TUGAS AKHIR – SF184801

ANALISIS PENGARUH VARIASI SUHU KALSINASI PADA SINTESIS $NaFePO_4$ SEBAGAI MATERIAL KATODA BATERAI MELALUI METODE SOL-GEL

Bobby Refokry Oeza
NRP 01111740000040

Pembimbing
Prof. Dr. Darminto

Kopembimbing
Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2021

TUGAS AKHIR – SF 141501

ANALISIS PENGARUH VARIASI SUHU KALSINASI PADA SINTESIS $NaFePO_4$ SEBAGAI MATERIAL KATODA BATERAI MELALUI MATODE SOL-GEL

Bobby Refokry Oeza
NRP 01111740000040

Pembimbing
Prof. Dr. Darminto

Kopembimbing
Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2021

"*Halaman ini sengaja dikosongkan"*

FINAL PROJECT - SF 141501

ANALYSIS ON THE EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURE VARIATION ON THE SYNTHESIS OF $NaFePO_4$ AS A BATTERY CATHODE MATERIAL BY SOL-GEL METHOD

Bobby Refokry Oeza
NRP 01111740000040

Supervisor
Prof. Dr. Darminto

Cosupervisor
Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF SCIENCE AND DATA ANALYTICS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA 2021

"*Halaman ini sengaja dikosongkan"*

LEMBAR PENGESAHAN

ANALISIS PENGARUH VARIASI SUHU KALSINASI PADA SINTESIS $NaFePO_4$ SEBAGAI MATERIAL KATODA BATERAI MELALUI METODE SOL-GEL

Disusun untuk memenuhi syarat kelulusan mata kuliah Tugas Akhir Program Strata 1

Departemen Fisika,
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Oleh:
Bobby Refokry Oeza
NRP 01111740000040

Disetujui oleh tim pembimbing Tugas Akhir

Pembimbing
Prof. Dr. Darminto
NIP. 196003031987001.1.002

Kopembimbing
Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D
NIP. 199020181201[illegible]

Surabaya, 1 Juni 2021

"*Halaman ini sengaja dikosongkan"*

ANALISIS PENGARUH VARIASI SUHU KALSINASI PADA SINTESIS $NaFePO_4$ SEBAGAI MATERIAL KATODA BATERAI MELALUI METODE SOL-GEL

Nama	**: Bobby Refokry Oeza**
NRP	**: 01111740000040**
Jurusan	**: Fisika, FSAD-ITS**
Pembimbing	**: Prof. Dr. Darminto**
Kopembimbing	**: Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D**

Abstrak

Sintesis material katoda baterai Natrium Ferro Fosfat ($NaFePO_4$) telah dilakukan dengan metode sol-gel. Dua variasi sampel yang digunakan pada proses pembentukan serbuk $NaFePO_4$ ini yaitu variasi pelarut pada tahap sintesis dan varisi suhu pada tahap kalsinasi dengan lingkungan gas Argon dan udara bebas. Bahan baku yang digunakan merupakan bahan-bahan kimia berupa Na_2C0_3, $FeCl_2.4H_2O$, $(NH_4)H_2PO_4$ dengan bahan pelarut berupa HCl dan aquades. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh kandidat material katoda $NaFePO_4$ terbaik yang menggunakan variasi suhu kalsinasi 650°C, 700°C, dan 750°C selama 10 jam pada kondisi udara bebas dan atmosfir Argon. Karakterisasi serbuk $NaFePO_4$ yang digunakan adalah uji DTA-TGA untuk menganalisis perubahan termal, uji XRD untuk menganalisis pembentukan fasa, dan uji SEM untuk mengetahui morfologi pada fasa yang terbentuk. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pembentukan fasa dipengaruhi oleh variasi suhu kalsinasi. Temperatur kalsinasi yang memberikan fraksi $NaFePO_4$ tertinggi adalah 750°C untuk pemanasan selama 10 jam pada variasi sampel kedua dengan lingkungan atmosfir gas Argon dengan intensitas yang tinggi 82,8%. Sedangkan pada lingkungan udara bebas yaitu pada perlakuan panas temperatur 650°C variasi sampel kedua 77,1%. Kemurnian paling tertinggi didapatkan pada temperatur 750°C dengan variasi sampel kedua atmosfir gas Argon. Gas Argon, variasi sampel kedua, dan 750°C merupakan variasi yang paling bagus.

Kata kunci : Maricite-$NaFePO_4$, Kalsinasi, Temperatur.

"*Halaman ini sengaja dikosongkan"*

ANALYSIS ON THE EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURE VARIATION ON THE SYNTHESIS OF $NaFePO_4$ AS A BATTERY CATHODE MATERIAL BY SOL-GEL METHOD

Name	**: Bobby Refokry Oeza**
NRP	**: 01111740000040**
Major	**: Physics, FSAD-ITS**
Supervisor	**: Prof. Dr. Darminto**
Cosupervisor	**: Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D**

Abstract

The synthesis of the cathode material for the sodium ferrous phosphate (NaFePO4) battery has been carried out using the sol-gel method. Two variations of samples used in the process of forming NaFePO4 powder, namely solvent variations in the synthesis stage and temperature variations in the calcination stage with Argon gas and free air. The raw materials used are chemicals in the form of Na2C03, FeCl2.4H2O, (NH4)H2PO4 with solvents in the form of HCl and aquades. This study aims to obtain the best candidate for NaFePO4 cathode material using various calcination temperatures of 650°C, 700°C, and 750°C for 10 hours in free air and Argon atmosphere. The characterization of the NaFePO4 powder used was the DTA-TGA test to analyze the thermal changes, the XRD test to analyze the phase formation, and the SEM test to determine the morphology of the formed phase. The results showed that the phase formation was influenced by variations in the calcination temperature. The calcination temperature which gives the highest NaFePO4 fraction is 750°C for heating for 10 hours in the second variation of the sample with an atmosphere of Argon gas with a high intensity of 82.8%. The other hand, the free air environment is in the heat treatment of temperature of 650°C, the variation of the second sample is 77.1%. The highest purity is obtained at a temperature of 750°C with variations of the second sample of Argon gas atmosphere. Argon gas, the second sample variation, and 750°C are the best variations.

Key words: Maricite-$NaFePO_4$, Calcination, Temperature.

"*Halaman ini sengaja dikosongkan"*

.

KATA PENGANTAR

Dengan menyebut nama Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang, penulis panjatkan puja dan puji syukur atas kehadirat-Nya, yang telah melimpahkan rahmat, hidayah, dan inayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan tugas akhir yang berjudul: laporan tugas akhir yang berjudul: laporan tugas akhir yang berjudul:

"ANALISIS PENGARUH VARIASI SUHU KALSINASI PADA SINTESIS $NaFePO_4$ SEBAGAI MATERIAL KATODA BATERAI MELALUI METODE SOL-GEL" SOL-GEL"

Penulis mempersembahkan laporan tugas akhir ini kepada Indonesia khususnya di bidang teknologi sains. Penulisan laporan tugas akhir ini telah penulis susun dengan maksimal dan mendapat bantuan dari berbagai pihak sehingga dapat memperlancar pembuatan laporan tugas akhir ini. Untuk itu penulis menyampaikan banyak terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu, baik dalam dukungan moril, material dan pengertiannya dalam pembuatan tugas akhir ini:

1. Bapak Prof. Dr. Darminto dan Ibu Fahmi, M.Si, Ph.D sebagai dosen pembimbing Tugas Akhir yang telah membagi pengalaman, wawasan, dan memberikan bimbingan terbaiknya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan baik.
2. Kedua orang tua, beserta kakak, yang telah memberikan segala yang terbaik kepada penulis. Atas doa, dukungan moral, dan kepercayaan yang telah diberikan.
3. Bapak Dr. Zainuri, M.Si sebagai dosen wali penulis yang telah memberikan nasihat dan bimbingan dalam menjalani kehidupan kampus di Departemen Fisika dari tahun 2017 sampai 2021.

4. Segenap Dosen, Laboran, dan Admin Jurusan Fisika ITS yang senantiasa memberikan ilmu pengetahuan yang sangat berharga.
5. Mbak Eka, Mbak Rima, dan Mbak Diah tim riset $NaFePO_4$, sebagai teman diskusi terkait penelitian dan menemani dalam proses pengerjaan Tugas Akhir ini.
6. Teman-teman 2017 terkhusus kepada Ahim., Nirwan, Darwin, Pramitha, Yusuf, Roby, Egi, Hakam, Rivaeld, Irvan, Rifal, Firman yang senantiasa memberikan tempat, canda-tawa, keluh kesah, dan semangatnya dalam mengerjakan tugas selama perkuliahan maupun dalam pengerjaan Tugas Akhir.
7. Kepada keluarga Fisika ITS 2016, 2017, 2018, 2019 khususnya lab. Material yang telah menemani perjalanan penulis selama menjalani studi di Fisika ITS.
8. Rekan-rekan dari Colearn, Mbak Zizi dan Uni Rini yang telah memberikan jalan baru bagi penulis dalam mempersiapkan kehidupan pasca kampus serta bantuan material yang diberikan oleh Colearn sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini dengan baik.
9. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu-persatu

Penulis menyadari atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki, oleh karena itu penulis akan menerima kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan penulisan Tugas Akhir ini. Semoga Tugas Akhir ini dapat bermanfaat bagi semua pihak, baik dibidang penelitian maupun lainnya.

Surabaya, 29 Juni 2021

Penulis
bobbyoeza20@gmail.com

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....i
COVER PAGE.....iii
LEMBAR PENGESAHAN.....v
ABSTRAK.....vii
ABSTRACT.....ix
KATA PENGANTAR.....xi
DAFTAR ISI.....xiii
DAFTAR TABEL.....xv
DAFTAR GAMBAR.....xviii

BAB I – PENDAHULUAN.....1
1.1 Latar Belakang……1
1.2 Rumusan Masalah……2
1.3 Tujuan Penelitian…….2
1.4 Manfaat penelitian……..……2
1.5 Batasan Masalah……..3
1.6 Sistematika Laporan……..…….3

BAB II – TINJAUAN PUSTAKA.....5
2.1 Baterai Sekunder…….....6
2.2 Material Katoda Natrium Fero Phosphate ($NaFePO_4$)...……...10
2.3 Metode Sol Gel……. 16
2.4 Bahan Pembentuk Natrium Fero Phosphate (NFP).....18
2.4.1 Natrium Karbonat (Na_2CO_3)……18
2.4.2 Iron Dicloride ($FeCl_2 \cdot 4H_2O$)……....19

2.4.3 Ammonium Dihidrogen Phosphate ($(NH_4)H_2PO_4$)…… 19

BAB III – METODOLOGI PENELITIAN.....21
3.1 Alat dan bahan…….....21
3.1.1 Peralatan dan Bahan Tahap Sintesis dan Kalsinasi $NaFePO_4$.....21
3.1.2 Peralatan Pengujian Sampel $NaFePO_4$.....22

3.2 Variabel Penelitian…….23
3.3 Langkah Kerja……...24
3.3.1 Tahap Pra-sintesis dan Sintesis Sampel.....24

3.4 Tahap Karakterisasi……...28
3.4.1 Karakterisasi DTA-TGA.....28
3.4.2 Karakterisasi XRD.....28
3.4.3 Karakterisasi SEM.....29
3.5 Flowchart Penelitian……..29

BAB IV – ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN.....33
4.1 Hasil Analisis Uji DTA-TGA.....33
4.2 Hasil Analisis Uji XRD.....36
4.3 Hasil Analisis Uji SEM.....54

BAB V – KESIMPULAN DAN SARAN.....59
5.1 Kesimpulan.....59
5.2 Saran.....59

DAFTAR PUSTAKA.....61
LAMPIRAN A.....67
LAMPIRAN B.....71
BIODATA PENULIS.....85

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Peralatan yang Digunakan untuk Tahap Sintesis dan Kalsinasi $NaFePO_4$ 21
Tabel 3.2 Bahan yang Digunakan untuk Sintesis $NaFePO_4$. 22
Tabel 3.3 Volume Pelarut dan Massa Bahan Baku Variasi Pertama Sampel $NaFePO_4$ 26
Tabel 3.4 Volume Pelarut dan Massa Bahan Baku Variasi Kedua Sampel $NaFePO_4$ 26
Tabel 4.1 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Udara Bebas 650°C 10 jam 37
Tabel 4.2 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Udara Bebas 700°C 10 jam.....37
Tabel 4.3 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Udara Bebas 750°C 10 jam 39
Tabel 4.4 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Argon 650°C 10 jam 39
Tabel 4.5 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Argon 700°C 10 jam 41
Tabel 4.6 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Argon 750°C 10 jam 41
Tabel 4.7 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Udara Bebas 650°C 10 jam 43
Tabel 4.8 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Udara Bebas 700°C 10 jam 43
Tabel 4.9 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Udara Bebas 750°C 10 jam 45
Tabel 4.10 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Argon 650°C 10 jam 45

Tabel 4.11 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Argon 700°C 10 jam 47
Tabel 4.12 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Argon 750°C 10 jam 47
Tabel 4.13 Hasil Konsentrasi Fasa Marcite Variasi Suhu dan Atmosfir pada Sampel I 51
Tabel 4.14 Hasil Konsentrasi Fasa Marcite Variasi Suhu dan Atmosfir pada Sampel II 51

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Komponen Baterai Sekunder (Rodriguez 2014) 6
Gambar 2.2 Skema Kerja Baterai Sekunder Na (Kubota and Komaba 2015)..... 8
Gambar 2.3 Material Katoda dan Anoda untuk Baterai Natrium-ion (Rodriguez 2014)..... 11
Gambar 2.4 Struktur dari Maricite $NaFePO_4$ dan Jalur Difusi Na (Kim et al. 2015) 12
Gambar 2.5 Grafik XRD referensi (Zhao et al. 2017)..... 15
Gambar 3.1 Peralatan Pengujian Karakteristik Sampel (a) Differential Thermal Analysis (DTA-TGA), (b) X-Ray Diffractometer (XRD), (c) Scanning Electron Microscopy (SEM).....23
Gambar 3.2 (a) dan (b) Proses stirring sebelum dilakukan pencampuran larutan. (c) Proses stirring setelah dilakukan pencampuran larutan dan sampel yang telah berbentuk gel. (d) Hasil sampel yang sudah dikeringkan. (e) Proses kalsinasi. (f) Sampel hasil kalsinasi. 27
Gambar 3.3 Diagram Alir Langkah Kerja Variasi Pertama 30
Gambar 3.4 Diagram Alir Langkah Kerja Variasi Kedua ... 31
Gambar 4.1 Hasil Uji DTA-TGA Katoda $NaFePO_4$.....33
Gambar 4.2 Hasil X-Ray Diffraction Variasi Sampel Pertama $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Udara Bebas 37
Gambar 4.4 Hasil X-Ray Diffraction Variasi Sampel Pertama $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Atmosfir Argon. 41
Gambar 4.5 Analisis Fasa pada Pola X-Ray Diffraction Variasi Sampel Pertama $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Atmosfir Argon. 43

Gambar 4.6 Hasil X-Ray Diffraction Variasi Sampel Kedua $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Udara Bebas. 46
Gambar 4.7 Analisis Fasa pada Pola X-Ray Diffraction Variasi Sampel Kedua $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Udara Bebas. 47
Gambar 4.8 Hasil X-Ray Diffraction Variasi Sampel Kedua $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Atmosfir Argon 49
Gambar 4.9 Analisis Fasa pada Pola X-Ray Diffraction Variasi Sampel Kedua $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Atmosfir Argon. 50
Gambar 4.10 Pola Difraksi Sampel II Serbuk $NaFePO_4$ pada Suhu 750^oC Atmosfir Gas Argon yang Cenderung Sama dengan Referensi..... 52
Gambar 4.11 Hasil Karakterisasi SEM dari Katoda $NaFePO_4$ Kalsinasi 750^oC Selama 10 jam pada Atmosfir Argon Variasi Sampel Kedua (a) perbesaran 1000x (b) perbesaran 2500x (c) perbesaran 5000x (d) perbesaran 7000x. 56

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Baterai lithium-ion merupakan salah satu jenis baterai sekunder yang bahan katodanya berbasis ion lithium. Berdasarkan pada karakteristik elektrokimianya, ion lithium dapat memberikan kepadatan energi, penghantar arus listrik, dan tegangan output terbesar dibandingkan menggunakan katoda jenis lain. Kepadatan energi yang tinggi dan kinerja siklusnya, baterai Li-ion memainkan peran penting sebagai teknologi penyimpanan energi dalam perkembangan manusia di masa depan (Rodriguez 2014). Semenjak baterai Lithium-ion isi ulang dipopulerkan, baterai ini telah banyak digunakan untuk elektronik konsumen seperti ponsel, laptop, kendaraan listrik, dan lain sebagainya karena ringan dan efisien. Namun, teknologi lithium-ion saat ini masih kurang memenuhi semua persyaratan seperti dari segi biaya dan kelimpahan material (Grey and Hall 2020).

