dengan jalur difusi Li yang pendek sehingga lajunya lebih cepat dan stabilitas siklus yang lebih tahan lama. Namun, metode ini tidak bisa mengontrol ukuran dan bentuk material produk akhir dan juga sulit untuk memperoleh material dengan morfologi terkontrol karena material reagen awal berwujud padatan dan tidak selalu tercampur dengan sempurna.

2.5.4 **Metode Hidrotermal**

Metode hidrotermal adalah sebuah metode yang dilakukan dengan menggunakan kelarutan prekursor dalam sebuah pelarut berupa air pada suhu dan tekanan yang tinggi sesuai dengan kristalisasi struktu nano dari pelarut. Pada suhu yang ditingkatkan, kelarutan dan reaktivitas dari prekursor dalam

pelarut dan transformasinya menjadi struktur nano bergantung pada parameter sintesis seperti suhu, tekanan, waktu, dan kondisi alami pelarut. Sehingga dengan menggunakan metode ini dapat dilakukan pengaturan parameter agar laju nukleasi tinggi dan distribusi ukuran baik. Selain itu, metode ini memungkinkan dalam pengaturan ukuran, kristalinitas dan distribusi bentuk katoda oksida logam [40].

Metode sintesis hidrotermal ini cukup sederhana dan murah untuk dilakukan dan dapat menghasilkan *yield* yang tinggi dan ukuran partikel yang lebih kecil dari 20 nm. Peningkatan performa material katoda juga dapat terjadi karena adanya pengurangan jalur difusi Li dan transfer electron yang lebih baik dalam struktur material. Metode sintesis hidrotermal dengan etanol atau etilen glikol juga dapat membantu mengurangi ukuran partikel. Namun, metode ini juga memiliki kekurangan yaitu control ukuran dan bentuk struktur final sulit untuk dilakukan karena banyaknya variable yang terlibat dalam prosesnya seperti jenis rasio volume dan konsentrasi, sumber prekursor dan sekuen campuran, waktu prosesm tekanan, dan suhu pengeringan.

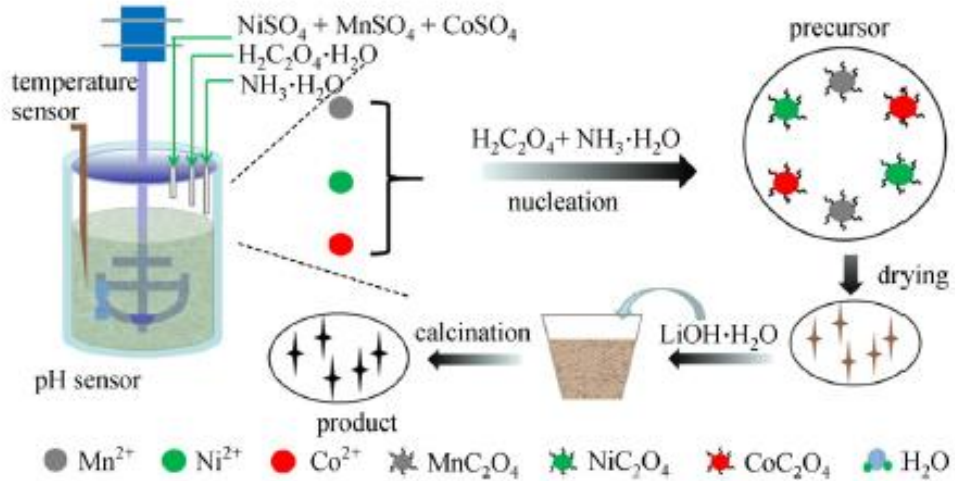
2.5.5 Metode Ko-Presipitasi

Metode ko-presipitasi dapat dibagi menjadi tiga kategori yaitu ko-presipitasi hidroksida, ko-presipitasi karbonat, dan ko-presipitasi oksalat. Ko-presipitasi hidroksida merupakan metode yang paling ekonomis untuk menghasilkan partikel dengan densitas yang tinggi namun membutuhkan kondisi atmosfer inert dan dapat membentuk struktur yang tidak seragam dan

pengotor dalam kristal yang dihasilkan [41]. Sedangkan, ko-presipitasi karbonat dapat dilakukan pada atmosfer terbuka karena sebagian besar kation logam transisi termasuk Mn berada pada keadaan oksidasi divalen karena adanya fiksasi dari gugus anion CO_3^{2-} . Kekurangan dari metode ko-presipitasi karbonat ini adalah peningkatan porositas partikel sekunder yang menjadikan lebih rentan terhadap fraktur selama proses kalendering dan adanya perbedaan komposisi antara rasio logam transisi yang diinginkan dan material umpan karena adanya perbedaan kelarutan [11][42].

Metode ko-presipitasi oksalat pada dasarnya memiliki kelebihan yang sama dengan dua metode ko-presipitasi sebelumnya. Namun, ko-presipitasi oksalat lebih murah secara signifikan dan lebih ramah lingkungan sehingga efektif untuk aplikasi industri. Metode ko-presipitasi oksalat menggunakan prekursor berupa asam oksalat yang dapat menghasilkan radikal $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ yang dapat mendekomposisi radikal karbonat. Selain itu metode ini dapat dilakukan dan dikalsinasi pada suhu yang relatif rendah dibandingkan metode sintesis konvensional lain untuk memperoleh material yang diinginkan. Metode ko-presipitasi oksalat ini dapat menghasilkan efisiensi sintesis yang tinggi (efisiensi untuk membentuk material katoda dari prekursor), rasio atom yang dapat dengan mudah dikontrol dan menghasilkan gas yang tidak beracun selama proses sintesis. Hal yang paling penting dari metode ko-presipitasi oksalat ini adalah dapat menghasilkan material NMC dengan performa elektrokimia yang sangat baik yaitu dengan kapasitas spesifik maksimal 206,9 mAh/g pada laju 0,05 C dan retensi dengan kapasitas

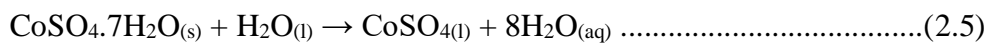
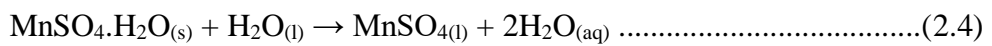
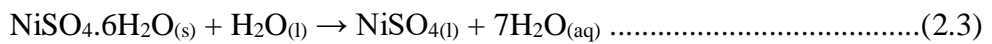
83,22% setelah 100 siklus [9]. Skema rute sintesis material katoda NMC melalui metode ko-presipitasi oksalat ditunjukkan dalam Gambar 2.8 berikut.



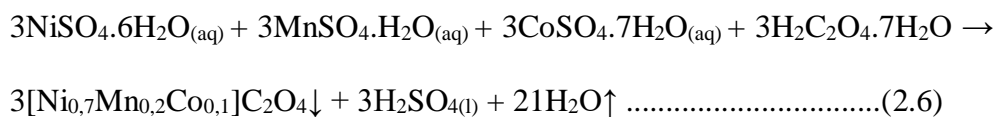
Gambar 2.9 Rute reaksi ko-presipitasi oksalat

Reaksi yang terjadi dalam metode ko-presipitasi oksalat adalah sebagai berikut:

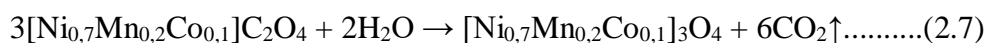
- A. Reaksi pada tahap preparasi larutan prekursor Ni/Mn/Co dengan rasio stoikiometri 0,7:0,2:0,1 [43]



- B. Reaksi pembentukan kompleks dan dehidrasi dengan asam oksalat [45]



- C. Reaksi dekomposisi $[\text{Ni}_{0,7}\text{Mn}_{0,2}\text{Co}_{0,1}]\text{C}_2\text{O}_4$ anhidrat [45]



Metode ko-presipitasi kimia dapat dilakukan dengan kinetika nukleasi dan pertumbuhan dalam larutan homogen. Pemahaman akan

supersaturasi, nukleasi, dan pertumbuhan-pasca-pertumbuhan (*Oswald ripening*) sangat penting untuk melakukan sintesis dengan menggunakan metode ini. Beberapa faktor yang harus diperhatikan adalah suhu, tekanan, konsentrasi pH, kecepatan pengadukan, waktu reaksi, sifat alami prekursor, adanya surfaktan atau adanya inhibitor lain yang juga tumbuh memainkan peranan penting dalam hal kontrol ukuran, bentuk, dan distribusi ukuran pada produk akhir, metode ko-presipitasi ini adalah salah satu metode kimia basah yang umum untuk mensintesis material katoda [40]. Perubahan pH memberikan pengaruh yang cukup signifikan dalam hal kimiawi dan kompleks dari spesi yang berbeda yang terbentuk dalam larutan. Kenaikan pH dapat menyebabkan penurunan ukuran partikel sekunder dari material NMC karena adanya supersaturasi yang tinggi dan kecepatan presipitasi yang tinggi [44]. Agen pengkhelet juga berpengaruh karena agen pengkhelet seperti NH_4OH selama presipitasi dapat meningkatkan kepadatan densitas material tanpa menurunkan kapasitas spesifik. Kecepatan pengadukan juga merupakan faktor penting dalam penentuan morfologi partikel sekunder. Peningkatan kecepatan pengadukan partikel sekunder semakin membentuk *spherical* sedangkan partikel primer yang berbentuk kubus semakin memadat dan densitas juga meningkat [46]. Waktu pengadukan juga berpengaruh terhadap morfologi dan ukuran kristal yang dihasilkan. Partikel sferikal terbentuk selama waktu pengadukan 4 jam hingga 12 jam sedangkan partikel sferikal yang lebih besar dan dengan distribusi ukuran partikel yang lebih luas ditemukan pada waktu pengadukan 24 jam. Beberapa partikel yang retak juga ditemukan pada variasi waktu pengadukan yang lebih lama ini. Hal ini

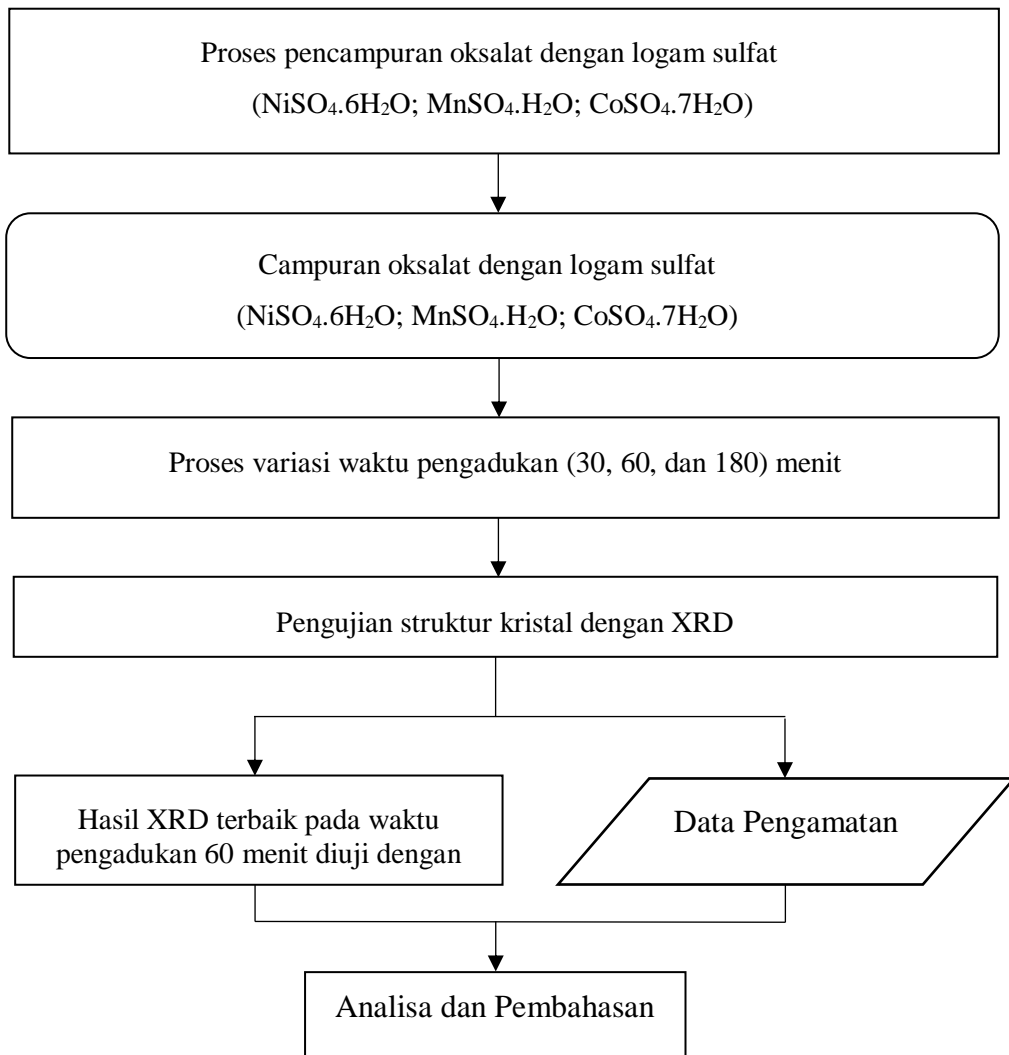
mengindikasikan bahwa semakin lama waktu pengadukan dapat menyebabkan beberapa partikel menjadi rusak yang akan bertumpuk pada partikel sferikal yang lain dan membentuk partikel sekunder yang tidak sferis. Berdasarkan teori pematangan dan agregasi kristal *Oswald* partikel sekunder terbentuk dari aglomerasi partikel primer yang difasilitasi oleh agitasi selama proses ko-presipitasi [48][11].