Pengeluaran utama adalah tingginya biaya bahan baku serta pengolahan bahan dan pengemasan sel. Pemilihan material, optimalisasi metode sintesis, otomatisasi manufaktur, dan masa pakai adalah kunci untuk menurunkan biaya (Rodriguez 2014). Nanoteknologi telah menjadi salah satu teknologi yang paling menjanjikan untuk memenuhi kekurangan persyaratan yang disebutkan di atas untuk baterai lithium ion. Metode sintesis yang berbeda telah dilakukan oleh para peneliti untuk memperoleh elektroda berstruktur nano seperti metode sol-gel. Elektroda yang dihasilkan melalui metode ini dapat menawarkan peningkatan kapasitas

penyimpanan energi dan kinetika serta siklus yang baik. Hal ini dapat dilihat dari ukuran dan morfologi struktur nano dengan keandalan, efisiensi, selektivitas, dan variasi yang lebih baik (Shirsath et al. 2018).

Berpikir di masa depan, ada kekhawatiran yang berkembang atas sumber daya lithium untuk beberapa dekade mendatang dengan meningkatnya permintaan lithium yang ditentukan oleh transportasi dan aplikasi terkait jaringan. Sebagai alternatif, jumlah natrium yang tidak terbatas dapat ditemukan di air laut, tetapi pemurnian lebih mahal dan rumit daripada mengekstraksi dari air asin melalui langkah pemekatan hanya dengan menggunakan energi matahari (Palomares et al. 2012). Itulah mengapa kimia baru yang didasarkan pada alternatif natrium daripada litium dibayangkan karena sumber natrium tidak terbatas dan mudah dipulihkan. Sodium telah berhasil diimplementasikan dalam sel Na / S suhu tinggi untuk penyimpanan level MW. Saat ini, mengembangkan sel natrium-ion bersuhu kamar tampaknya dapat dilakukan karena keberadaan bahan natrium-elektroda positif (katoda) yang sangat bersifat mengoksidasi *(oxidizer)* seperti $Na_{0.04}Mn_2O_4$ atau Na_2FePO_4F. Sebaliknya, bahan yang mampu memasukkan natrium dengan potensi rendah masih harus diselidiki. Baterai natrium-ion akan selalu gagal memenuhi kepadatan energi litium-ion karena natrium lebih berat daripada litium dan lebih sedikit reduksi. Namun, untuk aplikasi skala yang lebih besar, kekurangan tersebut akan dikompensasikan dengan biaya yang lebih rendah dari sumber daya Na tak terbatas (Kubota and Komaba 2015).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan pada pembahasan latar belakang, maka penulis menemukan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana cara dan proses pembentukan material katoda baterai $NaFePO_4$ yang disintesis menggunakan metode sol-gel?
2. Bagaimana pengaruh pelarut yang ditambahkan pada sintesis $NaFePO_4$ menggunakan metode sol-gel?
3. Bagaimana pengaruh suhu dan atmosfer pada kalsinasi terhadap fasa NaFePO4 yang terbentuk?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang dingin dicapai dari penelitian ini adalah untuk:

1. Mengetahui hasil analisa kualitatif dan kuantitatif pengaruh suhu dan atmosfer kalsinasi terhadap pembentukan fasa $NaFePO_4$.
2. Mengetahui hasil analisa kualitatif dan kuantitatif pengaruh pelarut yang ditambahkan pada sintesis $NaFePO_4$ menggunakan metode sol-gel.

1.4 Manfaat penelitian

Manfaat yang ingin dicapai dalam penelitian ini ada dua yaitu memberikan wawasan, ilmu pengetahuan, dan informasi terkait proses sintesis material katoda baterai NFP. Kemudian hasil penelitian dapat dijadikan sebagai referensi dan evaluasi kekurangannya dapat digunakan untuk pengoptimalan pada penelitian selanjutnya.

1.5 Batasan Masalah

Berdasarkan pada rumusan masalah yang ada, maka penelitian ini dibatasi pada:

1. Proses dan cara pembuatan material katoda baterai menggunakan metode sol-gel.
2. Karakterisasi yang dilakukan DTA-TGA, XRD, dan SEM.

1.6 Sistematika Laporan

Sistematika penulisan tugas akhir ini, tersusun dalam lima bab yaitu: Bab I Pendahuluan, Bab II Tinjauan Pustaka, Bab III Metodologi Penelitian, Bab IV Analisis Data dan Pembahasan, serta Bab V Kesimpulan dan Saran.

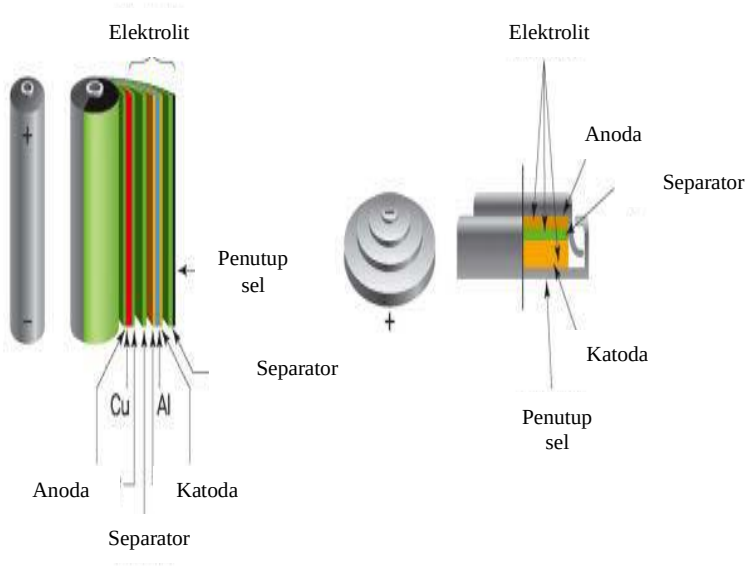
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Baterai Sekunder

Baterai dapat didefinisikan sebagai sistem yang menggunakan reaksi elektrokimia untuk secara langsung mengubah energi kimia suatu bahan elektroda menjadi energi listrik. Baterai diklasifikasikan berdasarkan reaksi kimianya yaitu beterai primer dan baterai sekunder. Baterai primer merupakan baterai yang digunakan sekali dan dibuang apabila energi yang tersimpan dalam beterai tersebut telah habis. Kemudian baterai sekunder atau baterai isi ulang, yang dapat diisi ulang dan digunakan berkali-kali secara luas dalam perangkat elektronik portabel, misalnya telepon seluler, laptop, dan lain sebagainya. Hal ini menjadi alasan utama mengapa baterai sekunder sering digunakan untuk perangkat elektronika kebanyakan. Selain itu, baterai sekunder juga memiliki karakteristik rapat daya yang tinggi, rata-rata *discharge* yang tinggi dan memiliki performa yang baik dalam temperatur rendah (Popp et al. 2020).

Teknologi penyimpanan daya telah dikembangkan secara dramatis sejak baterai lithium isi ulang (LIB) dikomersialkan, dimulai dari baterai timbal-asam, Ni-Cd, Ni-MH sampai saat ini baterai Lithium-ion. Secara umum baterai sekunder memiliki beberapa komponen yang dapat mendukung reaksi elektrokimia sehingga menghasilkan aliran listrik. Berikut ini merupakan komponen-komponen yang harus ada dalam satu sel baterai yaitu elektroda, bagian ini tersusun atas bahan aktif katoda dan anoda, agen konduktif, pengikat, dan



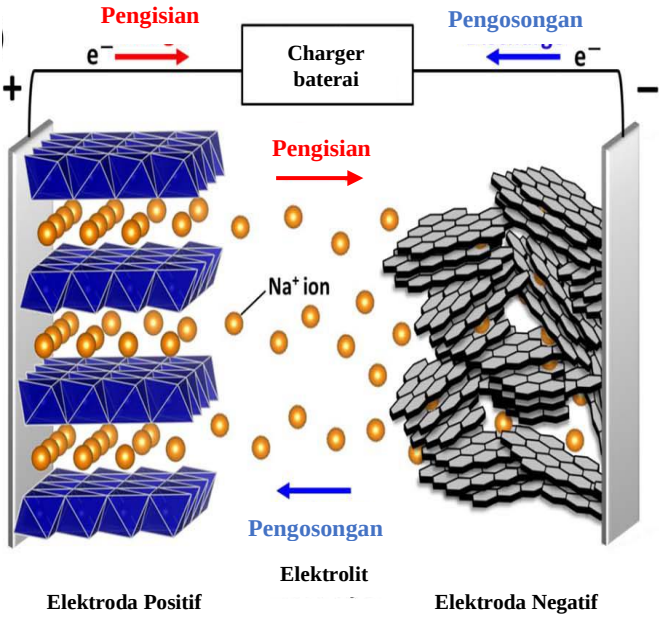
Gambar 2.1 Komponen Baterai Sekunder (Rodriguez 2014)

pengumpul arus. Material katoda yaitu oksida logam transisi/kapasitas sel, seperti: $LiCoO_2$, $LiMn_2O_4$, $LiNiO_2$, $LiFePO_4$ dan $NaFePO_4$. Sementara material anoda yaitu karbon/paduan non karbon/reaksi balik dengan elektroda, contohnya grafit, alloy, karbon, Li, Si, dan Sn. Agen konduktif dapat berupa karbon/konduktivitas elektron contohnya *acetylene black*. Kemudian material pengikat dan pengumpul arus dapat berupa polimer (PVdF, SBR/CMC) dan lapisan logam seperti Cu (-) dan Al (+). Konponen sel baterai lainnya yaitu elektrolit dan penutup bagian luar (Al). Elektrolit terdiri dari separator (PE PP.dan PVdF), garam lithium ($LiPF_6$, $LiClO_4$), cairan elektrolit (EC, PC, dan DMC), dan aditif (VC, BP) (Park 2012).

Baterai sekunder dapat dibentuk dengan memasukkan rakitan elektroda, dimana elektroda positif, elektroda negatif, dan pemisah dililitkan dalam bentuk gulungan jeli kedalam wadah melalui lubang selubung, dan menutupi bukaan dengan menggunakan rakitan topi. Pelat pengumpul arus dapat digabungkan ke masing-masing ujung rakitan elektroda dapat disalurkan ke terminal eksternal melaui pelat pengumpul arus dan unit terminal (Rodriguez 2014).

Pada prinsipnya, cara baterai sekunder menghasilkan arus listrik adalah sama dengan baterai primer. Hanya saja, reaksi kimia pada baterai sekunder ini dapat berbalik *(reversible)*. Pada saat baterai digunakan dengan menghubungkan beban pada terminal baterai (discharge), elektron akan mengalir dari kutub negatif ke positif. Sedangkan pada saat sumber energi luar (charger) dihubungkan ke baterai sekunder, elektron akan mengalir dari kutub positif ke negatif sehingga terjadi pengisian muatan pada baterai (Lin et al. 2019). Begitu juga mekanisme penyimpanan listrik pada baterai sekunder Natrium-ion (NIB) adalah pada dasarnya sama dengan baterai sekunder Lithuim-ion (LIB) kecuali pembawa ion. NIB terdiri dari dua elektroda bahan penyisipan natrium untuk elektroda positif dan negatif dan kedua elektroda tersebut terhubung secara ion dengan mengapit elektrolit yang umumnya berupa garam Na yang dilarutkan dalam larutan organik (Kubota and Komaba 2015).

Mekanisme penyimpanan energi baterai Natrium-ion cukup mudah. Baterai Natrium-ion menyimpan energi listrik dalam elektroda, biasanya terbuat dari senyawa interkalasi natrium (atau penyisipan), dengan proses oksidasi dan reduksi simultan yang terjadi pada dua elektroda (Lin et al. 2019).



Gambar 2.2 Skema Kerja Baterai Sekunder Na (Kubota and Komaba 2015)

Selama pengisian, ion Na^+ diekstraksi atau didehinterkalasi dari katoda dan ditranfer melalui elektrolit, kemudian disisipkan atau diinterkalasi antara lapisan grafit di anoda. Selama pelepasan, proses ini dibalik dan elektron melewati sirkuit eksternal untuk memberi daya pada berbagai sistem (Rodriguez 2014).

Netralitas muatan terjadi ketika ion yang mengalir ke elektroda bertabrakan dengan elektron masuk melalui suatu penghantar konduktor, sehingga membentuk suatu media untuk menyimpan energi listrik di dalam elektroda. Selanjutnya, laju reaksi meningkat sebagai ion dari elektrolit ditarik ke elektroda. Dengan kata lain, waktu reaksi keseluruhan sel sangat lama tergantung pada pergerakan ion antara elektrolit

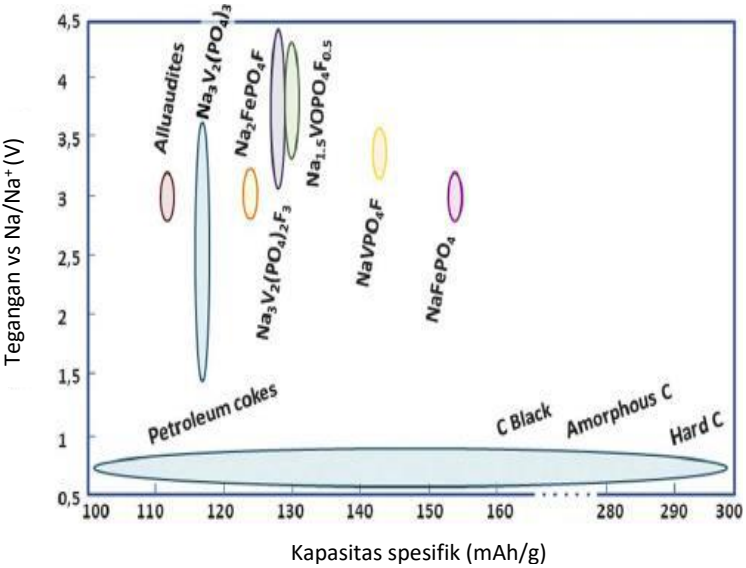
dan elektroda. Jumlah ion yang dimasukkan ke dalam elektroda untuk netralitas muatan menentukan kapasitas penyimpanan listrik. Pada akhirnya, jenis ion dan bahan merupakan faktor utama yang mempengaruhi jumlah energi listrik yang akan disimpan. Sel berdasarkan ion natrium/lithium dikenal sebagai baterai sekunder. Lithium yang paling ringan dari semua logam dan memiliki potensial reduksi standar terendah, mampu menghasilkan tegangan kerja lebih besar dari 3V. Dengan spesifikasi dari energi dan kepadatan energi yang tinggi, sangat cocok untuk digunakan sebagai bahan anoda. Sejak tegangan kerja baterai sekunder lithium lebih besar dari dekomposisi tegangan untuk air, elektrolit organik harus digunakan sebagai pengganti larutan berair. Bahan yang memfasilitasi penyisipan dan ekstraksi ion Li/Na sesuai sebagai elektroda. Baterai sekunder Natrium/Lithium menggunakan oksida logam transisi sebagai katoda dan karbon sebagai sebuah anoda (Park 2012).

Karena lithium dihilangkan dari struktur kisi dan dilepaskan sebagai ion, oksida logam transisi yang stabil digunakan sebagai katoda. Bahan anoda harus memiliki potensial reduksi standar yang mirip dengan lithium untuk menstabilkan ion yang dilepaskan dan memberikan gaya gerak listrik yang besar. Elektrolit terdiri dari garam lithium dalam pelarut organik, sehingga mempertahankan elektrokimia dan stabilitas termal dalam kisaran tegangan kerja. Selain itu, separator yang terbuat dari polimer atau keramik memiliki integritas leleh suhu tinggi yang mencegah korsleting yang disebabkan oleh kontak listrik antara katoda dan anoda (Popp et al. 2020).