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

3.1.1 Material Aktif Katoda NMC-721 untuk Karakterisasi XRF dan PSA

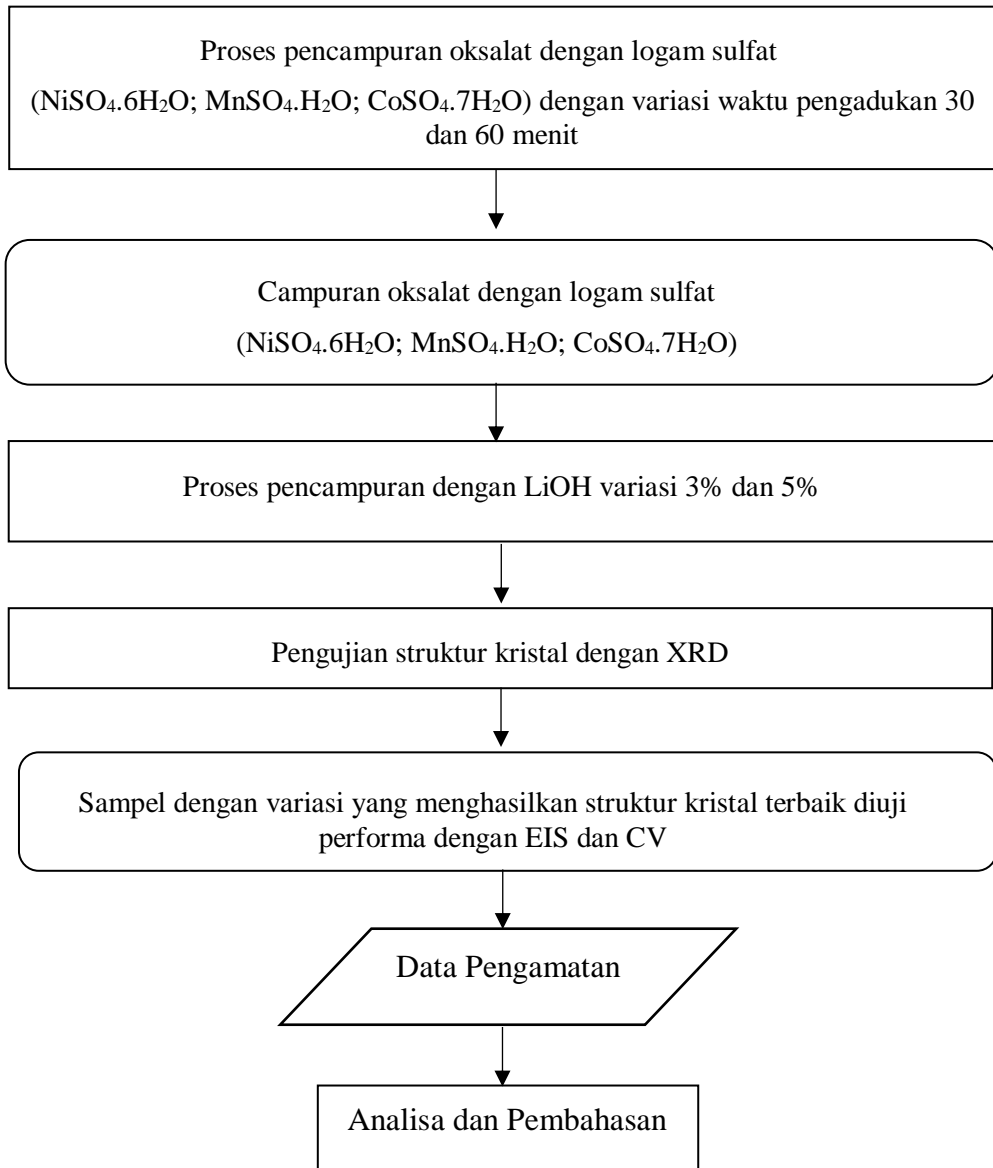
Berikut merupakan prosedur pembuatan material aktif katoda NMC-721 untuk karakterisasi XRF dan PSA pada penelitian ini yang dijelaskan melalui diagram alir penelitian pada Gambar 3.1



Gambar 3.1 Diagram alir pembuatan material katoda NMC-721 untuk Uji XRF dan PSA

3.1.2 Baterai Koin Sel Untuk Uji EIS dan CV

Berikut merupakan prosedur pembuatan baterai koin sel untuk uji EIS dan CV pada penelitian ini yang dijelaskan melalui diagram alir penelitian pada Gambar 3.2



Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan koin sel untuk uji EIS dan CV

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat yang Digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. *Magnetic stirrer*
2. *Beaker glass*
3. Spatula
4. Gelas ukur
5. Neraca Digital
6. Pipet tetes
7. Oven
8. *Mortal dan Pestle*
9. Ayakan 400 mesh
10. Cawan patri
11. pH meter
12. Plastik sampel
13. *Crucible*
14. *Furnace*
15. *Glove box*
16. *Crimper*

3.2.2 Bahan-bahan yang Digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. *Nickel sulfate heptahydrate* ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
2. *Manganese sulfate monohydrate* ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

3. *Cobalt sulfate heptahydrate* ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
4. *Oxalic acid dihydrate* ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
5. *Ammonia Solution* (25%)
6. *Distilled water*
7. *Polyvinylidene fluoride* (PVDF)
8. Super P
9. *N-methyl-2-pyrrolidone* (NMP)
10. *Lithium hexafluorophosphate*
11. *Lithium Hydroxide* ($\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$)

3.3 Prosedur Penelitian

Adapun prosedur dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pembuatan larutan oksalat

Memanaskan *distilled water* hingga 60°C di *hotplate*, memasukkan *Oxalic acid dihydrate* ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) kedalam air distilasi yang telah dipanaskan.

Kemudian mengatur laju pengadukan/*stirring rate* hingga oksalat terlarut

2. Pembuatan NiMnCo

Menyiapkan 94,934 g nikel, 17,441 g mangan, 13,574 g kobalt.

Mencampurkan semua bahan ke dalam gelas kimia 2 kemudian menuangkan larutan oksalat (gelas kimia 1) ke gelas kimia 2 yang berisi metal sulfat. Atur suhu hingga 60°C , pengadukan 250 rpm. Kemudian menuangkan larutan amonia (NH_3) ke dalam gelas kimia 2 sampai dengan pH 6. Larutan diaduk dengan variasi waktu pengadukan 30 menit, 60 menit, dan 180 menit.

Kemudian, larutan disaring dan dicuci dan dikeringkan dalam oven selama 6 jam.

3. Pencampuran Lithium dan serbuk NMC kering
 - a. *Excess 3%*: menambahkan 6,3060 gram lithium ke dalam serbuk NMC kering kemudian dicampur menggunakan mortar, setelah tercampur dan halus kemudian dikalsinasi dalam *furnace* pada suhu 800°C. *Excess 5%* menambahkan 6,4285gram lithium dan mengulang langkah seperti pada *excess 3%*
 - b. Preparasi sel koin
 - Untuk 30 menit

Asitilen black (AB): 0,0621 g

PVDF: 0,1270 g

LiNMC-721: 1,2281 g

NMP: 1.6 + 10 tetes
 - Untuk 60 menit

Asitilen black (AB): 0,1294 g

PVDF: 0,2588 g

LiNMC-721: 2,5882 g

NMP: 3,8823 + 9 tetes
4. Menyiapkan gelas kimia untuk membuat *slurry* katoda. Memanaskan NMP pada suhu 60°C di *magnetic stirrer* dengan kecepatan 200 rpm selama 3 menit kemudian menambahkan PVDF dan *stirring* selama 15 menit. Menambahkan ½ super p dan distirring selama 15 menit.
5. Mencampurkan ½ super p dengan LiNMC dengan menggunakan mortar, kemudian campuran yang telah dibuat dimasukkan ke dalam gelas kimia slury katoda selama 60 menit.

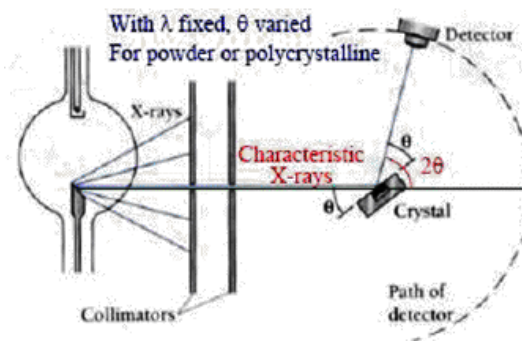
- Menyiapkan lembar aluminium dan dilakukan *coating* dengan ketebalan 200 μm selama 60menit. Lalu, meletakkan separator yang terbuat dari *Polypropylene* (PP) yang ditetesi elektrolit sebanyak 3-4 tetes dan elektrolit yang digunakan adalah *Lithium Hexafluorophosphat* (LiPF_6). Kemudian, melakukan perangkaian *coin cell* dilakukan di dalam *glove box* yang dialirkan gas argon yang terdiri atas *casing* positif (+), lembaran katoda (sampel), separator, anoda (Li-Metal), *spacer*, *spring*, dan *casing* negatif (-).

3.4 Karakterisasi Material

Karakterisasi material merupakan hal yang penting dan berguna untuk mengetahui hasil analisa kualitas sampel yang telah disintesis. Metode karakterisasi disesuaikan dengan kebutuhan penelitian. Sampel katoda NMC-721 akan dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer berikut:

3.4.1 *X-Ray Diffraction* (XRD)

Metode karakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan metode yang umum digunakan dalam penentuan struktur atom dan molekul dari sebuah material kristal. Hasil karakterisasi XRD berupa pola puncak khas yang dapat dicocokkan dengan pola puncak pada XRD *database* yang disebut JCPDS/ICDD.



Gambar 3.3 Skema kerja XRD

Posisi dari masing-masing puncak pada pola difraktogram menjadi karakteristik dari spesi tertentu dan bergantung pada panjang gelombang cahaya. Panjang gelombang sinar-x yang digunakan dalam XRD memiliki orde yang sama dengan panjang jarak ikatan pada kristal sehingga metode XRD cocok diterapkan dalam penentuan bentuk kristal. Keuntungan dari penggunaan XRD dalam karakterisasi material elektroda adalah kemampuannya dalam melihat perubahan struktur material elektroda saat sebelum dan sesudah ion Li dimasukkan.

Penentuan ukuran kristal dapat dilakukan dengan menggunakan Persamaan *Scherrer*, yaitu [47] :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \dots\dots\dots(3.1)$$

Ket :

D = ukuran kristal (nm)

K = konstanta *Scherrer* (0.9)

λ = panjang gelombang sinar-X (0.15046 nm)

β = FWHM (radians)

θ = sudut difraksi (radians)

Sinar datang (1,2,3,..) dengan panjang gelombang λ mengenai rangkaian atom yang membentuk pola teratur pada bidang hkl dengan jarak antar bidang d_{hkl} akan menghasilkan sinar pantul (1', 2', 3',...) dengan intensitas yang diukur sebagai fungsi sudut pantul terhadap sudut datang (2q). Interferensi konstruktif hanya dapat terjadi jika Hukum Bragg dipenuhi. Penentuan d_{hkl} dapat dilakukan dengan menggunakan Persamaan 3.2 hukum

Bragg, yaitu :

$$n\lambda = 2d\sin\theta \dots\dots\dots(3.2)$$

Ket :

n = Orde difraksi (1,2,3,.....)

λ = Panjang gelombang sinar-X

d = jarak antar kisi kristal

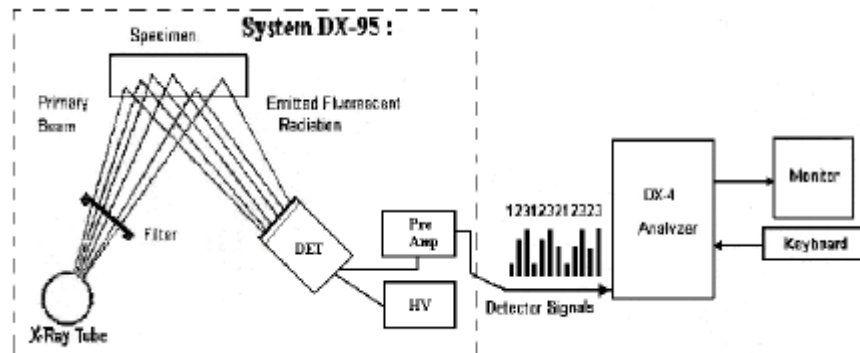
θ = sudut difraksi

Dengan transformasi *fourier*, informasi intensitas fungsi $2q$ dapat diubah kembali menjadi gambaran 3D kerapatan elektron dalam kristal yang merupakan informasi tentang grup ruang (*space group*), ukuran kristal (*lattice parameters*), posisi atom, serta ukuran kristal dan *strain* [49].

3.4.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF adalah metode analisa untuk menentukan komposisi kimia dari segala jenis material. Material yang dapat dijadikan sampel dapat berupa padatan, cairan, bubuk, dan lain-lain. XRF kadang juga dapat digunakan untuk menentukan ketebalan dan komposisi lapisan dan *coating*. Metode ini dinilai cepat, akurat dan tidak merusak sampel, serta biasanya hanya diperlukan sedikit sampel untuk preparasi. Aplikasinya cukup luas termasuk aplikasi pada logam, semen, minyak, polimer, plastik dan industri makanan disamping dari pertambangan, mineralogy dan geologi serta analisa air dan material limbah lingkungan. Tingkat presisi dan reproduksibilitas dari XRF sangat tinggi. Hasil yang sangat akurat dapat diperoleh jika terdapat standard specimen yang baik. Waktu pengukuran bergantung pada jumlah elemen

yang ingin ditentukan dan yang membutuhkan akurasi. Biasanya beragam antara beberapa detik hingga paling lama 30 menit [50].



Gambar 3.4 Skema kerja XRF

3.4.2 Particle Size Analyzer (PSA)

PSA merupakan peralatan yang dapat digunakan untuk menentukan ukuran dan distribusi partikel dari sampel. Distribusi dan ukuran partikel dapat diketahui melalui gambar yang dihasilkan. Ukuran tersebut dinyatakan dalam jarijari untuk partikel yang membentuk bola. Metode yang digunakan adalah difraksi laser, penghamburan cahaya, dan sedimentasi [51]. Keunggulan dari penggunaan PSA adalah akurasi dan reproduksibilitas yang berada dalam $\pm 12\%$ sehingga dapat mengukur partikel dengan range ukuran 0,02 nm hingga 2000 nm dan dapat juga digunakan sebagai metode untuk pengukuran distribusi ukuran partikel emulsi, suspensi, dan bubuk kering [52].

3.4.3 Electrochemical Impedance Spectrometry (EIS)

EIS (Electrochemical Impedance Spectrometry) adalah teknik analisis yang digunakan untuk mempelajari sifat kelistrikan sistem elektrolit. EIS banyak digunakan dalam bidang elektrokimia seperti bahan pelapis (*coatings*), baterai, dan sel bahan bakar (*fuel cell*). Pengujian ini

menggunakan electrochemical impedance spectroscopy (EIS) dengan merk HIOKI LCR meter 3532050. Teknologi EIS dengan LCR meter sangat membantu dalam menentukan nilai konduktivitas, resistansi dan induktansi untuk baterai lithium. Nilai-nilai ini ditampilkan pada Nyquist plot dan Bode plot, dan plot tersebut memiliki dua nilai impedansi didalam grafiknya. Impedansi merupakan gabungan dari hasil reaksi hambatan (R, resistensi) dan kapasitas elektron (C, kapasitansi). Efek impedansi berhubungan dengan arus yakni jika semakin besar impedansinya maka akan semakin kecil arus yang dilewatinya, begitu pula sebaliknya. Seberapa besar arus yang bisa mengalir ternyata dapat memengaruhi daya maksimal yang dikeluarkan oleh suatu rangkaian. Jika hasil hambatan yang dihasilkan semakin kecil, maka dapat disimpulkan bahwa tingkat konduktivitas yang dihasilkan semakin baik. Impedansi terbagi menjadi dua yaitu impedansi riil (Z'_{riil}) dan impedansi imajiner (Z'_{imj}) Adapun Impedansi riil menggambarkan resistansi, sedangkan Impedansi imajiner menggambarkan kapasitansi dan induktansi. Impedansi pada rangkaian AC sama dengan rangkaian DC dimana impedansi diatur dalam Hukum Ohm, namun pada rangkaian AC impedansi dipengaruhi oleh frekuensi masukan dari sinyal, nilai impedansi (Z) dari rangkaian AC dituliskan dalam persamaan berikut [47].

$$Z(\omega) = \frac{V(\omega)}{I(\omega)} = \frac{V_m \exp(j\omega t)}{I_m \exp[j(\omega t - \phi)]} = \frac{V_m}{I_m} \exp(j\phi) \dots\dots\dots(3.3)$$

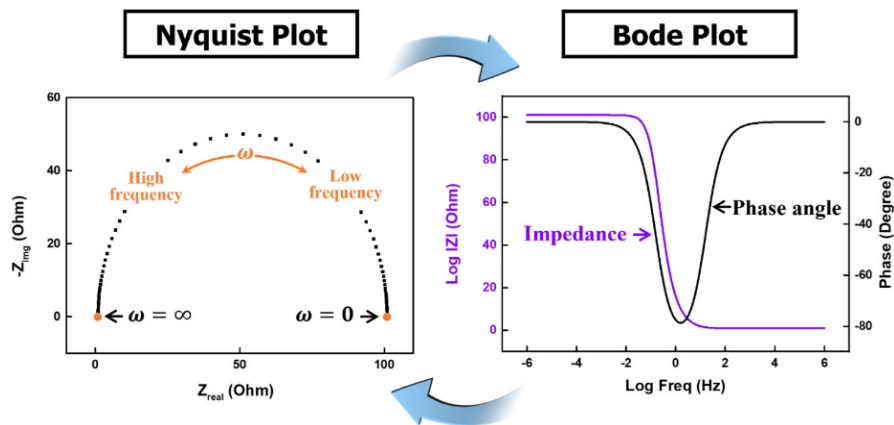
Dengan nilai frekuensi sudut (ω) sebesar $\omega = 2\pi f$ dan j adalah fungsi kompleks $j = \sqrt{-1} = \exp\left(\frac{j\pi}{2}\right)$. Persamaan 2.3 dapat disederhanakan menggunakan *Euler formula* $\exp(j\phi) = \cos(\phi) + j \sin(\phi)$ sehingga persamaannya menjadi: [47]

$$Z(\omega) = Z_0[\cos(\phi) + j \sin(\phi)] \dots\dots\dots(3.4)$$

Untuk menentukan resistansi, kapasitansi, dan induktansi maka persamaan impedansi dapat dipisahkan menjadi bagian riil dan bagian imajiner, yaitu: [47]

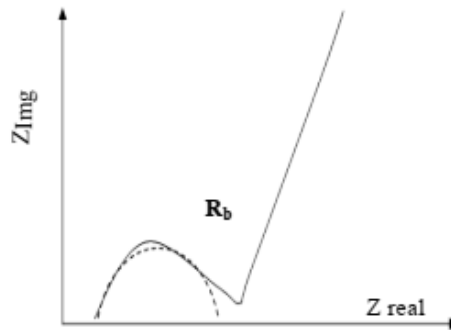
$$Z'_{riil} = Z_0 \cos(\phi) : R \text{ (resistansi)} \dots\dots\dots(3.5)$$

$$Z'_{imj} = Z_0 \sin(\phi) : C \text{ (kapasitansi)} + L \text{ (induktansi)} \dots\dots\dots(3.6)$$



Gambar 3.5 Nyquist Plot dan Bode Plot (Choi, et al., 2020)

Dari persamaan diatas dapat diambil kesimpulan bahwa bagian riil menunjukkan resistansi, sedangkan bagian imajiner menunjukkan kapasitansi dan induktansi. Persamaan tersebut nilai impedansi dapat disajikan, bentuk penyajian dari impedansi EIS dapat menggunakan *Nyquist plot* dan *Bode plot*.



Gambar 3. 6 Nyquist Plot (Pengukuran Impedansi Komponen Sel)
(Lestariningsih, et al., 2017)

Nyquist plot lebih banyak digunakan dalam analisis karena kemudahan dalam menganalisis mekanisme reaksi aktif dan memberikan gambaran tentang mekanisme yang mungkin dari model rangkaian ekuivalen. *Bode plot* memiliki kelebihan dalam menentukan perbedaan dalam system yang tidak stabil (fase kekerasan atau perubahan besaran). Pemodelan sirkuit pada analisis EIS dilakukan untuk memahami seluruh sistem elektrokimia [53]. Interpretasi EIS disajikan dalam Nyquist plot, diagram ini biasanya berbentuk setengah lingkaran yang menggambarkan resistansi bulk (R_b) dan satu garis lurus yang menggambarkan induktansi Warburg yang menandakan proses transportasi difusi ditunjukkan pada Gambar 3.6.

Perhitungan konduktifitas dilakukan dengan melakukan interpretasi dari ukuran busur. Dimana akan didapatkan nilai impedansi R_{bahan} dan R_{ion} . Nilai R_{bahan} menunjukkan karakteristik dari bahan material yang bersifat ohmik, sementara R_{ion} menunjukkan karakteristik kualitatif dari transfer ion antar elektroda. Karakteristik R_{bahan} selalu nampak pada data berfrekuensi tinggi, sementara R_{ion} teramati pada frekuensi rendah. Untuk mendapatkan nilai R_{tot} , maka kita harus mendapatkan $Z''=0$ dengan cara melakukan ekstrapolasi membentuk setengah lingkaran. R_{tot} merupakan penjumlahan

dari R_{bahan} dan R_{ion} . Dari nilai $Z = R_{tot}$ ini, kita dapat menentukan konduktifitas bahan dengan menggunakan Persamaan :

$$\sigma = \frac{t}{R_{tot} \times A} \dots\dots\dots(3.7)$$

dengan :

$$R_{tot} = R_{bahan} + R_{ion} \dots\dots\dots(3.8)$$

Keterangan :

t = Tebal sampel (cm)

A = Luas permukaan sampel (cm²)

R_{bahan} = Resistansi bahan (Ω)

R_{ion} = Resistansi ion (Ω)

R_{tot} = Resistansi bahan dan ion (Ω)

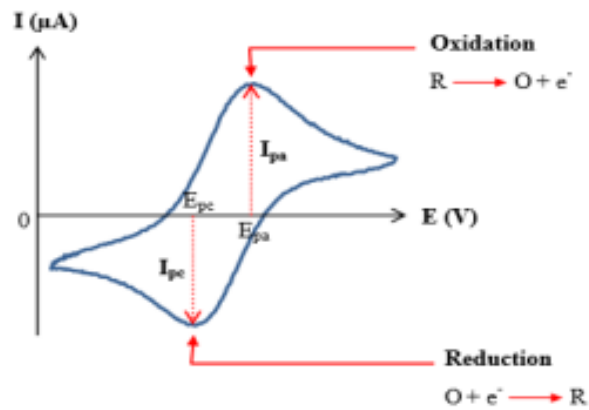
σ = Konduktivitas (S/cm)

Konduktivitas menggambarkan kemampuan ion Li untuk berpindah dari anoda ke katoda sebagai penghantar arus di dalam baterai Li-ion.

3.4.4 *Cyclic Voltammetry (CV)*

Voltametri siklik (*Cyclic Voltammetry*) adalah metode yang biasa digunakan dalam elektrokimia untuk mempelajari proses reduksi dan oksidasi (redoks). CV digunakan untuk melihat performa baterai yang meliputi nilai potensial dan arus yang dimiliki oleh baterai setelah dilakukan uji siklus elektrokimia. Ketika baterai memiliki kestabilan CV yang baik setelah beberapa kali siklus percobaan dapat dikatakan bahwa baterai tersebut memiliki performa yang bagus [54]. Hal ini dapat dicapai dengan mempertimbangkan korelasi antara potensial yang diterapkan dan arus yang diukur. Karena sistem ini melibatkan reaksi redoks pada anoda dan katoda,

jumlah arus yang dihasilkan oleh peristiwa reaksi pada dua elektroda dipantau. Pengukuran arus dilakukan dalam rentang potensial awal dan akhir yang sama. Mengingat potensi awal, awalnya tidak ada reaksi elektrokimia pada permukaan elektroda. Selanjutnya, ketika senyawa aktif mengalami reaksi reduksi, ia mengalir secara linier menuju nilai potensial secara konstan. Voltamogram siklik diperoleh dengan cara mengukur arus pada elektroda kerja selama scan potensial. Voltamogram yang dihasilkan merupakan kurva antara arus (pada sumbu vertikal) versus potensial (sumbu horizontal). Kurva Voltamogram siklik dapat dilihat pada Gambar 3.7.



Gambar 3. 7 Kurva Hasil siklik voltammogram (Brownson, 2013)

Hasil siklik voltametri adalah plot E vs I dimana puncak yang muncul pada potensial tertentu menunjukkan adanya proses reaksi redoks aktif. Pada Gambar 2.10 menunjukkan Potensial memanjang dari E_1 ke E_2 dan ini tingkat yang dicapai adalah *voltammetry scan rate* (atau gradien garis) biasanya diukur dalam V/s . Plot arus terhadap potensial (tegangan) disebut sebagai siklik voltamogram (CV). Siklik Voltamogram digunakan untuk reaksi elektrokimia reversibel menggunakan makroelektoda. Pada gambar diatas E_{pc} dan E_{pa} adalah potensi puncak di katoda dan pada anoda.

Sedangkan I_{pc} dan I_{pa} adalah puncak arus di katoda dan puncak arus pada anoda [55].