2.2 Natrium Fero Phosphate ($NaFePO_4$)

Natrium merupakan pengganti alami lithium dalam teknologi baterai karena Na mirip dengan lithium. Natrium adalah logam alkali dengan potensi ionisasi rendah sehingga menjadi kandidat yang cocok untuk bahan elektroda baterai yang dapat diisi ulang (Rahman et al. 2017). Namun, natrium adalah ion yang lebih besar dari lithium, dengan radius ionik 1,2 Å dibandingkan dengan 0,90 Å untuk lithium. Ia juga hampir tiga kali lebih berat dari lithium, dengan berat atom 22,99$gmol^{-1}$, dibandingkan dengan hanya 6,941 $gmol^{-1}$ untuk Li. Perbedaan ukuran dan berat ini secara signifikan memperlambat transfer muatan dalam baterai Na-ion dibandingkan dengan baterai Li-ion, karena peningkatan kesulitan penyisipan dan ekstraksi ionic ke dalam katoda. Transfer muatan yang lebih lambat ini berakhir pada kapasitas sel yang lebih rendah karena keterbatasan transport Na^+ dalam elektroda, yang secara bersamaan menghasilkan energi yang lebih rendah dan kepadatan daya yang lebih rendah (Palomares et al. 2012).

Baterai Natrium-ion berpotensi lebih murah karena biayanya yang rendah dan banyaknya natrium di bumi, yang membuat baterai Na-ion cocok untuk penggantian baterai Li-ion dalam beberapa aplikasi seperti perangkat penyimpanan energi skala besar, aplikasi tenaga berbasis lahan yang tidak bergerak, sistem non-portabel dan stabilisasi jaringan listrik (Heubner et al. 2017). Sel elektrokimia Na-ion akan selalu kurang rapat untuk kepadatan energinya dibandingkan dengan baterai Li-ion. Pada dasarnya, karena berat Na lebih tinggi dari Li. Sifat lainnya dari natrium yaitu mengenai potensial ionisasi. Potensial ionisasi natrium diketahui bahwa semakin rendah potensial ionisasi, semakin mudah elektron berpindah dari



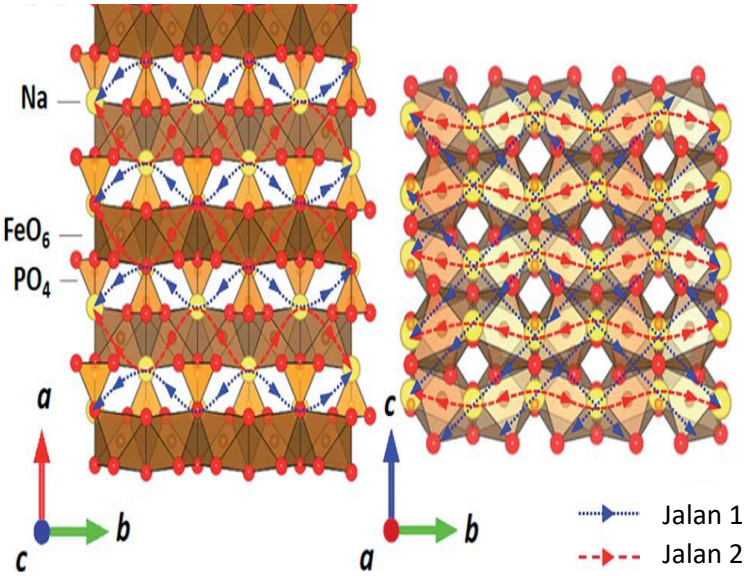
Gambar 2.3 Material Katoda dan Anoda untuk Baterai Natrium-ion (Rodriguez 2014)

logam alkali ke grafit misalnya, yang digunakan sebagai bahan anoda standar. Akibatnya, perolehan energi pada transfer muatan menjadi lebih kecil dalam orde Cs> Rb> K> Na> Li. Oleh karena itu, sel berbasis Na akan mengalami kesulitan dalam bersaing dengan sel berbasis Li dalam hal densitas energinya (Fernández-Ropero 2015).

Gambar 2.3 menunjukkan bahan katodik dan anodik terpenting untuk baterai Natrium-ion, yang menunjukkan kapasitas spesifik dan tegangan operasinya. Seperti dapat dilihat, banyak bahan telah diusulkan sebagai katoda yang mungkin untuk baterai ion Na, sedangkan hanya beberapa anoda berbasis karbon telah ditunjukkan untuk teknologi penyimpanan ini. Natrium memiliki potensial redoks yang sesuai ($E_{(Na^+/Na)}$ = -2.71 V vs elektroda hydrogen standar), yang

hanya 0,3 V diatas lithium, artinya hanya ada sedikit energi yang harus ditambahkan. Secara khusus, $NaFePO_4$ memiliki kapasitas spesifik tertinggi yaitu 154mAhg^{-1}. Struktur fasa dari $NaFePO_4$ yaitu maricite. Secara termodinamika maricite lebih stabil, ia tidak aktif secara elektrokimia dikarenakan tidak menghasilkan saluran difusi Na. $NaFePO_4$ juga memiliki kapasitas spesifik teoritis tertinggi (154 mAhg^{-1}), yang menjadikannya bahan katoda yang menarik untuk baterai Na-ion (Zhu et al. 2013).

Ion natrium (Na^+) lebih besar daripada ion lithium (Li^+) (1,02 vs 0,59 Å) yang dapat menyebabkan perubahan yang lebih besar dalam struktur elektroda, dengan demikian kerusakan pada ekstraksi/penyisipan ion, yang mengarah ke siklus hidup yang lebih buruk dan kapasitas yang lebih rendah (Rahman et al. 2017). Dalam pencarian berkelanjutan, untuk bahan elektroda baru untuk NIB, berbagai macam bahan elektroda termasuk anoda dan katoda telah diusulkan. Bahan katoda yang diusulkan untuk NIB, khususnya oksida logam transisi berlapis, senyawa berbasis biru Prusia, natrium fosfat dan fluorofosfat telah dilaporkan menghasilkan kapasitas reversibel yang mendekati nilai teoritisnya. Namun, terlepas dari fitur yang menjanjikan, seperti kompatibilitas lingkungan, $NaFePO_4$ jarang dilaporkan sebagai bahan katoda yang efisien. Misalnya olivine $LiFePO_4$ dianggap sebagai bahan katoda yang menjanjikan untuk LIB dan telah dikomersialkan. Sebaliknya, olivin $NaFePO_4$ tidak cocok untuk NIB karena menunjukkan proses pengisian/pengosongan yang tidak dapat dibalik (non-reversible) terutama karena ketidakcocokan sel satuan yang besar antara $NaFePO_4$ dan $FePO_4$. Selain itu, olivin $NaFePO_4$ tidak dapat disintesis dengan rute sintetik konvensional. Sebaliknya, maricite $NaFePO_4$ yang digabungkan dengan



Gambar 2.4 Struktur dari Maricite $NaFePO_4$ dan Jalur Difusi Na (Kim et al. 2015)

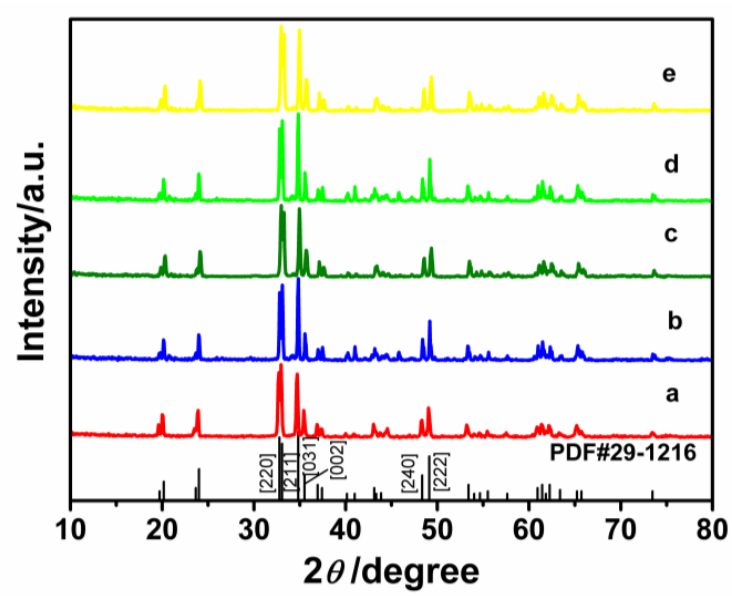
karbon dalam bentuk partikel berukuran nanometer menunjukkan proses pengisian/pengosongan yang dapat dibalik dalam NIB, namun keberhasilannya terbatas. Selain itu, kestabilan tersebut ditunjang oleh adanya ikatan kovalen antara ion fosfat dan oksigen yang memiliki kestabilan kimia dan struktural yang bagus. Yang dikenal dengan sebutan maricite sendiri memiliki fase stabil termodinamika dari $NaFePO_4$. Dengan kestabilan tersebut, $NaFePO_4$ dianggap telah aktif secara elektrokimia dalam baterai yang dapat diisi ulang (Rahman et al. 2017).

Tidak seperti $LiFePO_4$, $NaFePO_4$ ada dalam dua polimorf (triphylite dan maricite). Triphylite $NaFePO_4$, analog struktural dari $LiFePO_4$, menawarkan saluran satu dimensi

untuk desodiasi dan sodiasi. Telah diselidiki sebagai katoda yang mungkin untuk NIB dan memberikan kapasitas pelepasan reversibel melebihi 120mAhg^{-1} dengan aktivitas redoks Fe^{3+}/Fe^{2+} sekitar 3V. tetapi tidak stabil dan hanya dapat disintesis dengan proses pertukaran Li-Na secara kimia atau elektrokimia, membuat triphylite $NaFePO_4$ menjadi saingan yang kurang menarik untuk LIB yang cocok (Zhao et al. 2017a). Yang terakhir ini lebih stabil secara termodinamika, struktur kristal dari maricite digolongkan mirip dengan kerangka ionik olivine yaitu berbentuk orthorombik. Dalam kandungannya, terdapat senyawa campuran polianionik ($Na_4Fe_3(PO_4)$) yang mampu menampung ion Na dalam kristal hanya dengan sedikit perubahan volumetrik. Dengan demikian, perilaku ini memberi keuntungan sebagai host reversible yang stabil untuk ion natrium (Kim 2015). Dan kisi kristalnya terdiri dari octahedron FeO_6 - FeO_6 dengan berbagi tepi dan diikat oleh unit PO_4 dengan berbagi sudut, menawarkan saluran yang lebih sempit untuk pergerakan Na^+. Hal ini tetap menjadi tantangan praktis untuk memiliki kinerja elektrokimia yang ideal untuk maricite $NaFePO_4$ (Hwang et al. 2018).

Karena tidak adanya $NaFePO_4$ komersial, informasi dari literatur dan basis data pola ICDD digunakan untuk membandingkan hasil dari penelitian Rodriguez. Konsep yang dipelajari dari sistem model diterapkan untuk menghasilkan $NaFePO_4$ murni. Parameter pengolahan seperti atmosfer kalsinasi/kristalisasi (pembentukan gas), jumlah air, penambahan HNO_3, dan proses pengeringan diambil langsung dari sistem model. Rasio kation/organik dan temperatur dimodifikasi untuk mendapatkan proporsi yang tepat dari penjebak polimer, rasio oksidator dan temperatur dekomposisi eksotermik (Rodriguez 2014).

Pada penelitian Rodriguez yang dijadikan referensi pada penulisan tugas akhir ini menunjukan Gambar 2.4 menyajikan difraktogram sinar-X untuk sampel NaFePO4 yang dibuat dalam gas pada suhu 500 – 700°C menggunakan rasio



Gambar 2.5 Grafik XRD referensi (Zhao et al. 2017)

kation/organik 4:1. Garis bawah menunjukkan daftar puncak sampel dan posisi puncak referensi NaFePO4 yang sesuai dengan data referensi ICDD Maricite 01-089-2052 dan pada sudut 2theta 20°, 24°, 32°, 33°, 35°, 36°, 37°, 44°, 49°, 50°, dan 53° seperti yang dapat dilihat pada Gambar 2.4 muncul puncak yang dapat dikatakkan sebagai struktur kristal dari fasa maricite $NaFePO_4$. Terlihat bahwa pada suhu 500 °C terbentuk senyawa multifase. Senyawa ini tidak hanya terdiri dari NaFePO4, tetapi juga senyawa sekunder. Pada 600°C dan 700°C senyawa yang disintesis hampir satu fasa tetapi mengandung sejumlah kecil fasa lain. Selama proses sintesis, dekomposisi eksotermik yang kuat dan panjang terdeteksi pada sekitar 270°C. Kehadiran fase sekunder dan terner menyarankan segregasi dan kurangnya jebakan selama langkah sintesis (Rodriguez 2014).

2.3 Metode Sol Gel

Metode sol-gel adalah metode yang menggunakan senyawa yang mengandung komponen aktif kimiawi tinggi sebagai prekursor, campuran bahan mentah *(chemical precursor)* ini secara seragam dalam fase cair, melakukan hidrolisis dan reaksi kimia untuk kondensasi membentuk sistem sol transparan yang stabil dalam larutan. Sol perlahan berpolimerisasi antara partikel koloid tua untuk membentuk gel dengan struktur jaringan tiga dimensi. Jaringan gel diisi dengan pelarut yang kehilangan fluiditas untuk membentuk gel. Gelnya dikeringkan, disinter dan dipadatkan untuk menyiapkan substruktur molekuler dan bahkan bahan bersakala nano (Pooyan and Box 2005). Proses sol-gel adalah salah satu yang paling menjanjikan teknologi untuk fabrikasi bahan struktur nano, termasuk bubuk nano, lapisan struktur nano, dengan berbagai variasi fungsionalitas. Nanopowders akan digunakan dalam filtrasi dan banyak kegunaan lainnya (Ma et al. 2016).

Proses kimiawi dari metode sol-gel adalah dengan terlebih dahulu memisahkan bahan bakunya dalam pelarut, dan kemudian mengalami reaksi hidrolisis untuk membentuk monomer aktif. Itu monomer aktif dipolimerisasi dan mulai menjadi sol, dan kemudian menjadi gel dengan sebuah struktur ruang tertentu terbentuk. Setelah pengeringan dan perlakuan panas. Persiapan nanopartikel dan bahan yang dibutuhkan. Sehingga dapat disimpulkan bahwa langkah-langkah reaksi dasar metode S-G adalah sebagai berikut: solvation, reaksi hidrolisis, dan reaksi polikondensasi (Shirsath et al. 2018).

Proses sol-gel merupakan teknik sintesis yang sangat menarik untuk larutan pada temperature rendah untuk pembuatan padatan non-kristalin (kaca dan material seperti kaca) dan kristal keramik. Proses sol-gel melibatkan dua tahap

yang dilibatkan, yaitu pembentukan sol dan gel. Sol adalah suspensi koloid partikel padat dalam fasa cair melalui reaksi hidrolisis dan polimerisasi dari precursor tertentu. Dengan kata lain, sol merupakan disperse stabil dari partikel koloid atau primer dalam sebuah pelarut. Partikel bisa dalam bentuk amorf atau kristalin. Partikel sol (partikel dalam fasa cair) secara umum dapat berinteraksi dengan gaya van der waals atau ikatan hidrogen. Gel adalah zat yang memiliki pori yang semi-rigid yang terdiri atas jaringan kontiniu dalam tiga dimensi. Gel dapat terbentuk dari rantai polimer. Interaksinya adalah memiliki sifat kovalen dan tidak dapat balik *(irreversible)* (Elma 2018). Kristalinitas produk akhir didapat setelah menghilangkan pelarut atau residual lainnya dari porinya melalui proses pengeringan dan kalsinasi. Hal itu tergantung pada kondisi eksperimen yang digunakan. Proses sol-gel digunakan sebagai template untuk mendapatkan morfologi permukaan dalam skala mikro dan skala nano (Joni and Darminto 2014).

Proses sol-gel merupakan proses yang memiliki banyak tahap yang melibatkan proses fisika dan proses kimia yang terdiri atas hidrolisis, polimerisasi, pembentukan gel, kondensasi, pengeringan, dan densifikasi. Di dalam metode sol-gel banyak menggunakan bahan kimia maka bekerja pada tingkat keasaman (pH) larutan yang bermacam-macam. Pengaruh pH berkontribusi atas efek hidrolisis dan kondensasi selama proses pembentukan gel serta terhadap bentuk morfologi (Joni and Darminto 2014). Kontrol pH sangat penting untuk mendapatkan endapan yang akan menghasilkan gel yang homogen dengan menambahkan aditif baik larutan asam atau basa (Nugroho et al. 2012). Intermediet gel selanjutnya dipanaskan pada suhu 150-300°C untuk

menghilangkan komponen organik volatil, kelebihan air, dan lain sebagainya sehingga menghasilkan powder. Fasa nanokristal tungga dari oksida logam didapatkan setelah proses kalsinasi pada suhu 400-800°C bergantung pada sifat prekursor yang digunakan (Elma 2018).