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengaruh Penggunaan Metode Ko-Presipitasi Oksalat dan Variasi Waktu Pengadukan

Metode ko-presipitasi oksalat digunakan dalam penelitian ini karena metode ini dinilai rendah dalam biaya, menghasilkan material dengan *purity* tinggi dan performa baterai yang baik [56]. Metode ko-presipitasi menggunakan oksalat untuk menghasilkan material NMC yang seragam [44]. Waktu pengadukan merupakan salah satu faktor yang perlu diperhatikan dalam metode ko-presipitasi oksalat sehingga pada penelitian ini juga dilakukan analisa pengaruh variasi waktu pengadukan yaitu 30 menit, 60 menit dan 180 menit pada struktur kristal material NMC-721 yang dihasilkan. Struktur kristal dari material NMC-721 dengan variasi waktu pengadukan 30 menit, 60 menit dan 180 menit dilakukan dengan menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*), identifikasi rasio komposisi prekursor dilakukan dengan menggunakan XRF (*X-ray Fluoresence*), dan distribusi partikel untuk prekursor NMC-721 yang disintesis melalui metode ko-presipitasi oksalat dianalisa menggunakan PSA (*Particle Size Analyzer*).

4.1.1 Struktur Kristal Hasil Sintesis NMC-721 dengan Variasi Waktu pengadukan

Tabel 4.1 Hasil indeks persetujuan dan properti umum sampel S30, S60 dan S180 dari NMC-721

Indeks Persetujuan	S30	S60	S180
Rex	2,55421	2,60278	2,60831

Tabel 4.1 (Lanjutan)

Indeks Persetujuan	S30	S60	S180
Rwp	3,57914	4,74157	3,19365
Goodness of Fit	1,96356	3,3187	1,49919
Properti Umum Unit Sel			
a (Å)	2,88076	2,8893	2,87839
b (Å)	2,88076	2,8893	2,87839
c (Å)	14,2253	14,29367	14,21899
α (°)	90	90	90
β (°)	90	90	90
γ (°)	120	120	120
Volume (Å ³)	102,2369	103,383	102,0233
Assumed crystal system	Hexagonal	Hexagonal	Hexagonal
	Trigonal	Trigonal	
Crystal system	(Hexagonal axes)	(Hexagonal axes)	Trigonal (hexagonal axes)

Tabel 4.1 adalah data hasil indeks persetujuan dan properti umum dari sampel dengan waktu pengadukan 30 menit (S30), waktu pengadukan 60 menit (S60) dan waktu pengadukan 180 menit (S180). Dalam Tabel 4.1 juga menunjukkan bahwa R_{ex} tertinggi diperoleh pada S180 yaitu sebesar 2,60831 dan R_{ex} terendah diperoleh pada S30 yaitu sebesar 2,55421. S60 memiliki volume tertinggi yaitu 103,383 Å³. Selanjutnya S60 memiliki nilai R_{wp} tertinggi yakni sebesar 4,74157 dan R_{wp} terendah diperoleh pada

S180 yaitu 3,19365. Sudut alfa, beta dan gamma untuk ketiga sampel memiliki nilai yang identik. Nilai R_{wp} merupakan indikator statistik yang menunjukkan kualitas dari kristal yang terbentuk. Parameter komparatif antara teoritis dan eksperimental dapat digunakan untuk memantau konvergensi model. R_{wp} harus mencapai nilai R_{ex} untuk mempertimbangkan model struktur yang dapat diterima. Nilai R_{wp} untuk hasil yang baik adalah 2% hingga 10%. Evaluasi *goodness of fit* digunakan perbandingan nilai dari R_{wp} dengan R_{ex} . R_{ex} berhubungan dengan kualitas difraktogram eksperimental dimana semakin kecil nilainya maka semakin baik. Tiap langkah dalam proses termasuk perubahan morfologi selama proses sintering harus sempurna sehingga dapat dihasilkan struktur oksida nikel-mangan-kobalt yang ideal [57]. Chunlei [11] melakukan penelitian terhadap pengaruh waktu pengadukan pada rentang 12-24 jam pada material katoda $[\text{Ni}_{0,2}\text{Mn}_{0,52}\text{Co}_{0,08}]\text{O}_2$ hasilnya diperoleh parameter *lattice* $a(\text{\AA})$ 2,85 dan $c(\text{\AA})$ 14,2 untuk semua variasi waktu pengadukan dengan tidak adanya perbedaan yang signifikan di antara variasi tersebut sehingga diperoleh rasio c/a 4,9 yang mengindikasikan bahwa material ini memiliki struktur hexagonal yang tidak hanya merepresentasikan susunan kation tapi juga mengukur bagaimana lapisan material tersebut. Hal ini menunjukkan kesamaan dengan hasil yang diperoleh dalam penelitian ini dimana variasi pengadukan 30, 60 dan 180 (menit) juga menunjukkan hasil parameter *lattice* $a(\text{\AA})$ 2,85 dan $c(\text{\AA})$ 14,2 untuk semua variasi. Sehingga hasil dari penelitian ini dapat menjadi data tambahan bahwa dengan waktu yang lebih singkat dari penelitian sebelumnya dapat diperoleh hasil yang sama.

4.1.2 Rasio Komposisi NMC-721

Tabel 4.2 Analisa XRF dari prekursor NMC-721

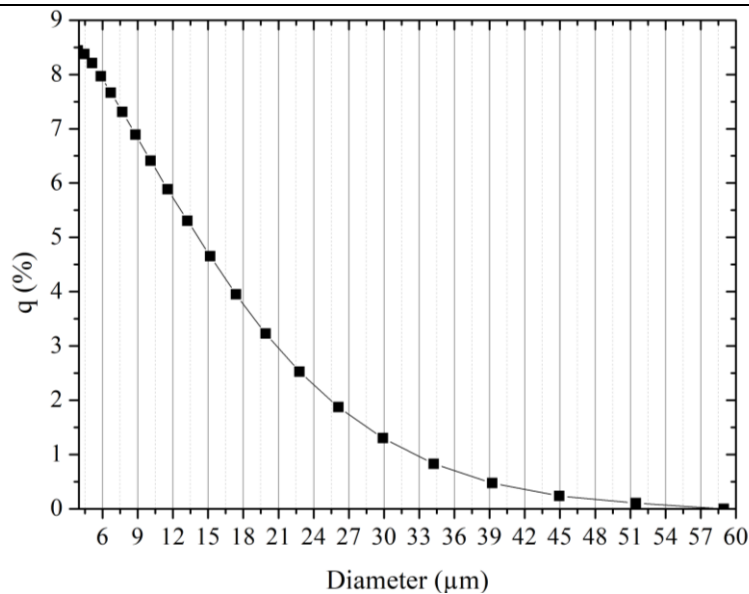
Unsur	Normalisasi
Ni	0,753
Mn	0,151
Co	0,097

Tabel 4.2 menunjukkan masing-masing rasio dari logam transisi yang terkandung dalam prekursor NMC-721 dengan waktu pengadukan 60 menit yaitu logam nikel (Ni), mangan (Mn), dan kobalt (Co) yaitu 7,5:1,5:1. Rasio ini mendekati rasio ideal untuk NMC-721 yaitu 7:2:1. Hal ini dapat terjadi karena adanya perbedaan kelarutan antara nikel oksalat dan mangan oksalat seperti yang terjadi pada NMC-811 yang menghasilkan sedikit perbedaan pada rasio stokiometri hasil sintesis menggunakan metode ko-presipitasi. Pada kondisi pH yang sama mangan oksalat memiliki kelarutan empat kali lebih tinggi dibandingkan dengan nikel oksalat [29]. Kelarutan ini mempengaruhi hasil dari ko-presipitasi karena nikel oksalat akan mengendap lebih dahulu dibanding dengan mangan oksalat yang masih terlarut. Hasil XRF juga dapat menunjukkan bahwa material katoda yang disintesis melalui metode ko-presipitasi memiliki presentase unsur yang mendekati rasio ideal yang diinginkan untuk jenis NMC-721 seperti pada penelitian yang dilakukan oleh Kartini [58] yang menggunakan XRF sebagai metode untuk mendeteksi komponen elementer dari (Ni, Mn, Co)SO₄ sebagai *raw material* untuk prekursor NMC pada baterai Li-ion.

4.1.3 Distribusi Ukuran Partikel

Tabel 4.3 Ukuran partikel dari prekursor NMC-721

Test	D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀	Mean size
1	3,447	6,6224	18,0216	9,016
2	3,9638	7,345	18,0444	9,5098
3	3,4993	6,8414	17,7918	9,0719
Avg.	3,6367	6,9363	17,9526	9,1992



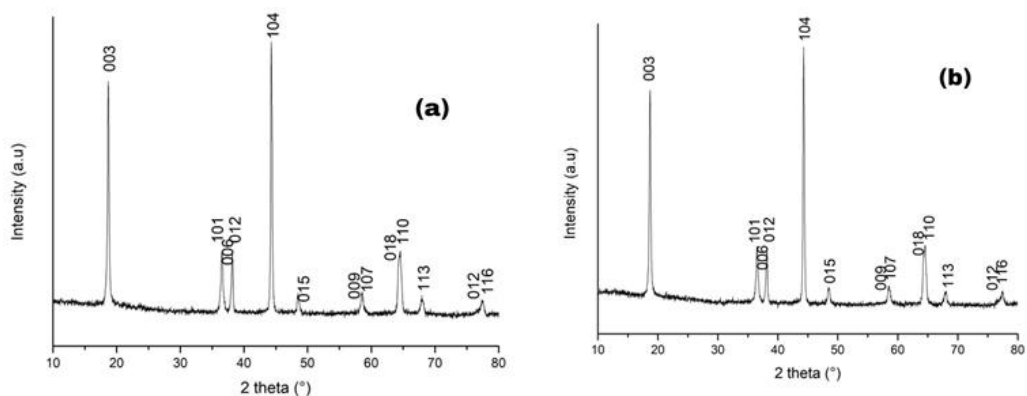
Gambar 4.1 Grafik PSA dari prekursor NMC-721

Distribusi ukuran partikel pada sampel NMC-721 dengan waktu pengadukan 60 menit ditunjukkan pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.1 dimana desil data yaitu D₁₀, D₅₀, dan D₉₀ memiliki rata-rata ukuran 9,19923 µm. D-value dianggap sebagai diameter pembagian massa, dimana semua partikel dalam sampel diatur dari yang memiliki massa terkecil hingga terbesar dan dibagi dalam presentase tertentu. Presentase massa di bawah diameter yang diinginkan dinyatakan dengan angka setelah ‘D’. Sehingga D₁₀ menunjukkan diameter dimana 10% dari massa sampel terdiri atas partikel

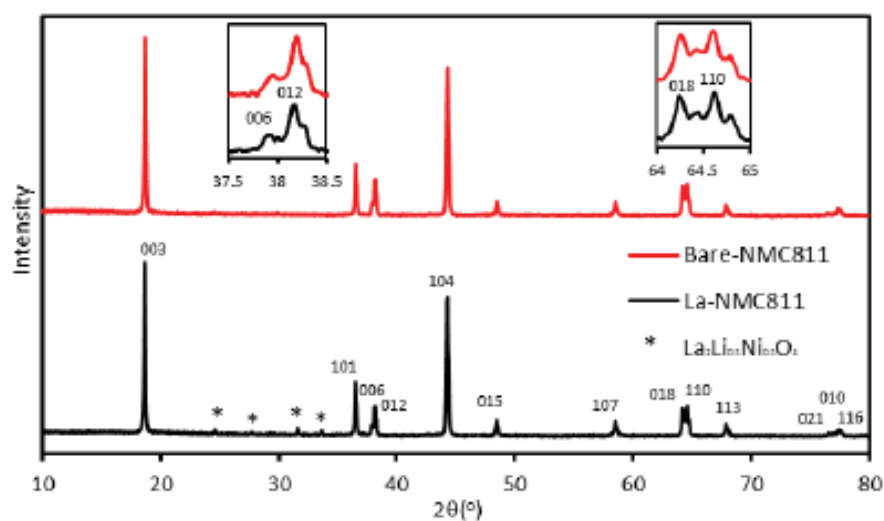
yang lebih kecil, D_{50} adalah diameter dimana 50% dari massa sampel terdiri atas partikel yang lebih kecil, dan D_{90} adalah diameter dimana 90% dari massa sampel terdiri atas partikel yang lebih kecil. Distribusi ukuran partikel ini penting untuk diketahui karena ukuran partikel dari katoda ini mempengaruhi proses interkalasi dan deinterkalasi selama *charge-discharge* yang juga berpengaruh pada performa baterai [59]. Sesuai juga dengan tujuan penggunaan metode ko-presipitasi yang diharapkan dapat diperoleh kristal dengan ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih homogen (Sajidah, 2017).

4.2 Pengaruh Penambahan Lithium Konsentrasi 3% dan 5% Pada Struktur Kristal Hasil Sintesis NMC-721

Lithium dengan konsentrasi sebesar 3% dan 5% ditambahkan pada prekursor NMC-721 yang disintesis melalui metode ko-presipitasi oksalat karena metode ini dinilai rendah dalam biaya, menghasilkan material dengan *purity* tinggi dan performa baterai yang baik [56].