2.4 Bahan Pembentuk *Natrium Fero Phosphate* (NFP)

2.4.1 Natrium Karbonat (Na_2CO_3)

Natrium Karbonat (abu soda) – Na_2CO_3 merupakan garam sodium dari asam karbonat. Sodium karbonat sering digunakan untuk pembuatan kaca, juga digunakan sebagai bahan dasar yang relatif kuat dalam berbagai keperluan. Sebagai contoh, Natrium karbonat digunakan sebagai pengatur pH basa untuk mempertahankan kondisi yang stabil. Dalam penggunaannya, semakin besar konsentrasi yang digunakan maka konduktivitas molarnya semakin kecil. Natrium karbonat mempunyai sifat larut dalam air, tetapi dapat juga terjadi secari alami di daerah kering. Sifat termokimia natrium karbonat sendiri memiliki titik lebur 851^{o}C berbentuk padat, serbuk, atau kristal serbuk dan granul, berwarna putih dan tidak berbau. Berat molekul 105.99; titik lebur 1563.8 ^{o}F (851 ^{o}C); berat jenis 2.532 (air = 1); kelarutan 45.5 g/100mL air pada suhu 100 ^{o}C dan tidak larut dalam aseton dan alkohol (Setyowati 2013).

2.4.2 *Iron Dicloride* ($FeCl_2 \cdot 4H_2O$)

Iron dicloride memiliki massa molar 198.8102 g/mol, berbentuk padatan hijau, massa jenis 1.93 g/cm3, titik lebur 105C, dan struktur kristal monoklinik. Senyawa ini merupakan salah satu jenis asam yang kuat dan dapat bereaksi dengan garam membentuk dietil eter. $FeCl_2$ mengkristal dari air sebagai

tetrahidrat kehijauan yang merupakan bentuk yang paling umum ditemui dalam perdagangan dan laboratorium. Ada juga dihidrat, senyawa ini sangat larut dalam air memberikan warna hijau pucat.

2.4.3 *Ammonium Dihydrogen Phosphate* $(NH_4)H_2PO_4$

Ammonium di-hydrogen phosphate dikenal sebagi monoamonium fosfat dengan bentuk kristal putih memiliki massa molar 115.025 g/mol, massa jenis 1.80 g/cm3, titik lebur 190 ^oC dan tidak larut dalam etanol dan aseton. Selain itu, *Ammonium di-hydrogen phosphate* memiliki kelarutan dalam air 368g/l (20), bulk density sebesar 800 – 1100 kg/m^3, dan tidak berbau.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

Peralatan dan bahan yang digunakan pada penelitian ini dibagi menjadi 2 bagian, yakni peralatan dan bahan untuk tahap sintesis dan kalsinasi $NaFePO_4$ serta alat pengujian karakteristik sampel.

2.1.1 Peralatan dan Bahan Tahap Sintesis dan Kalsinasi $NaFePO_4$

Peralatan dan bahan yang digunakan dalam tahap sintesis dan kalsinasi $NaFePO_4$ dapat dilihat pada tabel 3.1 dan tabel 3.2.

Tabel 3.1 Peralatan yang Digunakan untuk Tahap Sintesis dan Kalsinasi $NaFePO_4$

No.	Nama Alat	Jumlah	Fungsi
1.	Gelas ukur	3 buah	Pengukur volume pelarut
2.	Gelas beker	3 buah	Wadah dalam pencampuran
3.	Spatula	3 buah	Pengambil/memindahkan sampel pada wadahnya
4.	Pipet tetes	3 buah	Alat bantu penetes
5.	Mortar	1 buah	Penggerus sampel
6.	Pengaduk magnetik	2 buah	Pengaduk
7.	Magnet *Hot Plate*	2 unit	Sistem pengaduk
8.	Timbangan digital	1 unit	Mengukur massa
9.	Masker	1 pack	Pelindung pernapasan

10.	Sarung tangan	1 pack	Pelindung tangan
11.	Krusibel	3 buah	Wadah high temperature heat treatment
12.	Tube Furnace	1 unit	Calcinacing/Annealing/Sintering menggunakan aliran gas
13.	Muffle furnace	1 unit	Calcinacing/Annealing/Sintering tanpa aliran gas

Tabel 3.2 Bahan yang Digunakan untuk Sintesis $NaFePO_4$

No.	Nama Bahan	Jumlah	Fungsi
1	Na_2CO_3	25 gr	Bahan baku
2	$FeCl_2 \cdot {}_4H_2O$	25 gr	Bahan baku
3	$(NH_4)H_2PO_4$	25 gr	Bahan baku
4	NH_4OH	25 gr	Penetral pH
5	Kertas pH universal	1 pack	Pengukur pH larutan
6	Gas Argon	2 tabung	Gas innert
7	Aquades	1 liter	Pelarut
8	HCl	200 ml	Pelarut
9	Ethanol	1 liter	Larutan pembersih
10	Tissue	Secukupnya	Pembersih
11	Plastic Wrap	Secukupnya	Tutup ketika sintesis

3.1.2 Peralatan Pengujian Sampel $NaFePO_4$

Peralatan yang dibutuhkan untuk pengujian karakteristik sampel $NaFePO_4$ adalah *Differential Thermal Analysis, X-Ray Diffractometer, Scanning Electron Microscopy*

(a) (b)

(c)

Gambar 3.1 Peralatan Pengujian Karakteristik Sampel (a) Differential Thermal Analysis (DTA-TGA), (b) X-Ray Diffractometer (XRD), (c) Scanning Electron Microscopy (SEM)

Ketiga alat uji tersebut dapat dilihat seperti pada Gambar 3.1.

3.2 Variabel Penelitian

Beberapa variabel yang digunakan dalam penelitian baterai sodium ion ini adalah sebagai berikut:

Variable bebas : Suhu kalsinasi, Penggunaan Gas Argon, dan udara bebas

Variable terikat : Laju proses redoks, unsur, dan fasa material $NaFePO_4$

Variable control: Waktu pengadukan waktu tahan kalsinasi, suhu pengeringan, dan pH

3.3 Langkah Kerja

Langkah kerja pada penelitian ini dibagi menjadi empat tahap yaitu pra-sintesis dan sintesis $NaFePO_4$, kalsinasi sampel $NaFePO_4$, pengujian sampel, serta analisa data dan penyusunan laporan.

3.3.1 Tahap Pra-sintesis dan Sintesis Sampel

Pada taha pra-sintesis dan sintesis menggunakan dua variasi dalam proses pembentukan serbuk $NaFePO_4$. Variasi pertama yaitu $FeCl_24H_2O$ dilarutkan dengan HCl dan variasi yang kedua yaitu $FeCl_24H_2O$ dilarutkan dengan aquades. Untuk langkah kerja variasi pertama dan kedua pada tahap sintesis dan kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 3.2.

Pada tahap sintesis, bahan baku mendapat dua tahap yaitu pencampuran dan pemanasan. Untuk variasi pertama, tahap pertama yang dilakukan adalah pencampuran bahan baku dengan masing-masing pelarutnya serta dihitung stoikiometri ketiga bahan baku dengan pelarutnya terlebih dahulu dengan baik. $Na_2CO_310H_2O$ dilarutkan dengan aquades disebut dengan larutan 2, $FeCl_24H_2O$ dengan HCl disebut dengan larutan 1, dan $(NH_4)H_2PO_4$ dengan aquades disebut larutan 4. Masing-masing bahan baku tersebut diaduk menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan putaran 600rpm hingga terlarut kurang lebih selama 1 jam tanpa menggunakan suhu. Setelah larutan 1 dan larutan 2 terlarut secara sempurna, larutan 2 diteteskan pada larutan 1 dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan-lahan

yang kemudian disebut dengan larutan 3. Larutan 3 kemudian diaduk hingga homogen kurang lebih membutuhkan waktu selama 1 jam. Setelah dirasa larutan 3 tercampur sempurna, dicampurkan larutan 4 menggunakan pipet tetes kedalam larutan 3, yang kemudian disebut larutan 5. Kemudain, larutan 5 diaduk selama kurang lebih 1 jam tanpa diberi suhu.

Setelah 1 jam, diukur dan dicatat pH larutan menggunakan kertas pH metter universal. Langkah selanjutnya, NH_4OH diteteskan setetes demi tetes hingga pH mencapai keadaan netral yaitu 7. Setetelah pH larutan mencapai 7, larutan 5 tersebut diaduk hingga membentuk gel selama ±4 jam dengan menggunakan suhu 80^oC. Apabila sebelum 4 jam larutan telah mengering, kecepatan pada magnetic stirrer diperkecil hingga 0rpm. Setelah itu, suhu dinaikkan menjadi 200 ^oC dan dibiarkan hingga sampel benar-benar kering. Setelah kering, pindahkan sampel tersebut kedalam mortar untuk dihaluskan. Setelah halus sampel akan bewarna kecoklatan dan kemudian diletakkan pada wadah sampel kedap udara supaya mengurangi resiko teroksidasi dengan udara bebas. Sedangkan untuk variasi kedua hanya mengubah pelarutnya tetapi langkah kerja selanjutnya tetap sama dengan variasi pertama. Perhitungan stoikiometri pada masing-masing bahan baku dilakukan dengan tujuan mengetahui perbandingan komposisi masing-masing senyawa (dapat dilihat pada Tabel 3.3) yang nantinya diharapkan dapat bereaksi dan menghasilkan $NaFePO_4$. Dikarenakan metode yang digunakan adalah metode sol-gel, perhitungan stoikiometri tidak hanya dilakukan terhadap bahan baku, namun berlaku juga pada bahan pelarutnya (HCl dan Aquades) yang dapat dilihat pada Tabel 3.3 dan Tabel 3.4 perhitungan stoikiometri variasi pertama dan kedua.

Tahap kedua yaitu pemanasan. Pada tahap pemanasan atau kalsinasi ini dilakukan menggunakan 2 macam furnace

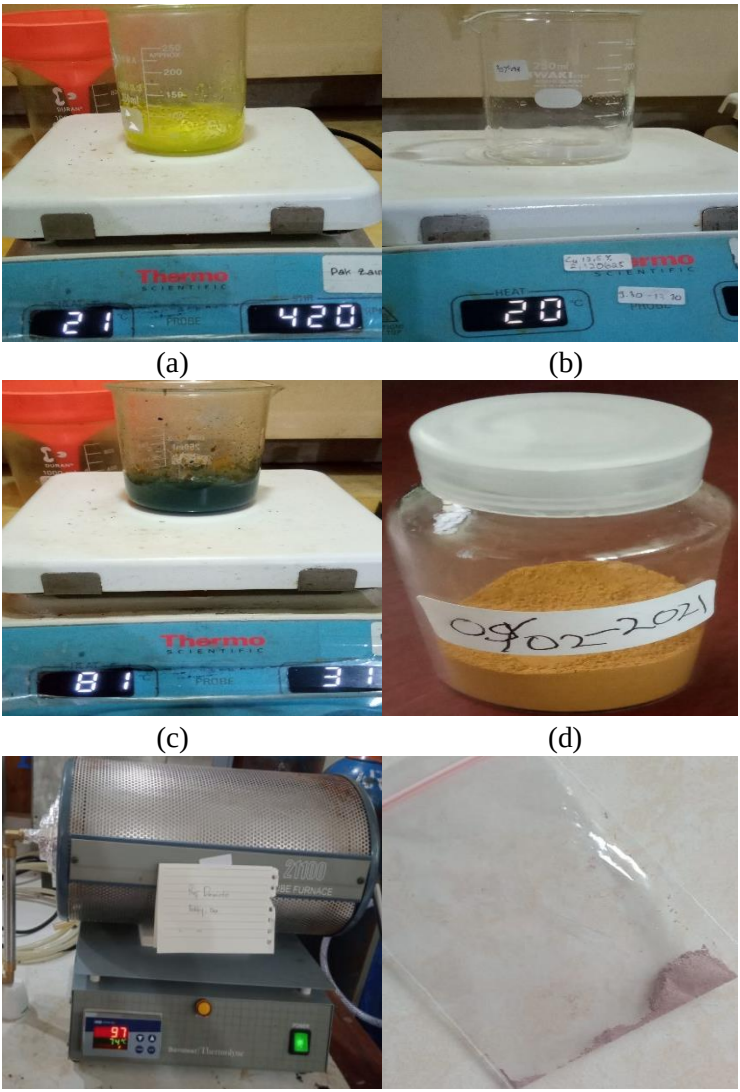
Tabel 3.3 Volume Pelarut dan Massa Bahan Baku Variasi Pertama Sampel $NaFePO_4$

Bahan Baku	**Na_2CO_3** 0,8562 gr	**$(NH_4)H_2PO_4$** 0,9289 gr	**$FeCl_2 . 4H_2O$** 3,2149 gr
Pelarut	**Aquades** 3 ml	**Aquades** 3 ml	**HCl** 6 ml
Massa Total Hasil Reaksi	**$NaFePO_4$** 5 gram		

Tabel 3.4 Volume Pelarut dan Massa Bahan Baku Variasi Kedua Sampel $NaFePO_4$

Bahan Baku	**Na_2CO_3** 3,424879 gr	**$(NH_4)H_2PO_4$** 3,71567 gr	**$FeCl_2 . 4H_2O$** 12,859 gr
Pelarut	**Aquades** 3 ml	**Aquades** 3 ml	**HCl** 6 ml
Massa Total Hasil Reaksi	**$NaFePO_4$** 20 gram		

yaitu Muffle Furnace dan Tube Furnace. Muffle Furnace digunakan sebagai variasi udara bebas sedangkan Tube Furnace digunakan sebagai variasi gas innert yangmana pada penelitian kali ini digunakan gas Argon sebagai gas innertnya. Kemudian sampel yang telah dikeringkan pada tahap sebelumnya dikalsinasi dengan variasi suhu 650^{o}C, 700^{o}C, dan 750^{o}C dengan masing-masing waktu tahan selama 10 jam. Setelah dikalsinasi, warna sampel akan berubah sesuai dengan ketinggian suhu kalsinasi yang digunakan. Sampel yang dikalsinasi dengan argon akan lebih berwarna merah seperti



(a) (b)

(c) (d)

(e) (f)

Gambar 3.2 (a) dan (b) Proses stirring sebelum dilakukan pencampuran larutan. (c) Proses stirring setelah dilakukan

pencampuran larutan dan sampel yang telah berbentuk gel. (d) Hasil sampel yang sudah dikeringkan. (e) Proses kalsinasi. (f) Sampel hasil kalsinasi.

batu bata dan sampel yang dikalsinasi pada udara bebas akan berwarna lebih hitam gelap. Masing – masing pada tahap ini dapat ditunjukkan pada gambar 3.2.

3.4 Tahap Karakterisasi

3.4.1 *Differential Thermal Analysis* (DTA) dan *Thermo Gravimetric Analyzer* (TGA)

Pengujian DTA-TGA dilakukan di Laboratorium Teknologi Air Dan Kondultasi Industri Departemen Teknik Kimia lt.2 ITS . Pengujian dilakukan pada suhu 27°C-1000°C. Gambar alat pengujian DTA-TGA dapat dilihat pada Gambar 3.1 poin (a).

3.4.2 *X-Ray Diffraction* (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan sebuah metode analis non destruktif yang efektif untuk melakukan karakterisasi material kristalin, memberikan informasi komposisi kimia dan struktur kristalografi material. Pengujian XRD dilakukan di Departemen Material Metalurgi ITS lt.2 menggunakan XRD Philips Binary X'Pert PRO, PANalytical. Pengukuran ini menggunakan anoda target Cu-K Kα (λ=1,54056 Å) dilakukan pada sudut 10-70o dengan step size 0.017o dan tegangan 40 kV serta arus 30 mA. Karakterisasi kandungan fasa diawali dengan analisa secara kualitatif dari pola yang dihasilkan pada XRD yang bekerja dengan memanfaatkan Hukum Bragg. Pengujian ini menggunakan sudut 10^{o}-60^{o}. Gambar alat pengujian XRD dapat dilihat pada Gambar 3.1 butir (b).