Gambar 4.2 Pola difraksi untuk sampel NMC-721 dengan 3% Li (a) dan 5% Li (b)



Gambar 4.3 Pola difraksi XRD pada sampel NMC-811 [58]

Tabel 4.4 Properti umum untuk satuan sel

Indeks Persetujuan	S30	S60
a. (Å)	2,88158	2,88214
b. (Å)	2,88158	2,88214
c. (Å)	14,21451	14,2154
α (°)	90	90
β (°)	90	90
γ (°)	120	120
Volume (Å ³)	102,2173	102,2631
Assumed crystal system	Hexagonal	Hexagonal
Crystal system	Trigonal (hexagonal axes)	Trigonal (hexagonal axes)

Gambar 4.2 menunjukkan keseluruhan pola difraksi dari sampel NMC-721 dengan penambahan Li sebesar 3% (Gambar 4.2a) dan dengan penambahan Li sebesar 5% (Gambar 4.2b). Pola XRD dari kedua sampel menunjukkan pola yang

sama dengan pola XRD pada sampel NMC-811 yang dikerjakan pada penelitian sebelumnya oleh Fakhrudin dan Kartini [58] pada Gambar 4.3 yang muncul puncak-puncak khas pada 2θ 37,5-38,5° dan 64-65°. Variasi 5% Li memiliki volume terbaik yaitu 102,2631 Å³ dibanding variasi 3% Li yang hanya 102,2173 Å³. *Noise* yang ditunjukkan pada pola difraksi mengindikasikan bahwa ada fasa minor yang terdapat pada sampel NMC-721[59]. Hasil analisa mengidentifikasi bahwa terdapat separasi yang jelas dari (101)/(012) dan *doublet* (018)/(110). Struktur heksagonal dari kedua sampel menunjukkan struktur lapisan α -NaFeO yang terdefinisi dengan baik yang memiliki kelompok ruang R-3m (ICSD No. 291468) tanpa puncak pengotor [24]. Hal ini sama dengan NMC-721 komersil, dimana saat kandungan Li meningkat puncak difraksi bergeser pada sudut 2θ yang lebih tinggi sesuai dengan konstanta *lattice* (kisi) sumbu *a*- dan *c*- yang lebih rendah karena adanya penurunan volume kisi [48].

Tabel 4.4 menunjukkan properti umum dari satuan sel untuk sampel dengan Li 3% dan Li 5%. Kedua sampel NMC-721 dengan Li 3% dan 5% menunjukkan struktur heksagonal. Perbedaan intensitas terjadi karena adanya perbedaan jumlah konsentrasi Li yang ditambahkan sehingga mempengaruhi proses pembentukan struktur prekursor [57]. Konsentrasi Li yang lebih sedikit menghasilkan susunan *layer* yang lebih baik dan campuran kation Li⁺/Ni²⁺ dengan konsentrasi yang lebih kecil [60].

Tabel 4.5 Parameter material katoda NMC-721 dengan Li 3% dan Li 5%

Parameter	NMC-721 + 3% <i>Li-excess</i>	NMC-721 + 5% Li- <i>excess</i>	<i>Ideal Value</i>
$I_{(003)}/I_{(104)}$	0,9577	0,9570	>1,2 (<i>desirable cation mixing</i>)
c/a	4,9329	4,9323	<4,96 : <i>partial cation mixing</i> >4,899 : <i>ideal</i>

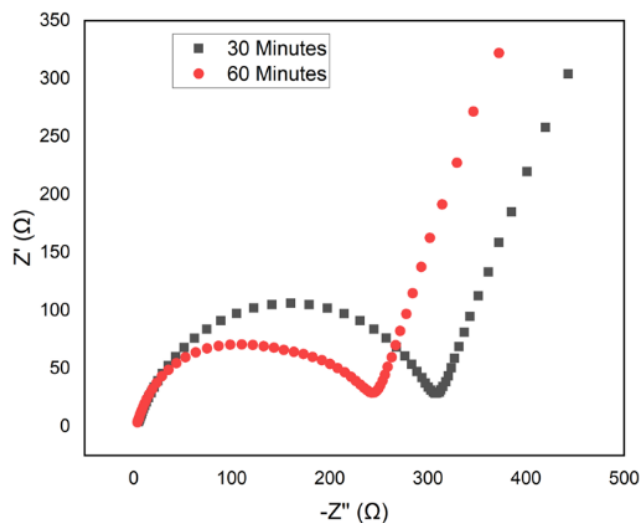
Tabel 4.5 menunjukkan parameter untuk material katoda NMC-721 dengan Li 3% dan Li 5%. Rasio $I_{(003)}/I_{(104)}$ dipertimbangkan sebagai evaluasi dari derajat pencampuran kation dan berdasarkan data terdapat perbedaan sebesar 0,0007 antara Li 3% dan Li 5% hal ini karena adanya perbedaan konsentrasi. Kedua sampel dengan konsentrasi 3% dan 5% memiliki hasil rasio $I_{(003)}/I_{(104)}$ dibawah nilai ideal ($> 1,2$) yang mengindikasikan bahwa kedua sampel tidak memiliki campuran kation yang diinginkan [48], [61]. Kondisi ini disebabkan oleh peningkatan kapasitas pelepasan ion Ni^{2+} pada lapisan Li, faktor ini tentu merugikan kinerja elektrokimia dari baterai [61]. Nilai c/a sesuai dengan stabilitas struktur berlapis seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.5, tidak ada perbedaan besar antara kedua bubuk. Nilai pada sampel dengan konsentrasi Li 3% sedikit lebih tinggi dari Li 5%, menunjukkan struktur berlapis yang lebih baik setelah penambahan 3% Li. Faktor ini bermanfaat untuk meningkatkan kinerja elektrokimia bahan katoda [61]. Nilai c/a dari kedua bubuk lebih tinggi dari yang ideal, tetapi kurang dari 4,96, itu berarti bubuk memiliki pencampuran kation parsial [62]. Hasil yang sama juga diperoleh pada

penelitian oleh Mubarak [63] yang melakukan penambahan lithium sebesar 3% dan 5% pada katoda NMC-811 dan memperoleh rasio c/a masing-masing sebesar 4,9387 dan 4,9284 semakin banyak penambahan lithium yang dilakukan menyebabkan rasio c/a menurun yang berarti kedua sampel memiliki campuran kation parsial yang ideal namun peningkatan konsentrasi penambahan lithium mereduksi nilai rasio c/a .

4.3 Analisa EIS dan CV Pada Sampel NMC-721 Dengan Variasi Waktu pengadukan

Katoda NMC-721 yang disintesis melalui metode ko-presipitasi dilakukan evaluasi terhadap performa elektroniknya dengan menggunakan *Electrochemical Impedance Spectrometry* (EIS) dan *Cyclic Voltametry* (CV).

4.3.1 Analisa *Electrochemical Impedance Spectrometry* (EIS)



Gambar 4. 4 Kurva Nyquist untuk sampel dengan waktu pengadukan 30 menit dan 60 menit

Gambar 4.4 menunjukkan kurva *Nyquist* sebagai hasil dari analisa dengan menggunakan EIS. Sampel Li-NMC-721 yang disintesis menggunakan metode ko-presipitasi dengan menggunakan variasi waktu

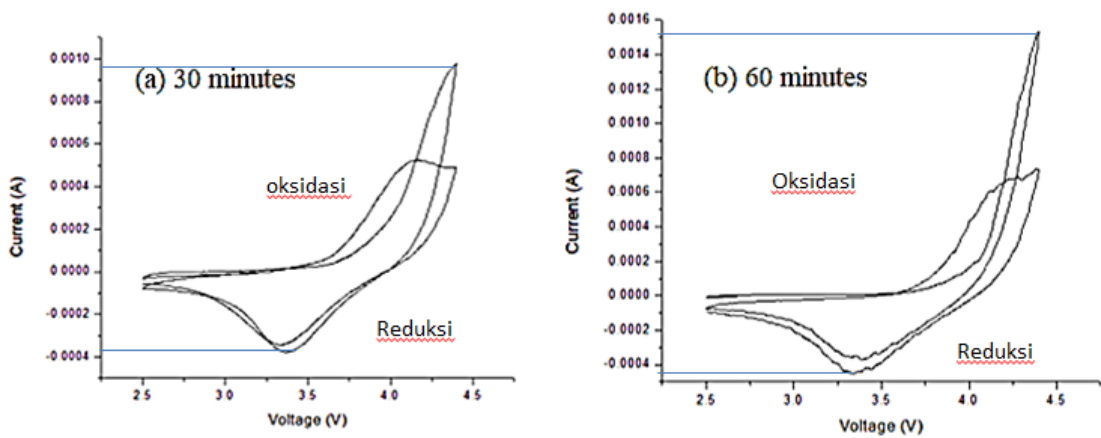
pengadukan 30 menit (S30) dan 60 menit (S60) memiliki bentuk semi *circle*, kedua semi *circle* berada pada pita frekuensi tinggi dan garis linier juga terbentuk pada rentang frekuensi yang lebih rendah. Resistansi imajiner (Z') terletak pada sumbu-x dan resistansi riil (Z'') terletak pada sumbu-y. Analisa kualitatif dilakukan berdasarkan hasil observasi dari diameter semi *circle* yang terbentuk. Pada Gambar 4.3 dapat terlihat bahwa diameter semi *circle* dari sampel dengan variasi waktu pengadukan 30 menit lebih besar daripada diameter semi *circle* pada sampel waktu pengadukan 60 menit. Hal ini dapat mengindikasikan bahwa resistansi perpindahan muatan pada S30 lebih besar dari S60 karena semakin besar diameter semi *circle* maka semakin besar juga resistansi perpindahan muatan (R_p). Dalam Gambar 4.3 juga ditunjukkan tinggi kurva atau puncak kurva semi *circle*, dimana S30 memiliki puncak kurva yang lebih tinggi dari S60, puncak kurva ini berpengaruh pada sifat kapasitif. sifat kapasitif merupakan sifat yg dapat menyerap dan menyimpan listrik dalam waktu tertentu. Semakin tinggi puncak kurva, maka semakin rendah sifat kapasitifnya. Pada ujung semi *circle* terdapat kurva linier yang terbentuk pada daerah frekuensi rendah. Kurva linier ini berkaitan dengan difusi ion selama interkalasi dan de-interkalasi [64]. Kemiringan kurva linier yang lebih tinggi menunjukkan adanya proses difusi ion lithium yang lebih cepat. Dalam hal ini kedua sampel memiliki kemiringan kurva linier yang hampir sama.

Tabel 4. 6 Parameter impedansi untuk sampel dengan waktu pengadukan 30 menit dan 60 menit

Waktu pengadukan (min)	Parameter Impedansi		
	$R_p.R$ (Ω)	$CPE.N$	σ_i (S/cm)
30	317,58	0,99571	2,00379E-05
60	262,68	0,99395	2,42258E-05

Tabel 4.6 menunjukkan hasil pengukuran karakteristik impedansi termasuk nilai resistansi transfer muatan (R_p) dan konduktivitas ionik (σ_i). berdasarkan hasil penelitian ini, semakin lama waktu pengadukan yang dilakukan maka nilai resistansi transfer muatan (R_p) semakin rendah terlihat dari nilai R_p pada S60 (262,68 Ω) lebih rendah dari nilai R_p pada S30 (317,58 Ω). Nilai R_p yang tinggi menunjukkan bahwa elektron pada material katoda berjalan dengan lebih lambat. Pada sampel dengan waktu pengadukan 30 menit (S30) juga ditunjukkan nilai konduktivitas ionik (σ_i) yang lebih rendah dari sampel dengan waktu pengadukan (S60). Hal ini mengindikasikan bahwa S60 memiliki konduktivitas ionik yang lebih baik, konduktivitas ionik yang tinggi ini menandakan bahwa ion Li^+ berdifusi dengan baik melalui lapisan material katoda NMC [65].

4.3.2 Analisa *Cyclic Voltametry* (CV)



Gambar 4. 5 Kurva cyclic voltametry (CV) untuk sampel dengan waktu pengadukan 30 menit (a) dan waktu pengadukan 60 menit (b)

Gambar 4.5 (a) dan (b) menunjukkan kurva CV dari kedua sampel dengan variasi waktu pengadukan 30 menit (S30) dan waktu pengadukan 60 menit (S60). Kurva CV berada pada range voltase 2,5 hingga 4,5 volt. Kurva CV menunjukkan bahwa kedua sampel memiliki puncak reduksi dan puncak oksidasi yang menandakan bahwa kedua sampel bersifat konduktif. Sampel dengan waktu pengadukan 30 menit (S30) memiliki intensitas puncak oksidasi pada $1,0 \times 10^{-3}$ A dan puncak reduksi pada $0,4 \times 10^{-3}$ A. Sementara, sampel dengan waktu pengadukan 60 menit (S60) memiliki puncak oksidasi pada $1,6 \times 10^{-3}$ A dan puncak reduksi juga pada $0,4 \times 10^{-3}$ A, hal ini relative tinggi. Kedua sampel memiliki siklus yang jelas. Hasil puncak yang jelas ini menunjukkan bahwa terjadi stabilitas proses interkalasi dan de-interkalasi pada baterai. Puncak oksidasi mengindikasikan proses de-interkalasi sedangkan puncak reduksi mengindikasikan proses interkalasi. Dari kedua sampel, sampel dengan waktu pengadukan 60 menit (S60) memiliki proses interkalasi dan de-interkalasi yang lebih baik. Resistansi transfer muatan

yang rendah pada S60 juga menunjukkan bahwa ada transportasi yang cepat selama reaksi redoks berlangsung [66].