Analisis awal yang digunakan dalam penelitian ini adalah analisis kualitatif, yaitu identifikasi fasa yang terbentuk

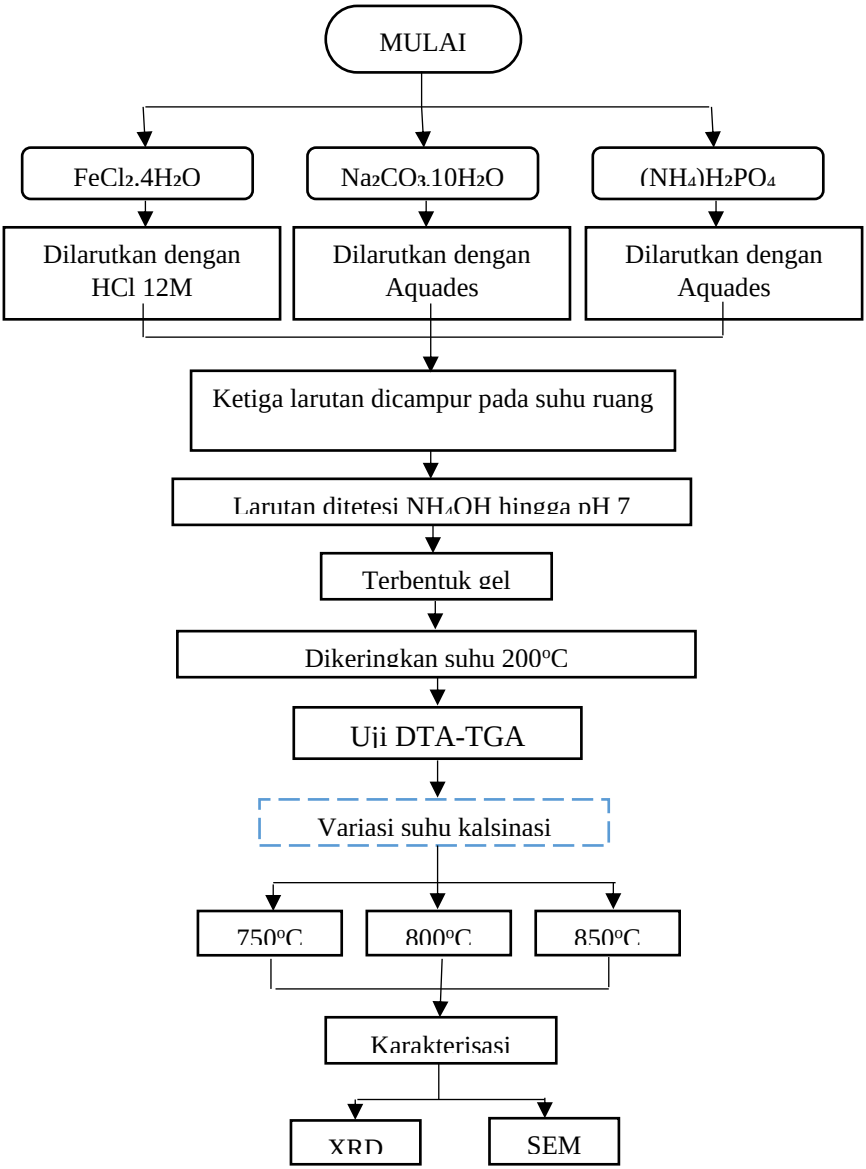
melalui pencocokan antara pola XRD terukur dengan model yang telah ada. Sekuensi intensitas 2θ dan list hkl yang cocok antara pola XRD terukur dan model, mengindikasikan bahwa sampel yang didifraksi tersebut mengkristal dengan struktur yang dimiliki model, demikian juga dengan fasanya. Pencocokan dan analisis dilakukan menggunakan program High Score Plus dan Match 3.0. Gambar alat pengujian XRD dapat dilihat pada Gambar 3.1 butir (b).

3.4.3 *Scanning Electron Microscope* (SEM)

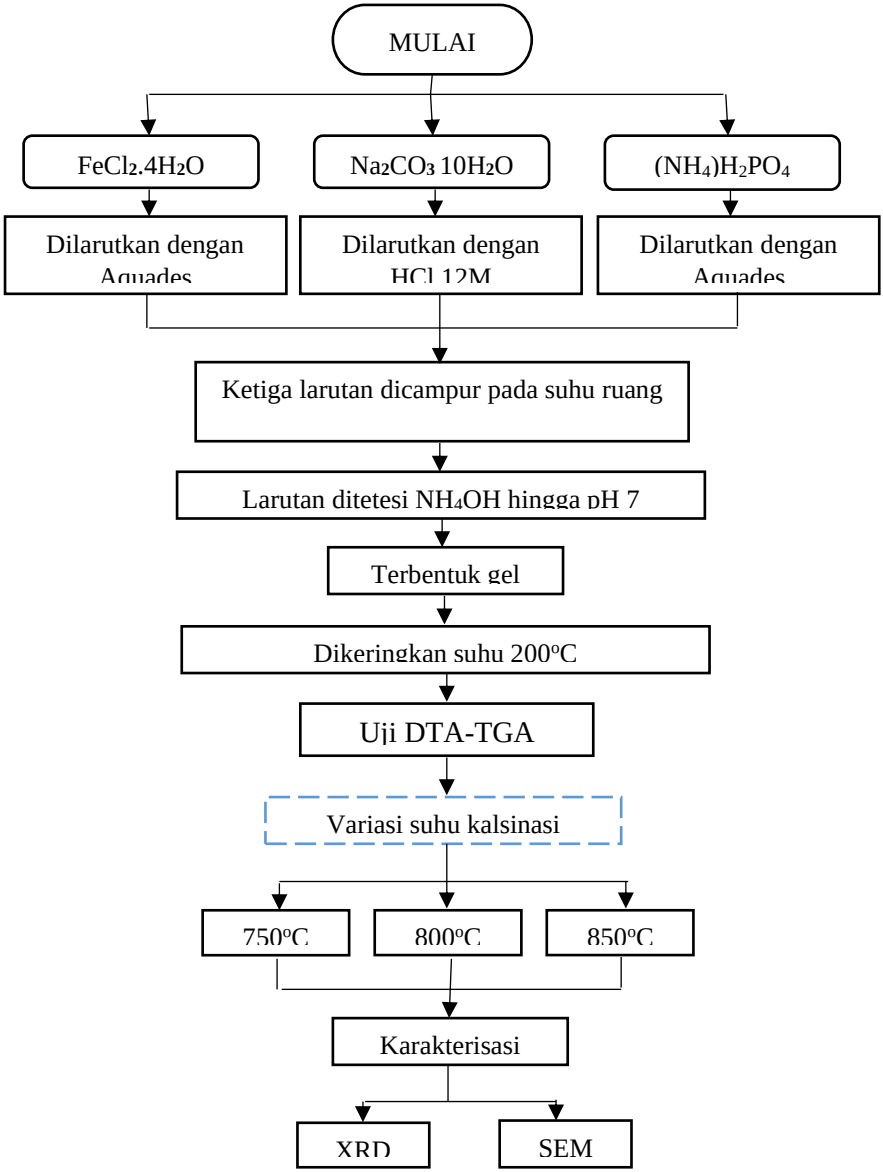
Pengujian SEM dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Gedung Robotika lt.2 ITS. Perbesaran yang diamati pada sampel $NaFePO_4$ yaitu sebesar 1000x, 2500x, 5000x, dan 7000x. Gambar alat pengujian SEM dapat dilihat pada Gambar 3.1 poin (c).

3.5 Diagram Alir Penelitian

Langkah kerja penelitian dari tahap sintesis, kalsinasi, dan karakterisasi sampel $NaFePO_4$ yang telah dilakukan ditampilkan pada diagram alir Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Diagram Alir Langkah Kerja Variasi Pertama



Gambar 3.4 Diagram Alir Langkah Kerja Variasi Kedua

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

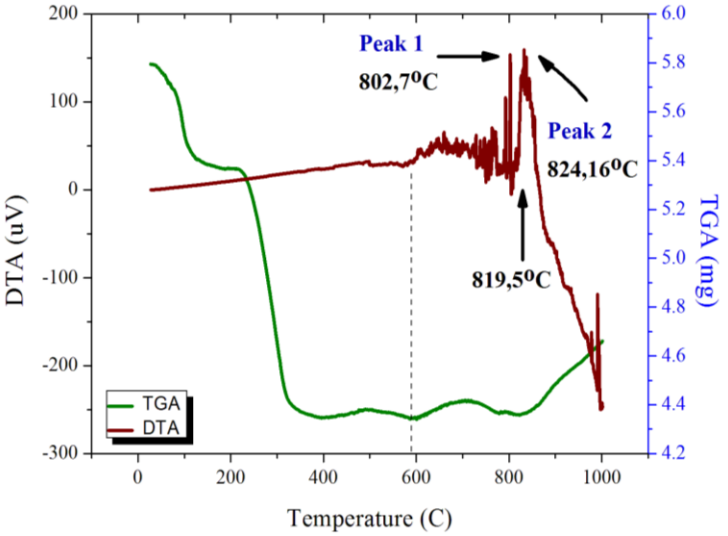
BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

Analisis data dan pembahasan dalam penelitian material katoda baterai ion Natrium dibahas menjadi 3 subbab yang terdiri dari data hasil uji *Differential Thermal Analysis* (DTA), data hasil uji *X-Ray Diffraction* (XRD) dan data hasil uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Pada data XRD terdapat 8 gambar dan 12 tabel data yang menguraikan analisis kualitatif dan kuantitaf sampel dari hasil pengujian XRD. Sementara SEM terdapat 4 gambar perbesaran dari sampel serbuk NaFePO4 variasi sampel kedua, temperatur 750°C, dan atmosfir gas Argon.

4.1 Hasil Analisis Uji Termal

Analisa *Differential Thermal Analysis (DTA) dan Thermo Gravimetric Analyzer (TGA)* merupakan dua jenis teknik analisa termal yang utama. TGA secara otomatis merekam perubahan berat sampel sebagai fungsi dari suhu maupun waktu. Sementara DTA merupakan teknik analisa termal yang mengukur perbedaan suhu, ΔT, antara sampel dengan material referen yang inert sebagai fungsi dari suhu. Pada penelitian material katoda baterai ion Natrium ini, Material katoda $NaFePO_4$ dilakukan pengujian termal menggunakan *Thermogravimetric Analysis* (TGA) untuk mengukur perubahan berat dari sampel sebagai fungsi suhu ataupun waktu. Sampel yang digunakan pada pengujian ini, dengan berat beberapa miligram, dipanaskan pada laju konstan 5°C/menit. Pada Gambar 4.1 merupakan diagram yang kontinu dari reaksi dekomposisi satu tahap yang skematik. Ketika dilakukan pengujian, berat awal mula terdekomposisi yang berlangsung pada range temperatur 50°C-100°C. Range



Gambar 4.1 Hasil Uji DTA-TGA Katoda $NaFePO_4$

temperatur ini merupakan harga yang bergantung pada beragam variabel, seperti laju pemanasan, sifat dari padatan (ukurannya) dan atmosfer di atas sampel. Penurunan massa sebesar 0,5 mg dikarenakan serbuk melepas kelebihan air, dengan kata lain H_2O yang terkandung pada sampel tersebut menguap. Pengurangan massa yang terjadi pada ruas-ruas setelahnya terjadi karena indikasi penguapan CO_2, H_2, dan NH_3 di mana senyawa-senyawa tersebut merupakan senyawa bahan dasar pembuatan serbuk katoda $NaFePO_4$. Pengurangan massa pada serbuk sampel tersebut juga dapat terjadi karena adanya proses karbonasi dari bahan dasar Na_2CO_3. Daerah konstan kedua teramati pada suhu diatas 100°C. Pengurangan massa selanjutnya jika diamati pada Gambar 4.1 terjadi secara bertahap pada range temperatur yaitu 150°C-200°C, 200°C-360°C, dan 400°C-800°C. Pengurangan massa yang bertahap ini terlihat cenderung stabil namun pada suhu di atas 800°C

dekomposisi bahkan belum berlangsung sehingga pada grafik menunjukkan data yang naik setelah temperatur 800°C.

Sementara itu, hasil analisis termal kedua yang terlihat pada Gambar 4.1 yaitu analisis termal diferensial. Pada pengujian ini suhu dari sampel dibandingkan dengan material referen inert selama perubahan temperatur terpogram. temperatur sampel dan referensi akan sama apabila tidak terjadi perubahan, namun pada saat terjadinya beberapa peristiwa termal, seperti pelelehan, dekomposisi atau perubahan struktur kristal pada sampel, temperatur dari sampel dapat berada dibawah (apabila perubahannya bersifat endotermik) ataupun di atas (apabila perubahan bersifat eksotermik) temperatur referen. Alasan penggunaan sampel dan referensi secara bersamaan diperlihatkan pada Gambar 4.1. Pada gambar tersebut sampel mengalami pemanasan pada laju konstan dengan kecepatan pemanasan 5°C/menit. Sampel uji dipanaskan mulai dari temperatur ruang 27°C hingga 1000°C. temperatur dari sampel merupakan fungsi dari waktu seperti yang diperlihatkan pada gambar. Hasil analisis DTA dari NaFePO4 dapat dilihat pada Gambar 4.1.

Dari kurva hasil pengujian DTA diketahui *baseline* horizontal menunjukkan perubahan temperatur ($\Delta T=0$). Penyimpangan *baseline* akan membentuk puncak yang tajam sebagai akibat dari berlangsungnya peristiwa termal. Temperatur puncak yang muncul dapat ditentukan dari temperatur dimana deviasi mulai timbul. Perubahan aliran panas yang dapat dilihat bahwa material katoda $NaFePO_4$ yang diberikan perlakuan panas pada suhu ruang 27°C hingga suhu 550°C belum terlihat adanya perubahan fasa. Hal ini ditandai dengan tidak adanya puncak eksotermal maupun endotermal yang terbentuk pada suhu di bawah 500°C.

Sampel katoda $NaFePO_4$ mulai terjadi perubahan fasa pada suhu 600°C dengan menunjukkan adanya proses

eksotermal. Namun pada temperatur tersebut proses eksotermal dan endotermal tidak terjadi secara stabil yang dapat dilihat pada grafik yang bergerigi naik turun secara spontan. Pada suhu 796^{o}C mulailah terjadi perubahan fasa dengan ditandai adanya proses eksotermal (*peak 1*) di mana sampel mulai melepas kalor/panas. Puncak eksotermal (*peak 1*) muncul mulai dari suhu 796°C hingga sekitar suhu 819,5°C dengan puncak maksimum 802,7°C. Puncak eksotermal pertama pada temperatur 796°C adalah mulai mencairnya besi hingga terbentuk reaksi secara *solid-liquid* antara unsur-unsur lainnya. Puncak eksotermal kedua *(peak 2)* terjadi dengan puncak maksimum 824,16°C dimana sampel $NaFePO_4$ masih melepas kalor/panas. Selain pelepasan kalor/panas, pengurangan massa sampel serbuk katoda $NaFePO_4$ ini juga terjadi.

Hasil analisis kurva uji DTA-TGA didapatkan bahwa pembentukan fasa $NaFePO_4$ mulai terbentuk pada temperatur kalsinasi di atas suhu 600°C. Terdapat 2 tahapan pada proses pembentukan fasa $NaFePO_4$ yakni tahap reaksi liquid-solid dan tahap reaksi solid-liquid. Reaksi liquid-solid terjadi karena digunakannya metode sol-gel pada saat sintesis. Reaksi liquid-solid mulai terjadi saat proses kalsinasi diatas suhu 600°C. Pada saat suhu 677°C $FeCl_2$ mulai mencair dan semakin tinggi temperature senyawa-senyawa bahan dasar $NaFePO_4$ akan mencair sempurna dan berdifusi satu sama lain sehingga membentuk ikatan $NaFePO_4$.

4.2 Hasil Analisis Uji Pembentukan Fase

Analisis pembentukan fasa $NaFePO_4$ sebagai material katoda baterai Na-ion dilakukan dengan menggunakan XRD dengan sumber radiasi CuKα dan panjang gelombang λ=0.15406 nm. Jangkauan sudut difraksi (2θ) antara 5°-60° yang bertujuan untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang terbentuk pada sampel variasi yang pertama dan kedua. Sejauh ini, efek dari kondisi

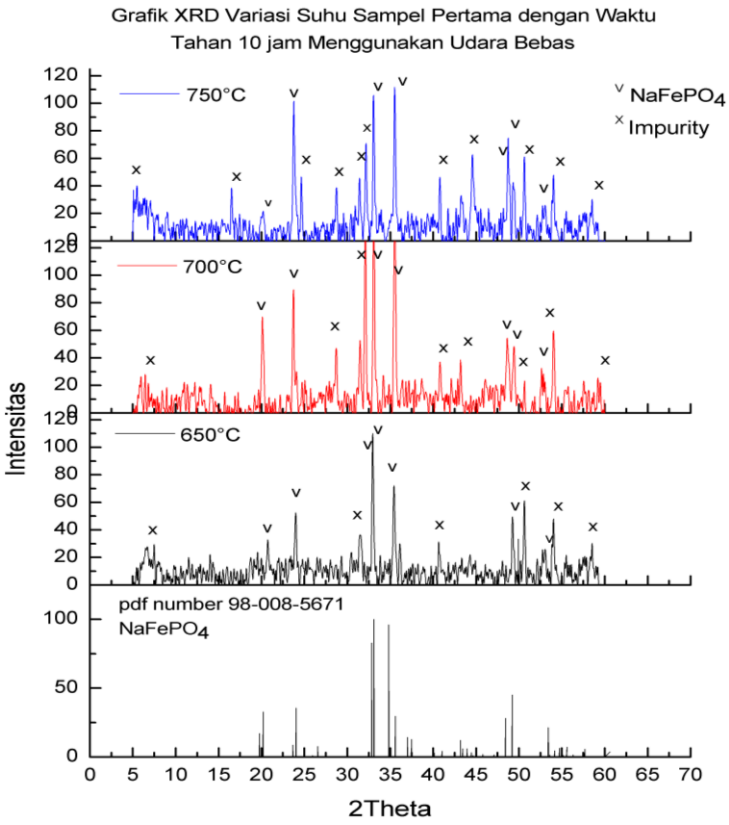
Tabel 4.1 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Udara Bebas 650°C 10 jam

Entry No	**ICSD 98-008-5671**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	70,6%	29,4%
Mineral name	Maricite	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$NaFePO_4$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	Pnma	C 1 2/c 1
Crystal system	Orthorombic	Monoclinic
Letice parameter	a=9,02775Å b=6,76599Å c=5.04109Å	a=11,93586Å b=12,51099Å c=6,555820Å

Tabel 4.2 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Udara Bebas 700°C 10 jam

Entry No	**ICSD 98-008-9991**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	66,4%	33,6%
Mineral name	Trisodium Diiron (III) Tris(phosphate(V))	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$Na_3Fe_2P_3O_{12}$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	R-3c	C 1 2/c 1
Crystal system	Trigonal	Monoclinic
Letice parameter	a=8.717028Å b=8,717028Å c=21,.62584Å	a=11,90611Å b=12,46340Å c=6,457015Å

pengeringan telah diamati dalam hal energi yang dilepaskan. Sekarang, pengaruh variabel-variabel ini dalam proses kristalisasi akan digambarkan. Bekerja dengan kondisi standar atmosfer furnace dengan kondisi lain yang dapat diamati pada Gambar 3.3 dan 4.4 jenis pengeringan dan kalsinasi/kristalisasi fase tunggal maricite $NaFePO_4$ dapat dihasilkan walaupun pada penelitian ini masih dalam multiphase. Proses identifikasi fasa secara kualitatif dilakukan menggunakan software Highscore Plus (HSP) dan Match 3.0. Hasil search match pada Highscore



Gambar 4.2 Hasil X-Ray Diffraction Variasi Sampel Pertama $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Udara Bebas.

Plus ini, dicocokan dengan ICSD *(Inorganic Crystal Structure Database* dan COD *(Crystallography Open Database)* yang merupakan referensi utama untuk data difraksi serbuk. Sedangkan analisa secara kuantitatif untuk mengetahui ukuran kristal dan komposisi fasa yang terkandung pada sampel menggunakan software Highscore Plus. Hal ini dikarenakan tidak adanya $NaFePO_4$ komersial, informasi dari literatur dan basis data pola

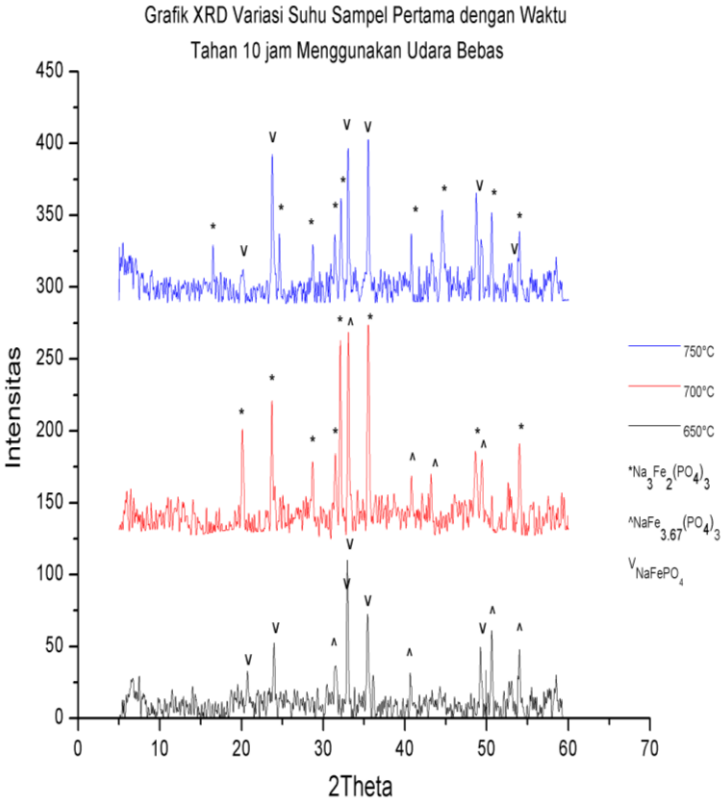
Tabel 4.3 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Udara Bebas 750°C 10 jam

Entry No	**ICSD 98-008-5671**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	72,3%	27,7,1%
Mineral name	Maricite	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$NaFePO_4$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	Pnma	C 1 2/c 1
Crystal system	Orthorhombic	Monoclinic
Letice parameter	a=8.914081Å b=6.853356Å c=5.057342Å	a=11.909380Å b=12.573300Å c=6.539289Å

Tabel 4.4 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Argon 650°C 10 jam

Entry No	**ICSD 98-008-5671**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	80,3%	19,7%
Mineral name	Maricite	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$NaFePO_4$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	Pnma	C 1 2/c 1
Crystal system	Orthorombic	Monoclinic
Letice parameter	a=9.004257Å b=6.873163Å c=5.051861Å	a=12.20567Å b=12.47005Å c=6.948088Å

software Highscore Plus. Hal ini dikarenakan tidak adanya $NaFePO_4$ komersial, informasi dari literatur dan basis data pola ICSD digunakan untuk membandingkan hasil penelitian saya. Konsep yang dipelajari dari sistem model baterai lithium fero fosfat diterapkan untuk menghasilkan NaFePO4 murni. Parameter pengolahan seperti atmosfer kalsinasi/kristalisasi (pembentukan gas), jumlah air, penambahan HCl, dan proses pengeringan diambil langsung dari sistem model. Gambar 4.2-



Gambar 4.3 Analisis Fasa pada Pola X-Ray Diffraction Variasi Sampel Pertama $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Udara Bebas.

4.9 menunjukkan pola difraksi sampel serbuk (variasi pertama dan kedua) hasil pemanasan pada variasi temperatur 650°C-750°C selama 10 jam dengan lingkungan gas Argon dan udara bebas. Garis bawah pada Gambar 4.2 menunjukkan daftar puncak sampel dan posisi puncak referensi $NaFePO_4$ yang sesuai dengan referensi ICSD Maricite 98-008-5671. Tampak dalam gambar adanya puncak $NaFe_{3.67}P_3O_{12}$ dan $Na_3Fe_2P_3O_{12}$

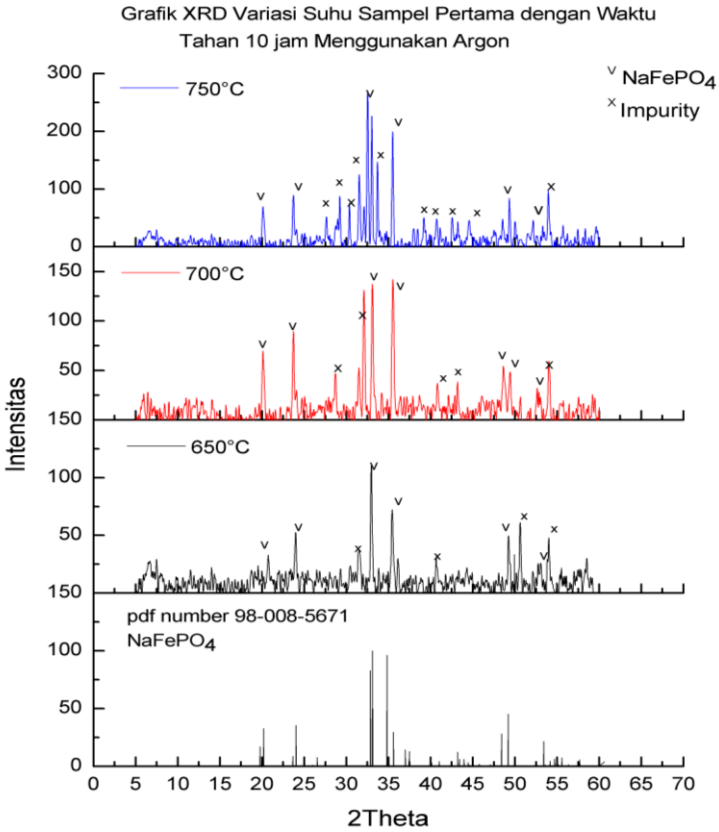
Tabel 4.5 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Argon 700°C 10 jam

Entry No	**ICSD 98-005-0966**	**ICSD 98-008-9991**
Phase Percentage	23,8%	76,2%
Mineral name	Sodium Iron Phosphate (V)	Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V))
Formula	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$	$Na_3Fe_2P_3O_{12}$
Space group	C 1 2/c 1	R-3c
Crystal system	Monoclinic	Trigonal
Letice parameter	a=11.87998Å b=12.56675Å c=6.519675Å	a=8.747038Å b=8.747038Å c=21.26377Å

Tabel 4.6 Data ICDD $NaFePO_4$ I Kalsinasi Argon 750°C 10 jam

Entry No	**ICSD 98-008-5671**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	76,4%	23,6%
Mineral name	Maricite	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$NaFePO_4$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	Pnma	C 1 2/c 1
Crystal system	Orthorombic	Monoclinic
Letice parameter	a=9.543295Å b=7.431186Å c=5.045845Å	a=11.87734Å b=12.49022Å c=6,470955Å

selain fasa maricite $NaFePO_4$ yang diinginkan, dengan komposisi masing-masing seperti diberikan dalam Tabel 4.1 – 4.12. Berdasarkan identifikasi menggunakan software HSP, Pada temperatur kalsinasi 650°C sudah teridentifikasi adanya fasa maricite $NaFePO_4$ pada sampel variasi pertama dengan lingkungan atmosfir gas argon dan udara bebas. Sementara pada sampel variasi kedua temperatur 650°C fasa maricite $NaFePO_4$ hanya terbentuk pada lingkungan atmosfir udara bebas. Berdasarkan database ICSD 98-008-5671 fasa $NaFePO_4$ memiliki struktur kristal orthorombic pada space group Pnma.



Gambar 4.4 Hasil X-Ray Diffraction Variasi Sampel Pertama $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Atmosfir Argon.

Pada temperatur 650°C ini juga belum murni terbentuk fasa maricite tetapi juga memiliki dua fasa lain yaitu $NaFe_{3.67}P_3O_{12}$ (sodium iron phosphate (V)) dan $Na_3Fe_2P_3O_{12}$ trisodium diiron (III) tris(phosphate(V)). Secara kuantitatif pada temperatur ini untuk variasi sampel pertama menunjukkan pada lingkungan atmosfir gas Argon fasa maricite lebih dominan terbentuk daripada lingkungan udara bebas. Perlakuan panas dengan

Tabel 4.7 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Udara Bebas 650°C 10 jam

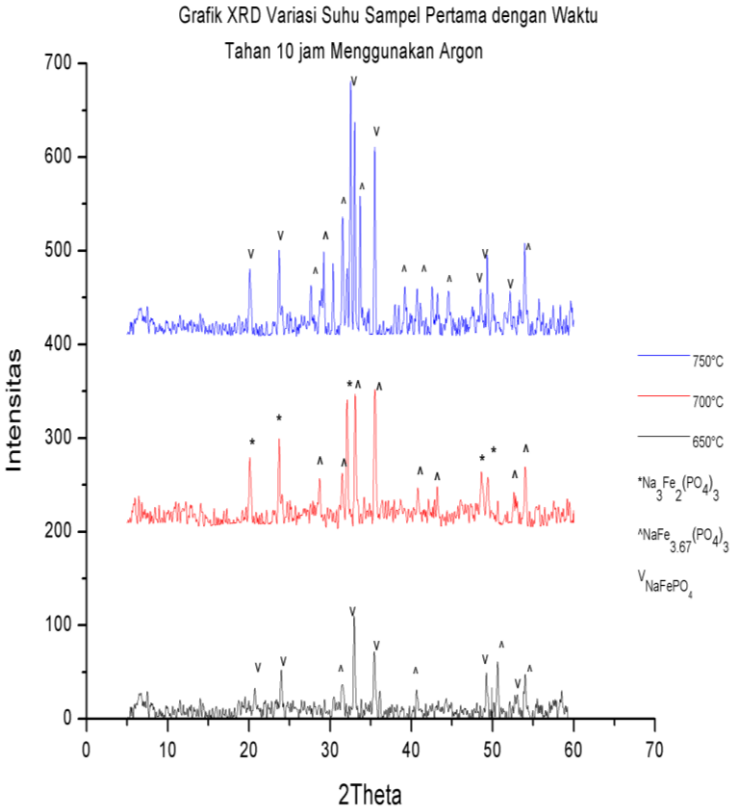
Entry No	**ICSD 98-008-5671**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	77,1%	22,9%
Mineral name	Maricite	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$NaFePO_4$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	Pnma	C 1 2/c 1
Crystal system	Orthorombic	Monoclinic
Letice parameter	a=8.753920Å b=6.86009Å c=5.045952Å	a=11.76433Å b=12.72452Å c=6.504668Å

Tabel 4.8 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Udara Bebas 700°C 10 jam

Entry No	**ICSD 98-008-9991**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	50,9%	49,1%
Mineral name	Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V))	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$Na_3Fe_2P_3O_{12}$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	R-3c	C 1 2/c 1
Crystal system	Trigonal	Monoclinic
Letice parameter	a=8.758698Å b=8.758698Å c=21.70853Å	a=11.903160Å b=12.567850Å c=6.530371Å

lingkungan udara bebas menghasilkan fasa maricite $NaFePO_4$ dengan kemurnian yang mencapai 70,6% dan fasa sekunder $NaFe_{3.67}P_3O_{12}$, seperti ditunjukkan pada Tabel 4.1. Sementara itu, pada lingkungan gas Argon menghasilkan kemurnian yang lebih tinggi yaitu 80,3% dengan fasa sekundernya $NaFe_{3.67}P_3O_{12}$ dengan komposisi yang lebih detail dapat dilihat pada Tabel 4.4. Kemudian fasa maricite pada temperatur 650°C juga terbentuk pada variasi sampel yang kedua lingkungan udara bebas menghasilkan kemurnian mencapai 77,1% dengan fasa sekunder $NaFe_{3.67}P_3O_{12}$, seperti ditunjukkan pada Tabel

4.7.



Gambar 4.5 Analisis Fasa pada Pola X-Ray Diffraction Variasi Sampel Pertama $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Atmosfir Argon.