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka kesimpulan yang dapat diambil adalah:

1. Telah berhasil dilakukan sintesis NMC-721 dengan menggunakan metode ko-presipitasi oksalat dan dengan melakukan variasi pada konsentrasi penambahan lithium (3% dan 5%) serta variasi waktu pengadukan (30, 60, dan 180) menit. Hasil uji dengan XRF menunjukkan rasio dari logam transisi yang terkandung dalam prekursor NMC-721 yaitu logam nikel (Ni), mangan (Mn), dan cobalt (Co) yaitu 7,5:1,5:1. Rasio ini mendekati rasio ideal untuk NMC-721 yaitu 7:2:1. Hasil uji PSA menunjukkan desil data yaitu D_{10} , D_{50} , dan D_{90} memiliki rata-rata ukuran 9,19923 μm .
2. Hasil uji XRD pada sampel dengan variasi waktu pengadukan menunjukkan bahwa waktu pengadukan terbaik diperoleh pada variasi 60 menit (S60) dengan volume terbaik yaitu 103,383 \AA^3 . S60 memiliki nilai R_{wp} tertinggi yakni sebesar 4,74157 dan memiliki struktur heksagonal. Penambahan lithium dengan konsentrasi 3% dan 5% tidak menunjukkan pengaruh yang signifikan terhadap pola difraksi XRD yang dihasilkan namun volume terbaik ditunjukkan pada variasi penambahan 5% Li yaitu dengan volume 102,2631 \AA^3 . Kedua sampel dengan penambahan Li 3% dan 5% menunjukkan pola struktur kristal heksagonal.
3. Uji performa dengan menggunakan EIS dan CV dilakukan pada sampel dengan waktu pengadukan 30 menit dan 60 menit. Hasil EIS menunjukkan

bahwa semakin lama waktu pengadukan yang dilakukan maka nilai resistansi transfer muatan (R_p) semakin rendah terlihat dari nilai R_p pada S60 (262,68 Ω) lebih rendah dari nilai R_p pada S30 (317,58 Ω). Sampel dengan waktu pengadukan 30 menit (S30) juga ditunjukkan nilai konduktivitas ionik (σ_i) yang lebih rendah dari sampel dengan waktu pengadukan (S60). Hasil CV menunjukkan bahwa kedua sampel memiliki puncak reduksi dan puncak oksidasi yang menandakan bahwa kedua sampel bersifat konduktif. Sampel dengan waktu pengadukan 30 menit (S30) memiliki intensitas puncak oksidasi pada $1,0 \times 10^{-3}$ A dan puncak reduksi pada $0,4 \times 10^{-3}$ A. Sementara, sampel dengan waktu pengadukan 60 menit (S60) memiliki puncak oksidasi pada $1,6 \times 10^{-3}$ A dan puncak reduksi juga pada $0,4 \times 10^{-3}$ A.

5.2 Saran

Adapun saran yang diperoleh selama penelitian dan setelah penelitian berlangsung adalah sebagai berikut:

1. Pengujian XRF seharusnya dilakukan pada semua sampel baik NMC-721 maupun Li-NMC-721
2. Penggunaan variasi dalam penelitian yang digunakan harus lebih jelas dan lebih teratur langkah-langkah pengerjaannya.
3. Variabel yang digunakan seperti variasi penambahan lithium harus lebih jelas rentangnya dan dibuat lebih banyak agar dapat diketahui perbedaannya yang lebih signifikan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. Firoz, "A review : Advantages and Disadvantages of Biodiesel," *Int. Res. J. Eng. Technol.*, vol. 04, no. 11, pp. 530–535, 2017.
- [2] Kementerian Energi Dan Sumber Daya Mineral, "Menteri ESDM: Cadangan Minyak Indonesia Tersedia untuk 9,5 Tahun dan Cadangan Gas 19,9 Tahun," *SIARAN PERS NOMOR: 028.Pers/04/SJI/2021*, 2021. <https://www.esdm.go.id/id/media-center/arsip-berita/menteri-esdm-cadangan-minyak-indonesia-tersedia-untuk-95-tahun-dan-cadangan-gas-199-tahun> (accessed May 20, 2023).
- [3] Y. Lu, X. Rong, Y. S. Hu, L. Chen, and H. Li, "Research and development of advanced battery materials in China," *Energy Storage Mater.*, vol. 23, pp. 144–153, 2019, doi: 10.1016/j.ensm.2019.05.019.
- [4] Y. Liu, R. Zhang, J. Wang, and Y. Wang, "Current and future lithium-ion battery manufacturing," *iScience*, vol. 24, no. 4, p. 102332, 2021, doi: 10.1016/j.isci.2021.102332.
- [5] D. Guyomard and J. M. Tarascon, "Rechargeable $\text{Li}_1 + x \text{Mn}_2 \text{O}_4$ / Carbon Cells with a New Electrolyte Composition: Potentiostatic Studies and Application to Practical Cells," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 140, no. 11, pp. 3071–3081, Nov. 1993, doi: 10.1149/1.2220987.
- [6] L. A. Diaz, M. L. Strauss, B. Adhikari, J. R. Klaehn, J. S. McNally, and T. E. Lister, "Electrochemical-assisted leaching of active materials from lithium ion batteries," *Resour. Conserv. Recycl.*, vol. 161, p. 104900, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.resconrec.2020.104900.
- [7] A. Manthiram, "An Outlook on Lithium Ion Battery Technology," *ACS Cent. Sci.*, vol. 3, no. 10, pp. 1063–1069, 2017, doi: 10.1021/acscentsci.7b00288.
- [8] S. S. Nisa *et al.*, "A Fast Approach to Obtain Layered Transition-Metal Cathode Material for Rechargeable Batteries," *Batteries*, vol. 8, no. 1, p. 4, Jan. 2022, doi: 10.3390/batteries8010004.
- [9] T. Le Thi *et al.*, "Modified Coprecipitation Synthesis of Nickel-Rich NMC ($\text{Li}_1.0 \text{Ni}_0.6 \text{Mn}_0.2 \text{Co}_0.2 \text{O}_2$) for Lithium-Ion Batteries: A Simple, Cost-Effective, Environmentally Friendly Method," *ACS Omega*, vol. 8, no. 48, pp. 45414–45427, Dec. 2023, doi: 10.1021/acsomega.3c04717.
- [10] D. Wang, I. Belharouak, G. M. Koenig, G. Zhou, and K. Amine, "Growth mechanism of $\text{Ni}_0.3 \text{Mn}_0.7 \text{CO}_3$ precursor for high capacity Li-ion battery cathodes," *J. Mater. Chem.*, vol. 21, no. 25, p. 9290, 2011, doi: 10.1039/c1jm11077b.

- [11] C. Wang *et al.*, “Influences of carbonate co-precipitation temperature and stirring time on the microstructure and electrochemical properties of $\text{Li}_{1.2}[\text{Mn}_{0.52}\text{Ni}_{0.2}\text{Co}_{0.08}]\text{O}_2$ positive electrode for lithium ion battery,” *Solid State Ionics*, vol. 281, pp. 96–104, Nov. 2015, doi: 10.1016/j.ssi.2015.09.016.
- [12] R. Santhanam and B. Rambabu, “High rate cycling performance of $\text{Li}_{1.05}\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ materials prepared by sol–gel and co-precipitation methods for lithium-ion batteries,” *J. Power Sources*, vol. 195, no. 13, pp. 4313–4317, Jul. 2010, doi: 10.1016/j.jpowsour.2010.01.016.
- [13] S.-H. Park, S.-H. Kang, I. Belharouak, Y. K. Sun, and K. Amine, “Physical and electrochemical properties of spherical $\text{Li}_{1+x}(\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3})_{1-x}\text{O}_2$ cathode materials,” *J. Power Sources*, vol. 177, no. 1, pp. 177–183, Feb. 2008, doi: 10.1016/j.jpowsour.2007.10.062.
- [14] Q. Ma, S. Yin, F. Ding, J. Meng, S. Zhong, and C. Dai, “Understanding effects of lithium content on structural and electrochemical characteristics of $\text{Li}_{1+\text{Mn}_{0.7}\text{Ni}_{0.2}\text{Co}_{0.1}\text{O}_{2.25+2}}$ cathode materials for lithium-ion batteries,” *Mater. Sci. Eng. B*, vol. 246, pp. 143–152, Jul. 2019, doi: 10.1016/j.mseb.2019.05.017.
- [15] A. Poullikkas, “A comparative overview of large-scale battery systems for electricity storage,” *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 27, pp. 778–788, 2013, doi: 10.1016/j.rser.2013.07.017.
- [16] C. Parker, “Lead-acid battery energy-storage systems for electricity supply networks,” *J. Power Sources*, vol. 100, no. 1–2, pp. 18–28, Nov. 2001, doi: 10.1016/S0378-7753(01)00880-1.
- [17] J. F. Cole, “Battery energy-storage systems — an emerging market for lead/acid batteries,” *J. Power Sources*, vol. 53, no. 2, pp. 239–243, Feb. 1995, doi: 10.1016/0378-7753(94)02019-Y.
- [18] A. Shukla, “Nickel-based rechargeable batteries,” *J. Power Sources*, vol. 100, no. 1–2, pp. 125–148, Nov. 2001, doi: 10.1016/S0378-7753(01)00890-4.
- [19] O. Zelinsky, “Storage-integrated PV systems using advanced NiMH battery technology,” 2010.
- [20] M. Wakihara, “Recent developments in lithium ion batteries,” *Mater. Sci. Eng. R Reports*, vol. 33, no. 4, pp. 109–134, Jun. 2001, doi: 10.1016/S0927-796X(01)00030-4.
- [21] N. Kawakami *et al.*, “Development and field experiences of stabilization system using 34MW NAS batteries for a 51MW wind farm,” in *2010 IEEE International Symposium on Industrial Electronics*, Jul. 2010, pp. 2371–

2376. doi: 10.1109/ISIE.2010.5637487.

- [22] Y. Yuan, X. Zhang, P. Ju, K. Qian, and Z. Fu, “Applications of battery energy storage system for wind power dispatchability purpose,” *Electr. Power Syst. Res.*, vol. 93, pp. 54–60, Dec. 2012, doi: 10.1016/j.epsr.2012.07.008.
- [23] M. S. Whittingham, “Electrical Energy Storage and Intercalation Chemistry,” *Science (80-.)*, vol. 192, no. 4244, pp. 1126–1127, Jun. 1976, doi: 10.1126/science.192.4244.1126.
- [24] A. Tolouei, A. Kafrou, and S. K. Sadrnezaad, “Effects of lithium excess and Ni content on the electrochemical performance of $\text{Li}_{1+x}(\text{Ni}_{0.45-x}\text{Mn}_{0.4}\text{Co}_{0.15})\text{O}_2$ lithium-ion cathode materials in stoichiometric state,” *Mater. Res. Express*, vol. 6, no. 8, p. 085522, May 2019, doi: 10.1088/2053-1591/ab2019.
- [25] B. Xu, C. R. Fell, M. Chi, and Y. S. Meng, “Identifying surface structural changes in layered Li-excess nickel manganese oxides in high voltage lithium ion batteries: A joint experimental and theoretical study,” *Energy Environ. Sci.*, vol. 4, no. 6, p. 2223, 2011, doi: 10.1039/c1ee01131f.
- [26] X. Zhang, L. Yang, F. Hao, H. Chen, M. Yang, and D. Fang, “Lithium-Excess Research of Cathode Material $\text{Li}_2\text{MnTiO}_4$ for Lithium-Ion Batteries,” *Nanomaterials*, vol. 5, no. 4, pp. 1985–1994, Nov. 2015, doi: 10.3390/nano5041985.
- [27] M. Winter, B. Barnett, and K. Xu, “Before Li Ion Batteries,” *Chem. Rev.*, vol. 118, no. 23, pp. 11433–11456, 2018, doi: 10.1021/acs.chemrev.8b00422.
- [28] G. Zubi, R. Dufo-López, M. Carvalho, and G. Pasaoglu, “The lithium-ion battery: State of the art and future perspectives,” *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 89, no. April 2017, pp. 292–308, 2018, doi: 10.1016/j.rser.2018.03.002.
- [29] D. Wang, I. Belharouak, G. Zhou, and K. Amine, “Synthesis of Lithium and Manganese-Rich Cathode Materials via an Oxalate Co-Precipitation Method,” *J. Electrochem. Soc.*, vol. 160, no. 5, pp. A3108–A3112, 2013, doi: 10.1149/2.016305jes.
- [30] M.-K. Tran, A. DaCosta, A. Mevawalla, S. Panchal, and M. Fowler, “Comparative Study of Equivalent Circuit Models Performance in Four Common Lithium-Ion Batteries: LFP, NMC, LMO, NCA,” *Batteries*, vol. 7, no. 3, p. 51, Jul. 2021, doi: 10.3390/batteries7030051
- [31] J. Piątek, S. Afyon, T. M. Budnyak, S. Budnyk, M. H. Sipponen, and A. Slabon, “Sustainable Li-Ion Batteries: Chemistry and Recycling,” *Adv. Energy Mater.*, vol. 11, no. 43, 2021, doi: 10.1002/aenm.202003456.