4.7. Akan tetapi, pada atmosfir gas Argon tidak teridentifikasi adanya fasa maricite $NaFePO_4$. Kemudian, perlakuan panas pada temperatur 700°C selama 10 jam untuk variasi sampel pertama dan kedua baik pada lingkungan atmosfir gas Argon dan udara bebas belum terindikasi adanya fasa maricite $NaFePO_4$ yang muncul. Hal ini diketahui setelah dilakukan analisis terhadap

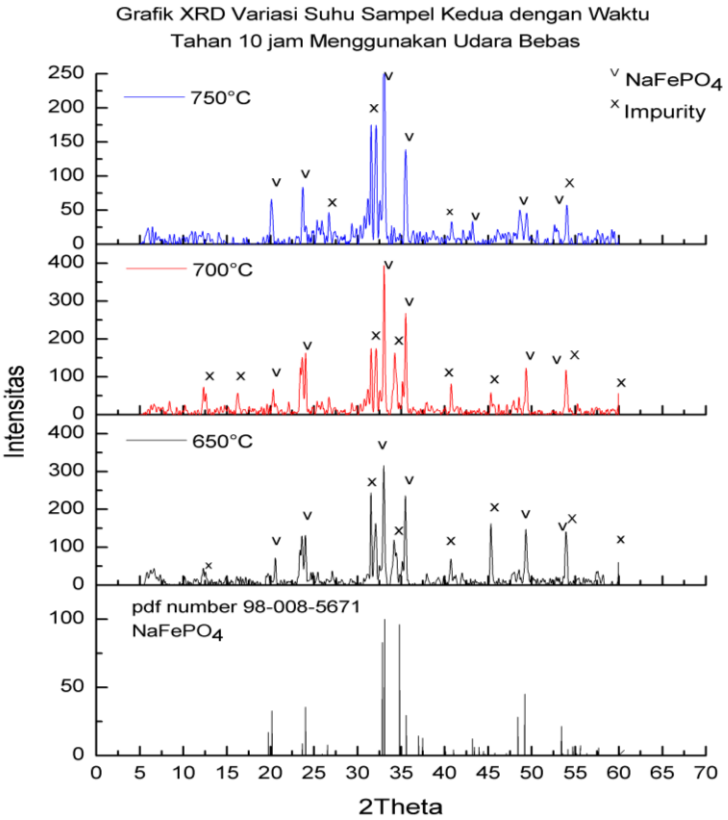
Tabel 4.9 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Udara Bebas 750°C 10 jam

Entry No	**ICSD 98-008-5671**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	69,1%	30,9%
Mineral name	Maricite	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$NaFePO_4$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	Pnma	C 1 2/c 1
Crystal system	Orthorombic	Monoclinic
Letice parameter	a=8.956798Å b=6.792672Å c=5.044077Å	a=11.82117Å b=12.53391Å c=6.530686Å

Tabel 4.10 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Argon 650°C 10 jam

Entry No	**ICSD 98-008-9991**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	79,4%	20,6%
Mineral name	Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V))	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$Na_3Fe_2P_3O_{12}$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	R-3c	C 1 2/c 1
Crystal system	Trigonal	Monoclinic
Letice parameter	a=8.715955Å b=8.715955Å c=21.55331Å	a=11.83700Å b=12.56671Å c=6.551353Å

puncak-puncak pola difraksi (2θ) dan intensitas yang muncul menggunakan *software* HSP. Analisis yang didapatkan yaitu hanya muncul fasa sekunder $NaFe_{3.67}P_3O_{12}$ (sodium iron phosphate (V)) dan $Na_3Fe_2P_3O_{12}$ trisodium diiron (III) tris(phosphate(V)). Komposisi – komposisi dari dua fasa sekunder tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.2 - 4.9 untuk analisis kualitatif dan Tabel 4.1- 4.12 untuk analisa kuantitatif. $Na_3Fe_2P_3O_{12}$ berdasarkan database ICSD 98-008-9991, fasa ini memiliki struktur kristal trigonal pada *space group* R-3c.



Gambar 4.6 Hasil X-Ray Diffraction Variasi Sampel Kedua $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Udara Bebas.

Kalsinasi lingkungan udara bebas variasi sampel pertama didapat 66,4% dan 76,2% lingkungan atmosfir gas Argon. Sedangkan, pada variasi sampel kedua kalsinasi lingkungan udara bebas didapat 50,9% dan 53,2% lingkungan atmosfir gas Argon, sementara $NaFe_{3.67}P_3O_{12}$ ICSD 98-005-0966, fasa ini memiliki struktur kristal monoclic pada space group C 1 2/C 1. Komposisi persentase yang didapatkan pada variasi sampel pertama yaitu 33,6% untuk lingkungan udara bebas dan 23,8% untuk lingkungan

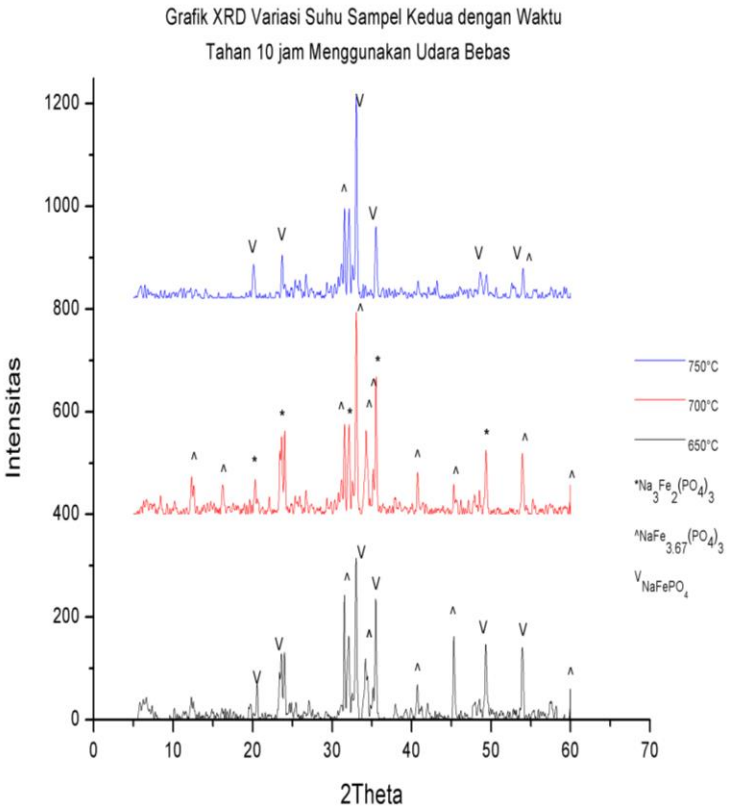
Tabel 4.11 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Argon 700°C 10 jam

Entry No	**ICSD 98-008-9991**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	53,2%	46,8%
Mineral name	Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V))	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$Na_3Fe_2P_3O_{12}$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	R-3c	C 1 2/c 1
Crystal system	Trigonal	Monoclinic
Letice parameter	a=8.744466Å b=8.744466Å c=21.66268Å	a=12.01478Å b=12.50740Å c=6.548024Å

Tabel 4.12 Data ICDD $NaFePO_4$ II Kalsinasi Argon 750°C 10 jam

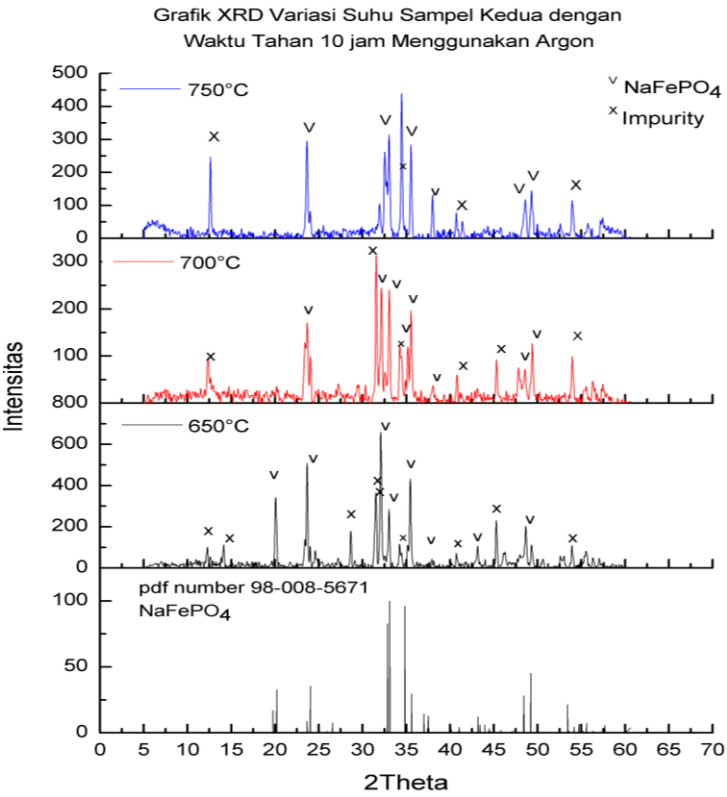
Entry No	**ICSD 98-008-5671**	**ICSD 98-005-0966**
Phase Percentage	82,8%	17,2%
Mineral name	Maricite	Sodium Iron Phosphate (V)
Formula	$NaFePO_4$	$NaFe_{3.67}P_3O_{12}$
Space group	Pnma	C 1 2/c 1
Crystal system	Orthorombic	Monoclinic
Letice parameter	a=9.092203Å b=6.864205Å c=5.046829Å	a=12.269320Å b=12.861940Å c=5.987254Å

atmosfir gas Argon. Sedangkan pada variasi sampel kedua didapatkan 49,1% untuk lingkungan udara bebas dan 46,8% untuk lingkungan atmosfir gas Argon. Komposisi sekunder ini telah diuraikan secara lebih detail pada Tabel 4.1-4.12. Selanjutnya, perlakuan panas pada sampel material katoda $NaFePO_4$ pada temperatur 750°C secara keseluruhan perlakuan yang diberikan pada sampel variasi pertama dan kedua ini baik lingkungan atmosfir gas argon maupun udara bebas teramati munculnya fasa maricite $NaFePO_4$. Sampel variasi pertama temperatur 750°C fasa maricte pada lingkungan atmosfir gas



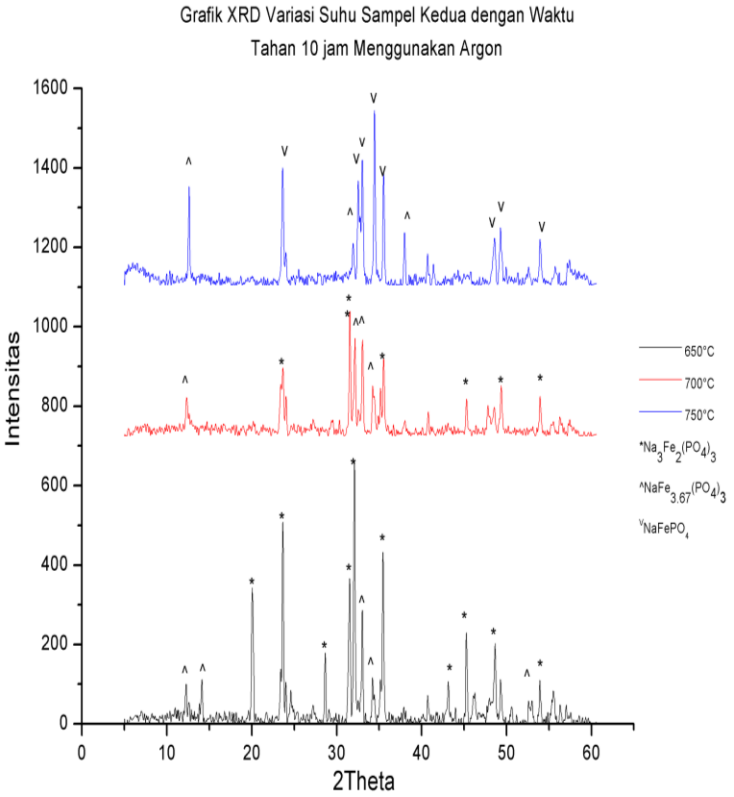
Gambar 4.7 Analisis Fasa pada Pola X-Ray Diffraction Variasi Sampel Kedua $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Udara Bebas.

Argon lebih dominan daripada lingkungan udara bebas. Kemurnian fasa maricite yang didapatkan pada variasi sampel ini 79,4% untuk lingkungan udara bebas dan 72,3% untuk atmosfir gas Argon. Hal yang sama juga terjadi pada variasi sampel kedua fasa maricite yang muncul pada lingkungan atmosfir gas Argon lebih mendominasi daripada lingkungan udara bebas. Persentase yang didapatkan pada variasi sampel



Gambar 4.8 Hasil X-Ray Diffraction Variasi Sampel Kedua $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Atmosfir Argon.

kedua atmosfir gas argon temperatur 750°C paling tertinggi dari keseluruhan variasi yang diberikan pada penelitian material katoda baterai ion Natrium yaitu sebesar 82,8% dan 69,1% untuk lingkungan udara bebas. Sedangkan fasa maricite dengan kemurnian yang paling tertinggi pada lingkungan udara bebas yaitu pada perlakuan panas temperatur 650°C variasi sampel kedua. Kalsinasi digunakan untuk memberikan kesempatan kation- kation penyusun fasa saling berikatan satu



Gambar 4.9 Analisis Fasa pada Pola X-Ray Diffraction Variasi Sampel Kedua $NaFePO_4$ dengan 3 Variasi Suhu Berbeda pada Atmosfir Argon.

sama lain membentuk kristal. Temperatur dan waktu kalsinasi merupakan faktor kunci dalam formasi fasa Natrium Fero Fosfat. Faktanya, temperatur kalsinasi yang memberikan fraksi $NaFePO_4$ tertinggi adalah 750°C untuk pemanasan selama 10 jam pada variasi sampel kedua dengan lingkungan atmosfir gas Argon. Hal ini didukung oleh hasil pengukuran termal dengan DTA/TGA seperti yang terlihat pada Gambar 4.1, bahwa ada puncak dalam kurva DTA pada temperatur yang bersangkutan

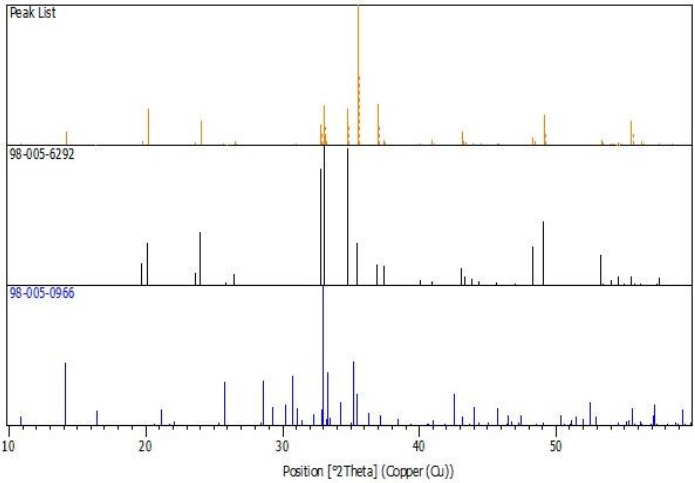
Tabel 4.13 Hasil Konsentrasi Fasa Marcite Variasi Suhu dan Atmosfir pada Sampel I

Suhu	**Udara Bebas**	**Argon**
***650*°C**	70,6%	80,3%
***700*°C**	0	0
***750*°C**	72,3%	76,4%

Tabel 4.14 Hasil Konsentrasi Fasa Marcite Variasi Suhu dan Atmosfir pada Sampel II

Suhu	**Udara Bebas**	**Argon**
***650*°C**	77,1%	0
***700*°C**	0	0
***750*°C**	69,1%	82,8%

yang menandakan terjadinya transformasi fasa. Hasil analisis secara kualitatif menunjukkan bahwa semua sampel $NaFePO_4$ yang dikalsinasi menggunakan 3 variasi suhu yang berbeda dan dilakukan pada atmosfir udara bebas memiliki fasa *impurity* sebagai fasa yang dominan. Fasa *impurity* merupakan fasa selain fasa $NaFePO_4$ seperti kedua fasa sekunder yang muncul pada penelitian ini. Analisa secara kualitatif dapat diidentifikasi bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin dominan fasa *orthorombic* $NaFePO_4$ yang terbentuk. Namun, sampel tersebut mengalami penurunan intensitas. Penurunan intensitas ini dimungkinkan akibat penghancuran kristal sehingga atom kristal $NaFePO_4$ akan mengalami *solid solution,* pencampuran homogen yang terjadi antara dua atau lebih atom logam yang terjadi pada keadaan padat, pada matriks kristal lainnya. Reaksi antara senyawa penyusun $NaFePO_4$ dimulai dengan berdifusinya partikel-partikel. Tingkat difusi bergantung pada suhu dan waktu tahan pada saat proses kalsinasi. Pada suhu dibawah 750°C laju difusi rendah



Gambar 4.10 Pola Difraksi Sampel II Serbuk $NaFePO_4$ pada Suhu 750^oC Atmosfir Gas Argon yang Cenderung Sama dengan Referensi

sehingga masih banyak Na, Fe, dan P yang tidak bereaksi secara sempurna. Pada sampel $NaFePO_4$ yang dikalsinasi dengan atmosfir gas Argon pada suhu 750^oC menunjukkan bahwa sampel tersebut memiliki fasa katoda $NaFePO_4$ terbesar dan sedikit terdapat fasa impurity didalamnya. Analisa secara kualitatif dapat diidentifikasi bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin dominan fasa orthorombic $NaFePO_4$ yang terbentuk.