- [32] J. Li, J. Fleetwood, W. B. Hawley, and W. Kays, "From Materials to Cell: State-of-the-Art and Prospective Technologies for Lithium-Ion Battery Electrode Processing," *Chem. Rev.*, vol. 122, no. 1, pp. 903–956, Jan. 2022, doi: 10.1021/acs.chemrev.1c00565.
- [33] M. M. Loghavi, A. Nahvibayani, M. H. Moghim, M. Babaiee, S. Baktashian, and R. Eqra, "Electrochemical evaluation of $\text{LiNi}_{0.5}\text{Mn}_{0.3}\text{Co}_{0.2}\text{O}_2$, $\text{LiNi}_{0.6}\text{Mn}_{0.2}\text{Co}_{0.2}\text{O}_2$, and $\text{LiNi}_{0.8}\text{Mn}_{0.1}\text{Co}_{0.1}\text{O}_2$ cathode materials for lithium-ion batteries: from half-coin cell to pouch cell," *Monatshefte für Chemie - Chem. Mon.*, vol. 153, no. 12, pp. 1197–1212, Dec. 2022, doi: 10.1007/s00706-022-02995-9.
- [34] B. Priyono, M. R. Nugraha, A. Z. Syahrial, Faizah, and A. Subhan, "Optimizing performance of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ nanorod doped C@ZnO by hydrothermal synthesis as half-cell lithium-ion battery anode," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 541, no. 1, p. 012025, Jun. 2019, doi: 10.1088/1757-899X/541/1/012025.
- [35] Z. Ahmad, T. Xie, C. Maheshwari, J. C. Grossman, and V. Viswanathan, "Machine Learning Enabled Computational Screening of Inorganic Solid Electrolytes for Suppression of Dendrite Formation in Lithium Metal Anodes," *ACS Cent. Sci.*, vol. 4, no. 8, pp. 996–1006, Aug. 2018, doi: 10.1021/acscentsci.8b00229.
- [36] P. Birke, "A first approach to a monolithic all solid state inorganic lithium battery," *Solid State Ionics*, vol. 118, no. 1–2, pp. 149–157, Mar. 1999, doi: 10.1016/S0167-2738(98)00462-7.
- [37] R. M. Salgado, F. Danzi, J. E. Oliveira, A. El-Azab, P. P. Camanho, and M. H. Braga, "The latest trends in electric vehicles batteries," *Molecules*, vol. 26, no. 11, pp. 1–41, 2021, doi: 10.3390/molecules26113188.
- [38] N. Leifer *et al.*, "Linking structure to performance of $\text{Li}_{1.2}\text{Mn}_{0.54}\text{Ni}_{0.13}\text{Co}_{0.13}\text{O}_2$ (Li and Mn rich NMC) cathode materials synthesized by different methods," *Phys. Chem. Chem. Phys.*, vol. 22, no. 16, pp. 9098–9109, 2020, doi: 10.1039/d0cp00400f.
- [39] X. Ma, H. He, Y. Sun, and Y. Zhang, "Synthesis of $\text{Li}_{1.2}\text{Mn}_{0.54}\text{Co}_{0.13}\text{Ni}_{0.13}\text{O}_2$ by sol-gel method and its electrochemical properties as cathode materials for lithium-ion batteries," *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 28, no. 22, pp. 16665–16671, 2017, doi: 10.1007/s10854-017-7578-y.
- [40] M. J. Uddin, P. K. Alaboina, and S. J. Cho, "Nanostructured cathode materials synthesis for lithium-ion batteries," *Mater. Today Energy*, vol. 5, pp. 138–157, 2017, doi: 10.1016/j.mtener.2017.06.008.
- [41] M. Malik, K. H. Chan, and G. Azimi, "Effect of Synthesis Method on the

Electrochemical Performance of $\text{LiNi}_x\text{MnCo}_{1-x-y}\text{O}_2$ (NMC) Cathode for Li-Ion Batteries: A Review,” 2021, pp. 37–46. doi: 10.1007/978-3-030-65489-4_5.

- [42] H. Dong and G. M. Koenig Jr, “Compositional control of precipitate precursors for lithium-ion battery active materials: role of solution equilibrium and precipitation rate,” *J. Mater. Chem. A*, vol. 5, no. 26, pp. 13785–13798, 2017, doi: 10.1039/C7TA03653A.
- [43] V. Pimenta *et al.*, “Synthesis of Li-Rich NMC: A Comprehensive Study,” *Chem. Mater.*, vol. 29, no. 23, pp. 9923–9936, Dec. 2017, doi: 10.1021/acs.chemmater.7b03230.
- [44] H. Dong and G. M. Koenig, “A review on synthesis and engineering of crystal precursors produced via coprecipitation for multicomponent lithium-ion battery cathode materials,” *CrystEngComm*, vol. 22, no. 9, pp. 1514–1530, 2020, doi: 10.1039/C9CE00679F.
- [45] T.-H. Cho, Y. Shiosaki, and H. Noguchi, “Preparation and characterization of layered $\text{LiMn}_{1/3}\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{O}_2$ as a cathode material by an oxalate coprecipitation method,” *J. Power Sources*, vol. 159, no. 2, pp. 1322–1327, Sep. 2006, doi: 10.1016/j.jpowsour.2005.11.080.
- [46] M.-H. Lee, Y.-J. Kang, S.-T. Myung, and Y.-K. Sun, “Synthetic optimization of $\text{Li}[\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}]\text{O}_2$ via co-precipitation,” *Electrochim. Acta*, vol. 50, no. 4, pp. 939–948, Dec. 2004, doi: 10.1016/j.electacta.2004.07.038.
- [47] Maghfiroh, A. (2018). Analisis Pengaruh Waktu Pembakaran Gas Asetilen Dan Waktu Milling Terhadap Hasil Sintesis dan Performa Elektrokimia Anoda Baterai dari Material $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$. Institut Teknologi Sepuluh Nopember
- [48] Z. Chang *et al.*, “Synthesis and characterization of high-density non-spherical $\text{Li}(\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3})\text{O}_2$ cathode material for lithium ion batteries by two-step drying method,” *Electrochim. Acta*, vol. 53, no. 20, pp. 5927–5933, Aug. 2008, doi: 10.1016/j.electacta.2008.03.066.
- [49] R. Y. Christyaningsih, “Aplikasi Fisika Kuantum-Hamburan Pada ‘X-Ray Diffraction (XRD),’” *Methodol. Crystallography*, 2020.
- [50] P. Brouwer, *Theory of XRF*. 2010.
- [51] Horiba, *A Guidebook To Particle size Analysis*. USA: Horiba Instruments Inc., 2014.
- [52] T. Anggraini, *Sintesis dan Karakterisasi $\text{Fe}_{2-x}\text{La}_x\text{TiO}_5$ Sebagai Absorber Gelombang Elektromagnetik*. 2017.

- [53] W. Choi, H.-C. Shin, J. M. Kim, J.-Y. Choi, and W.-S. Yoon, "Modeling and Applications of Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) for Lithium-ion Batteries," *J. Electrochem. Sci. Technol.*, vol. 11, no. 1, pp. 1–13, Feb. 2020, doi: 10.33961/jecst.2019.00528.
- [54] N. Elgrishi, K. J. Rountree, B. D. McCarthy, E. S. Rountree, T. T. Eisenhart, and J. L. Dempsey, "A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry," *J. Chem. Educ.*, vol. 95, no. 2, pp. 197–206, Feb. 2018, doi: 10.1021/acs.jchemed.7b00361.
- [55] D. A. C. Brownson, "Graphene Electrochemistry : Fundamentals Through to Electroanalytical Applications," Manchester Metropolitan University, 2013.
- [56] D. Doughty and E. P. Roth, "A General Discussion of Li Ion Battery Safety," *Electrochem. Soc. Interface*, Jan. 2012, doi: 10.1149/2.F03122if.
- [57] H. Widiyandari, A. N. Sukmawati, H. Sutanto, C. Yudha, and A. Purwanto, "Synthesis of LiNi 0.8 Mn 0.1 Co 0.1 O 2 cathode material by hydrothermal method for high energy density lithium ion battery," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1153, p. 012074, Feb. 2019, doi: 10.1088/1742-6596/1153/1/012074.
- [58] M. Fakhrudin and E. Kartini, "La-incorporated NMC811 as a new Li-ion battery cathode material," 2022, p. 070003. doi: 10.1063/5.0123495.
- [59] A. S. Wijareni, H. Widiyandari, A. Purwanto, A. F. Arif, and M. Z. Mubarak, "Morphology and Particle Size of a Synthesized NMC 811 Cathode Precursor with Mixed Hydroxide Precipitate and Nickel Sulfate as Nickel Sources and Comparison of Their Electrochemical Performances in an NMC 811 Lithium-Ion Battery," *Energies*, vol. 15, no. 16, p. 5794, Aug. 2022, doi: 10.3390/en15165794.
- [60] E. D. Orlova, A. A. Savina, S. A. Abakumov, A. V. Morozov, and A. M. Abakumov, "Comprehensive Study of Li⁺/Ni²⁺ Disorder in Ni-Rich NMCs Cathodes for Li-Ion Batteries," *Symmetry (Basel)*, vol. 13, no. 9, p. 1628, Sep. 2021, doi: 10.3390/sym13091628.
- [61] F. Wu *et al.*, "The positive role of (NH₄)₃AlF₆ coating on Li[Li_{0.2}Ni_{0.2}Mn_{0.6}]O₂ oxide as the cathode material for lithium-ion batteries," *RSC Adv.*, vol. 7, no. 2, pp. 1191–1199, 2017, doi: 10.1039/C6RA24947G.
- [62] Y. Gao, "Novel LiNi_{1-x}Ti_{x/2}Mg_{x/2}O₂ Compounds as Cathode Materials for Safer Lithium-Ion Batteries," *Electrochem. Solid-State Lett.*, vol. 1, no. 3, p. 117, 1999, doi: 10.1149/1.1390656.
- [63] M. W. S. Mubarak, M. Fakhrudin, and E. Kartini, "The effect of Lithium excess on synthesizing NMC 811 cathode material," 2023, p. 020006. doi: 10.1063/5.0174701.

- [64] J. Ma, B. Li, H. Du, C. Xu, and F. Kang, "Inorganic-based sol–gel synthesis of nano-structured LiFePO₄/C composite materials for lithium ion batteries," *J. Solid State Electrochem.*, vol. 16, no. 4, pp. 1353–1362, Apr. 2012, doi: 10.1007/s10008-011-1491-8.
- [65] W. Zhao *et al.*, "High Voltage Operation of Ni-Rich NMC Cathodes Enabled by Stable Electrode/Electrolyte Interphases," *Adv. Energy Mater.*, vol. 8, no. 19, p. 1800297, Jul. 2018, doi: 10.1002/aenm.201800297.
- [66] C.-Y. Wu, Q. Bao, Y.-T. Tsai, and J.-G. Duh, "Tuning (003) interplanar space by boric acid co-sintering to enhance Li⁺ storage and transfer in Li(Ni_{0.8}Co_{0.1}Mn_{0.1})O₂ cathode," *J. Alloys Compd.*, vol. 865, p. 158806, Jun. 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2021.158806.

LAMPIRAN A
CONTOH PERHITUNGAN

Lampiran A. Contoh Perhitungan

Tabel A.1 Massa Molar Atom

Ar (g/mol)	
Li	6.941
Ni	58.6934
Mn	54.938
Co	58.933
O	15.9994
N	14.0067
C	12
H	1.0079
Na	22.9897
S	32.065
SO4	96.0626
CO3	59.9982
OH	17.0073
H2O	18.0152

Tabel A.2 Massa Molar Molekul

Massa molar	Nilai
Li₂CO₃	73.8802
LiOH	23.9483
NiSO₄.6H₂O	262.847
Mn(SO₄).H₂O	169.016

CoSO4.7H2O	263.087
Na2CO3	105.978
Na2C2O4	133.977
NaHCO3	83.9958
(NH4)CO3	96.0748
H2C2O4	89.9976
NaOH	39.997
MnCO3	114.936
NiCO3	118.692
NiMnCo- C2O4	181.966
NiMnCo-CO3	117.964
NiMnCo-OH2	91.9809
Li-NiMnCoO2	96.9061

Molar 2M

$$V_{tot} = \frac{mol}{molar\ yang\ diinginkan} \times 1000$$
$$= \frac{0,516}{2} \times 1000 = 257,9817\ ml \approx 258$$

NMC = 50 gr

$$mol = \frac{massa}{Mr} = \frac{50}{96,9060} = 0,516$$

Perhitungan Massa Prekursor Ni Yang digunakan:

$$massa\ NiSO_2.6H_2O = 0,51596 \times 262,847$$

$$massa = mol \times Mr = 135,618 \times 0,7 = 94,934\ gr$$

Perhitungan Massa Prekursor Mn Yang digunakan:

$$massa\ MnSO_4.H_2O = 0,52596 \times 169,0158$$

$$massa = mol \times Mr = 87,205 \times 0,2 = 17,441\ gr$$

Perhitungan Massa Prekursor Co Yang digunakan:

$$massa\ CoSO_4.7H_2O = 0,52596 \times 263,0868$$

$$massa = mol \times Mr = 135,7422 \times 0,1 = 13,574\ gr$$

Perhitungan Massa Prekursor Oksalat Yang digunakan:

$$massa\ H_2C_2O_4.2H_2O = 0,52596 \times 126,028$$

$$massa = mol \times Mr = 65,0254 \times 1,1 = 71,5279\ gr$$

LAMPIRAN B
DATA PENELITIAN

Lampiran B. Data Penelitian

Tabel B.1 Data EIS

Index	Frequency (Hz)	Z' (Ω)	-Z'' (Ω)	Z (Ω)	-Phase ($^{\circ}$)	Time (s)
1	50000	5.00024	4.03472	6.42506	38.9002	18.9759
2	40029	5.32004	4.7732	7.14747	41.8988	20.2112
3	32047	5.69767	5.64327	8.01934	44.7252	21.5529
4	25656	6.14947	6.67236	9.07394	47.3353	23.6914
5	20540	6.68689	7.88555	10.3391	49.7023	25.8801
6	16444	7.33297	9.31995	11.8589	51.8042	28.0188
7	13165	8.10761	11.0036	13.668	53.6167	30.1373
8	10540	9.04788	12.9889	15.8296	55.1395	32.1798
9	8437.8	10.1904	15.3183	18.3982	56.3665	34.2424
10	6755.2	11.5782	18.0295	21.427	57.2922	35.4827
11	5408.1	13.2703	21.189	25.0015	57.9418	37.6361
12	4329.6	15.3403	24.8436	29.1981	58.3057	38.8361
13	3466.2	17.8802	29.0699	34.1286	58.4053	40.9598
14	2775	20.9933	33.935	39.9037	58.2578	42.9773
15	2221.6	24.8348	39.4646	46.6285	57.8181	44.0971
16	1778.6	29.5891	45.7122	54.4529	57.0854	46.8915
17	1423.9	35.476	52.6322	63.472	56.0186	48.7826
18	1140	42.6946	60.1157	73.7342	54.6174	50.7648
19	912.64	51.5264	68.0526	85.3589	52.8686	52.8224

Index	Frequency (Hz)	Z' (Ω)	-Z'' (Ω)	Z (Ω)	-Phase ($^\circ$)	Time (s)
20	730.65	62.1094	76.1477	98.2652	50.7978	54.9562
21	584.95	74.6297	83.953	112.329	48.3646	57.1556
22	468.3	88.9567	91.2392	127.428	45.7257	59.2835
23	374.91	104.992	97.4637	143.257	42.8704	60.5543
24	300.15	122.451	102.224	159.512	39.8557	61.8653
25	240.3	140.997	105.252	175.949	36.7408	64.1196
26	192.38	160.024	106.186	192.05	33.5668	67.1149
27	154.01	179.003	105.098	207.576	30.4185	68.3857
28	123.3	197.395	102.1	222.237	27.3496	69.7424
29	98.713	214.727	97.2973	235.742	24.3763	71.9765
30	79.028	230.663	91.1068	248.004	21.553	73.3123
31	63.269	244.934	83.9907	258.935	18.9274	74.749
32	50.652	257.496	76.3388	268.574	16.5133	78.5301
33	40.551	267.848	68.4256	276.45	14.3305	81.4436
34	32.465	276.512	60.7955	283.117	12.4001	83.0016
35	25.991	283.369	53.6414	288.401	10.7192	84.6555
36	20.808	288.953	47.4141	292.817	9.31858	86.5102
37	16.658	293.94	42.0775	296.936	8.14656	88.3858

Index	Frequency (Hz)	Z' (Ω)	-Z'' (Ω)	Z (Ω)	-Phase ($^\circ$)	Time (s)
38	13.336	297.414	37.4941	299.768	7.18521	90.4279
39	10.677	300.418	33.9506	302.331	6.4477	92.5956
40	8.5478	303.051	31.2987	304.663	5.89653	94.7937
41	6.8432	305.355	29.5133	306.778	5.52063	97.0871
42	5.4786	307.518	28.5949	308.845	5.31244	99.4614
43	4.3861	309.496	28.6913	310.823	5.29638	102.92
44	3.5114	311.618	29.5535	313.017	5.41766	105.278
45	2.8112	313.101	31.4175	314.673	5.73005	107.773
46	2.2506	315.115	34.388	316.986	6.22796	110.35
47	1.8018	318.204	38.4619	320.52	6.892	113.032
48	1.4425	320.702	43.7097	323.667	7.76123	115.825
49	1.1548	323.724	50.647	327.662	8.89192	118.723
50	0.92454	327.095	58.8014	332.339	10.1911	123.955
51	0.74017	331.819	68.7808	338.873	11.7106	127.181
52	0.59257	337.108	81.2214	346.755	13.5464	130.755
53	0.4744	342.895	94.994	355.81	15.4846	134.672
54	0.3798	351.408	112.572	368.999	17.7626	142.47
55	0.30406	361.527	133.181	385.278	20.2231	147.243
56	0.24343	372.43	158.751	404.853	23.0865	152.752
57	0.19488	385.228	184.976	427.337	25.6491	165.046

Index	Frequency (Hz)	Z' (Ω)	-Z'' (Ω)	Z (Ω)	-Phase ($^\circ$)	Time (s)
58	0.15602	400.991	219.758	457.26	28.7244	172.328
59	0.12491	419.645	257.778	492.495	31.5614	189.767
60	0.1	443.142	304.181	537.495	34.4665	210.724

Tabel B.2 Lanjutan Data EIS

Index	Frequency (Hz)	Z' (Ω)	-Z'' (Ω)	Z (Ω)	-Phase ($^{\circ}$)	Time (s)
1	50000	4.10523	3.55572	5.43103	40.8972	18.9519
2	40029	4.36417	4.23789	6.08323	44.159	20.1774
3	32047	4.67409	5.04677	6.87873	47.1955	22.3713
4	25656	5.04461	6.00398	7.84193	49.9627	23.627
5	20540	5.49366	7.14177	9.01028	52.4315	25.8962
6	16444	6.03726	8.49221	10.4195	54.5903	28.0451
7	13165	6.69945	10.0901	12.1117	56.4175	29.2856
8	10540	7.5112	11.9839	14.1433	57.9217	31.4895
9	8437.8	8.52033	14.2312	16.5868	59.0907	33.5217
10	6755.2	9.7821	16.8729	19.5034	59.8968	34.7776
11	5408.1	11.3727	19.9735	22.9843	60.3433	36.9214
12	4329.6	13.4032	23.5785	27.1217	60.3839	39.0445
13	3466.2	15.9999	27.7273	32.0125	60.0131	40.3005
14	2775	19.3393	32.4331	37.7613	59.1932	43.0842
15	2221.6	23.5969	37.6327	44.4188	57.911	45.0508
16	1778.6	28.9738	43.2116	52.0262	56.1578	47.8095
17	1423.9	35.6284	48.9048	60.5067	53.9257	48.9139
18	1140	43.6423	54.5186	69.835	51.3226	51.0373
19	912.64	53.003	59.6035	79.7615	48.3546	53.1803
20	730.65	63.4951	63.9766	90.1368	45.2164	55.2832

Index	Frequency (Hz)	Z' (Ω)	-Z'' (Ω)	Z (Ω)	-Phase ($^\circ$)	Time (s)
21	584.95	74.8923	67.2774	100.673	41.934	57.4867
22	468.3	86.6979	69.429	111.072	38.6883	59.5747
23	374.91	98.5573	70.4463	121.145	35.5563	60.8453
24	300.15	110.261	70.6036	130.929	32.6327	62.1565
25	240.3	121.708	70.1683	140.486	29.9648	64.3804
26	192.38	132.63	69.1349	149.567	27.5313	65.621
27	154.01	143.241	67.829	158.489	25.3389	67.8908
28	123.3	153.28	66.1136	166.931	23.3317	69.2116
29	98.713	163.441	64.4032	175.672	21.5068	71.4761
30	79.028	173.221	62.3362	184.096	19.7921	72.8578
31	63.269	182.603	59.848	192.16	18.1465	74.3097
32	50.652	191.926	57.1195	200.246	16.5736	75.7768
33	40.551	200.289	53.8934	207.413	15.0603	78.7414
34	32.465	208.177	50.3238	214.173	13.5897	81.1475
35	25.991	215.363	46.6265	220.353	12.2161	82.7658
36	20.808	221.499	42.838	225.603	10.9459	84.6204
37	16.658	226.608	39.3026	229.991	9.83945	86.4956
38	13.336	231.196	36.0694	233.993	8.86734	88.5371
39	10.677	234.966	33.3606	237.322	8.08088	90.705

Index	Frequency (Hz)	Z' (Ω)	-Z'' (Ω)	Z (Ω)	-Phase ($^\circ$)	Time (s)
40	8.5478	238.064	31.2552	240.107	7.47951	93.841
41	6.8432	240.72	29.7788	242.555	7.05207	96.0391
42	5.4786	242.859	29.166	244.604	6.84811	98.4133
43	4.3861	245.324	29.3005	247.068	6.8109	100.813
44	3.5114	247.409	30.4131	249.271	7.00801	103.262
45	2.8112	249.52	32.3418	251.607	7.38529	105.758
46	2.2506	251.411	35.2087	253.864	7.9721	108.334
47	1.8018	253.863	39.4622	256.912	8.83573	111.016
48	1.4425	256.268	44.4777	260.099	9.84613	113.793
49	1.1548	259.048	51.3088	264.081	11.2034	116.697
50	0.92454	263.11	59.7542	269.81	12.7952	121.909
51	0.74017	267.3	70.0632	276.33	14.6876	125.134
52	0.59257	271.658	82.3124	283.854	16.8568	128.723
53	0.4744	277.946	97.0033	294.387	19.239	132.625
54	0.3798	284.455	114.877	306.776	21.9912	140.409
55	0.30406	293.367	137.592	324.03	25.1271	145.167
56	0.24343	302.106	162.613	343.091	28.2919	150.687
57	0.19488	314.639	191.56	368.365	31.334	162.966
58	0.15602	329.69	227.313	400.458	34.5853	170.218
59	0.12491	346.449	271.585	440.211	38.0933	187.642

Index	Frequency (Hz)	Z' (Ω)	-Z'' (Ω)	Z (Ω)	-Phase ($^\circ$)	Time (s)
60	0.1	372.578	322.023	492.456	40.8372	197.798

LAMPIRAN C
GAMBAR ALAT DAN BAHAN

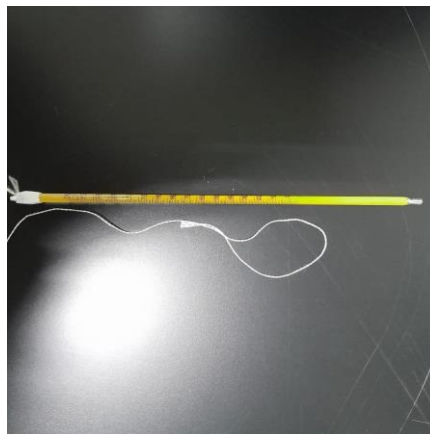
Lampiran C. Gambar Alat dan Bahan



Gambar C.1 *Electronic Balance*



Gambar C.2 *pH meter*



Gambar C.3 *Termometer Batang*



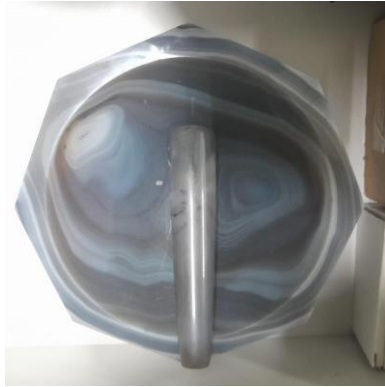
Gambar C.4 Oven



Gambar C.5 Hotplate



Gambar C.6 Muffle Furnace



Gambar C.7 Mortar



Gambar C.8 Ayakan



Gambar C.9 Krusibel



Gambar C.10 Batang Statif



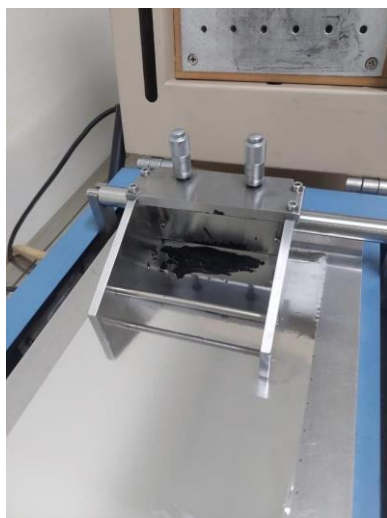
Gambar C.11 Sarung Tangan Latex



Gambar C.12 *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*



Gambar C.13 *Cyclic Voltammetry (CV)*



Gambar C.14 Mesin Cetak *Slurry*



Gambar C.15 Gelas Kimia



Gambar C.16 $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$



Gambar C.17 $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$



Gambar C.18 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$



Gambar C.19 $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$



Gambar C.20 *Glove Box*



Gambar C.21 *Spatula*



Gambar C.22 *Pipet Tetes*