Sampel katoda $NaFePO_4$ mulai terjadi perubahan fasa pada suhu 600°C dengan menunjukkan adanya proses eksotermal. Namun pada temperatur tersebut proses eksotermal dan endotermal tidak terjadi secara stabil yang dapat dilihat pada grafik yang bergerigi naik turun secara spontan. Bertitik tolak dari temperatur yang memberikan fraksi fasa tertinggi ini, pemanasan pada temperatur yang berbeda (650°C, 700°C, dan 750°C) dilakukan dalam waktu yang sama. Ternyata, pada

temperatur yang lebih lama justru menaikkan fraksi fasa $NaFePO_4$. Terjadinya dekomposisi fasa $NaFePO_4$ fasa $NaFe_{3.67}P_3O_{12}$ dan $Na_3Fe_2P_3O_{12}$ menunjukkan adanya mekanisme kompetitif dari formasi fasa, dan dalam rentang temperatur terlihat kedua fasa sekunder tersebut cenderung memiliki laju yang lebih rendah untuk pemanasan temperatur yang lebih tinggi. Kehadiran fase sekunder menunjukan adanya efek segregasi kimia (tidak homogennya komposisi precursor) selama langkah sintesis.

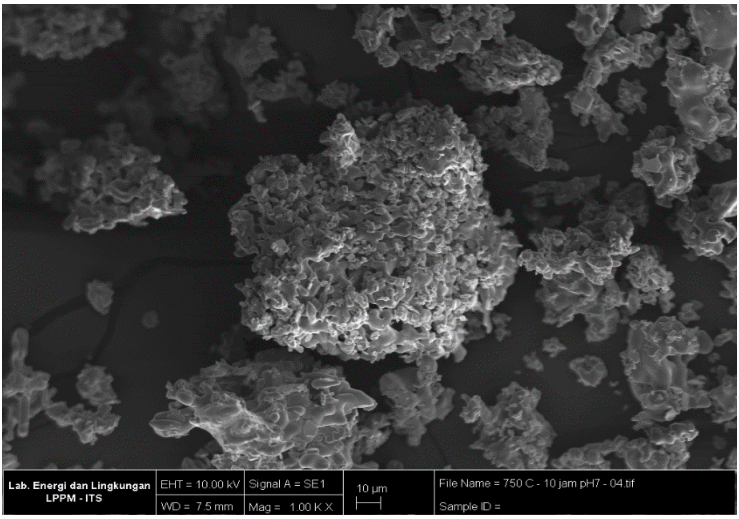
Adanya perbedaan hasil XRD dalam penelitian ini dengan referensi dapat terjadi karena perbedaan suhu kalsinasi, bahan dasar yang digunakan, serta perbedaan metode dalam proses sintesis. Adanya fasa $Na_3Fe_2P_3O_{12}$ dan $NaFe_{3.67}P_3O_{12}$ pada sampel dapat menunjukkan tidak terjadinya reaksi secara sempurna. Namun, analisis secara kualitatif dapat dipastikan bahwa semua sampel merupakan kandidat material katoda baterai $NaFePO_4$, hal ini dapat dibuktikan dengan tidak adanya fasa selain unsur-unsur penyusun $NaFePO_4$. Jika dianalisa secara kualitatif sampel material katoda $NaFePO_4$ yang dikalsinasi dengan atmosfir Argon pada suhu 750°C dan pada udara bebas pada suhu 650°C untuk variasi sampel kedua mempunyai pembentukan fasa $NaFePO_4$ yang paling dominan. Data hasil analisis puncak yang teridentifikasi sebagai fasa $NaFePO_4$ dan fasa impurity pada sampel yang dikalsinasi menggunakan variasi suhu dan atmosfir yang berbeda dapat dilihat pada Tabel 4.1 hingga Tabel 4.12. Pada 650°C dan 700°C untuk variasi sampel yang pertama, pelebaran puncak dan puncak yang kurang intens menunjukkan pembentukan nanopartikel. setelah suhu dinaikkan, puncak yang tajam dan lebih intens muncul di pola difraksi variasi sampel pertama dan kedua. Tampaknya energi yang dilepaskan cukup untuk. menginduksi kristalisasi fase tunggal pada suhu 750°C. Karena ada sedikit fase sekunder yang terdeteksi dalam sampel pada

temperatur tersebut, proses pemanasan dengan pada temperatur 750°C proporsi yang tepat untuk menghindari segregasi dan menghasilkan reaksi dekomposisi eksotermik yang cukup kuat untuk mengkristalkan $NaFePO_4$ pada temperatur tersebut.

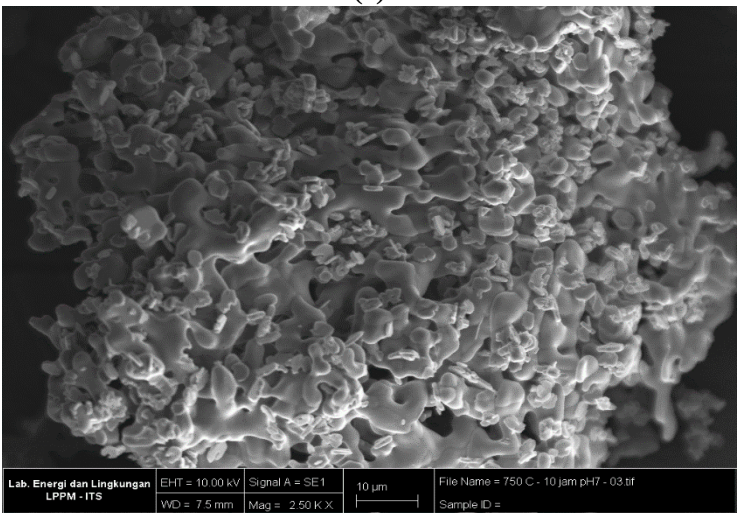
4.3 Hasil Analisis Uji Mikrokopi

Karakterisasi pada sampel katoda $NaFePO_4$ dengan variasi kalsinasi 750^oC selama 10 jam pada variasi sampel kedua atmosfir gas Argon dilakukan dengan pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM). Uji SEM dilakukan dengan tujuan mendapatkan hasil berupa morfologi material dan rata-rata ukuran partikel dari sampel tersebut. Pengujian SEM ini dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Gedung Robotika lt. 2 ITS. Hasil pengujian SEM ditunjukkan pada Gambar 4.10 (a), (b), (c), dan (d) dengan perbedaan perbesaran.

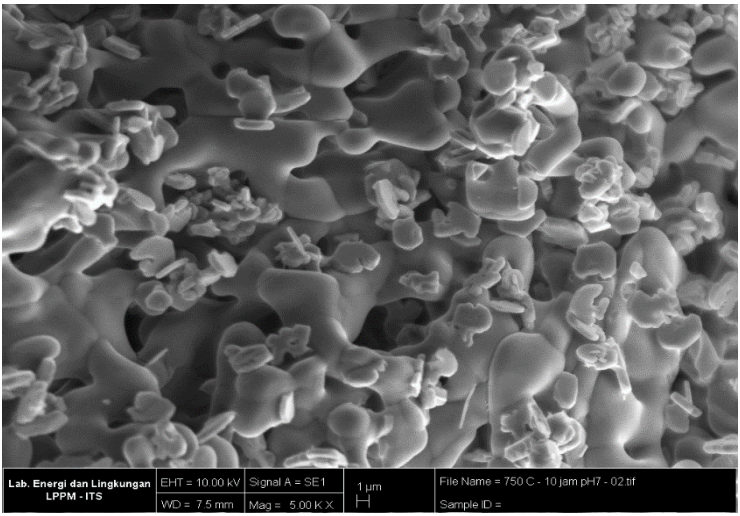
Gambar 4.10 didapatkan dengan perbesaran yang bervariasi. Dari data pengujian SEM tersebut, dapat diamati pada seluruh perbesaran sampel mengalami aglomerasi. Berdasarkan gambar tersebut, hasil morfologi dari sampel NaFePO4 variasi kedua yang dipanaskan dengan suhu 750^oC selama 10 jam pada atmosfir argon dapat dikatakan bersifat irregular atau tidak beraturan. Sampel NaFePO4 ini kemudian diperkirakan ukuran partikelnya menggunakan *software ImageJ*. Dari hasil analisis menggunakan *software* tersebut didapatkan rata-rata ukuran partikelnya sebesar 0,921 µm. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, pada $NaFePO_4$ murni didapatkan ukuran partikel rata-rata sebesar 1 µm (Zhao et al. 2017b). Dengan demikian, berdasarkan analisis morfologinya sampel $NaFePO_4$ dengan variasi kalsinasi 7500^oC selama 10 jam pada atmosfir argon dapat dikatakan hampir sesuai. Hal ini dibuktikan dengan sampel tersebut memiliki komposisi fasa $NaFePO_4$ 82,8% yang terbentuk.


Lab. Energi dan Lingkungan
LPPM - ITS
EHT = 10.00 kV
WD = 7.5 mm
Signal A = SE1
Mag = 1.00 K X
10 µm
File Name = 750 C - 10 jam pH7 - 04.tif
Sample ID =

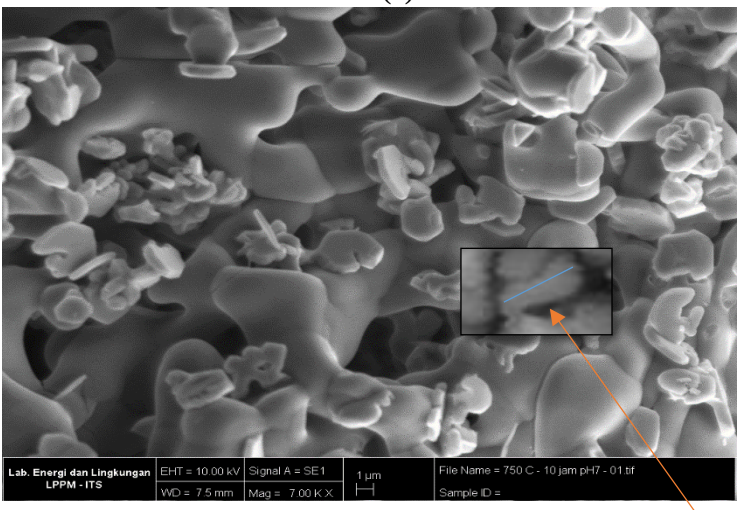
(a)


Lab. Energi dan Lingkungan
LPPM - ITS
EHT = 10.00 kV
WD = 7.5 mm
Signal A = SE1
Mag = 2.50 K X
10 µm
File Name = 750 C - 10 jam pH7 - 03.tif
Sample ID =

(b)



(c)



(d)

Gambar 4.11 Hasil Karakterisasi SEM dari Katoda $NaFePO_4$ Kalsinasi 750^oC Selama 10 jam pada Atmosfir Argon Variasi Sampel Kedua (a) perbesaran 1000x (b) perbesaran 2500x (c) perbesaran 5000x (d) perbesaran 7000x

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, hasil penelitian menunjukkan bahwa pembentukan fasa dipengaruhi oleh variasi suhu kalsinasi. Temperatur kalsinasi yang memberikan fraksi $NaFePO_4$ tertinggi adalah 750°C untuk pemanasan selama 10 jam pada variasi sampel kedua dengan lingkungan atmosfir gas Argon dengan intensitas yang tinggi 82,8%.

Pada lingkungan udara bebas yaitu pada perlakuan panas temperatur 650°C variasi sampel kedua 77,1%. Kemurnian paling tertinggi didapatkan pada temperatur 750°C dengan variasi sampel kedua atmosfir gas Argon. Gas Argon, variasi sampel kedua, dan 750°C merupakan variasi yang paling bagus. Sementara pada temperatur 700°C lingkungan atmosfir gas Argon dan udara bebas belum mengindikasikan terbentuknya fase maricite $NaFePO_4$ baik pada variasi sampel pertama maupun kedua.

5.2 Saran

1. Diharapkan penelitian selanjutnya untuk memperhatikan pelarut dari prekursor dengan pelarut ketiganya yaitu aquades dengan tambahan asam nitrat sebagai *reductant agen* dan sumber karbon.
2. Perlu dilakukan sintesis dengan memperhatikan kehomogenan prekursor yang dicampurkan minimal 6 jam sesuai standar pencampuran senyawa yang sukar larut.
3. Perlu dilakukan sintesis dengan memastikan tidak ada senyawa/pengotor yang masuk seperti mengganti gelas

beaker dengan botol reaksi, menambahkan silicon oil dan pemanasan menggunakan oven vacum.

DAFTAR PUSTAKA

Elma, Muthia. 2018. “Proses Sol Gel: Analisis, Fundamental Dan Aplikasi.” 246.

Fernández-Ropero, A. J. 2015. “Electrochemical Characterization Of Nafepo4 As Positive Electrode In Aqueous Sodium-Ion Batteries.” *Journal Of Power Sources* 6.

Grey, Clare P., And David S. Hall. 2020. “Prospects For Lithium-Ion Batteries And Beyond—A 2030 Vision.” *Nature Communications* 11(1):6279. Doi: 10.1038/S41467-020-19991-4.

Heubner, C., S. Heiden, M. Schneider, And A. Michaelis. 2017. “In-Situ Preparation And Electrochemical Characterization Of Submicron Sized Nafepo4 Cathode Material For Sodium-Ion Batteries.” *Electrochimica Acta* 233:78–84. Doi: 10.1016/J.Electacta.2017.02.107.

Hwang, Jinkwang, Kazuhiko Matsumoto, Yuki Orikasa, Misaki Katayama, Yasuhiro Inada, Toshiyuki Nohira, And Rika Hagiwara. 2018. “Crystalline Maricite Nafepo4 As A Positive Electrode Material For Sodium Secondary Batteries Operating At Intermediate Temperature.” *Journal Of Power Sources* 377(September 2017):80–86. Doi: 10.1016/J.Jpowsour.2017.12.003.

Joni, Idon, And Darminto Darminto. 2014. “Penerapan Metode Sol-Gel Dengan Variasi Temperatur Dan Waktu Kalsinasi Pada Sintesis Barium M-Heksaferit

(Bafe12o19).” *Jurnal Fisika Dan Aplikasinya* 10(1):53. Doi: 10.12962/J24604682.V10i1.827.

Kim, Jongsoon. 2015. “Unexpected Discovery Of Low-Cost Maricite Nafepo4 As A High-Performance Electrode For Na-Ion Batteries.” *Energy Environ. Sci.* 6.

Kim, Jongsoon, Dong Hwa Seo, Hyungsub Kim, Inchul Park, Jung Keun Yoo, Sung Kyun Jung, Young Uk Park, William A. Goddard, And Kisuk Kang. 2015. “Unexpected Discovery Of Low-Cost Maricite Nafepo4 As A High-Performance Electrode For Na-Ion Batteries.” *Energy And Environmental Science* 8(2):540–45. Doi: 10.1039/C4ee03215b.

Kubota, Kei, And Shinichi Komaba. 2015. “Review—Practical Issues And Future Perspective For Na-Ion Batteries.” *Journal Of The Electrochemical Society* 162(14):A2538–50. Doi: 10.1149/2.0151514jes.

Lin, Liangxu, Wen Lei, Shaowei Zhang, Yuqing Liu, Gordon G. Wallace, And Jun Chen. 2019. “Two-Dimensional Transition Metal Dichalcogenides In Supercapacitors And Secondary Batteries.” *Energy Storage Materials* 19:408–23. Doi: 10.1016/J.Ensm.2019.02.023.

Ma, Y., N. Fenineche, O. Elkedim, M. Moliere, H. Liao, And P. Briois. 2016. “Synthesis Of Apatite Type La10−Xsrxsi6o27−0.5x Powders For It-Sofc Using Sol–Gel Process.” *International Journal Of Hydrogen Energy* 41(23):9993–10000. Doi: 10.1016/J.Ijhydene.2016.02.006.

Nugroho, Dwi Wahyu, Putri Riskia Akwalia, Tito Prastyo Rahman, Radyum Ikono, Wahyu Bambang

Widayanto, And Agus Sukarto. 2012. “Pengaruh Variasi Ph Pada Sintesis Nanopartikel Zno Dengan Metode Sol-Gel.” 4.

Palomares, Verónica, Paula Serras, Irune Villaluenga, Karina B. Hueso, Javier Carretero-González, And Teófilo Rojo. 2012. “Na-Ion Batteries, Recent Advances And Present Challenges To Become Low Cost Energy Storage Systems.” *Energy & Environmental Science* 5(3):5884. Doi: 10.1039/C2ee02781j.

Park, Jung-Ki. 2012. “Principles And Applications Of Lithium Secondary Batteries.” 372.

Pooyan, Seyed, And P. O. Box. 2005. “Sol-Gel Process And Its Application In Nanotechnology.” 5.

Popp, Hartmut, Markus Koller, Marcus Jahn, And Alexander Bergmann. 2020. “Mechanical Methods For State Determination Of Lithium-Ion Secondary Batteries: A Review.” *Journal Of Energy Storage* 32:101859. Doi: 10.1016/J.Est.2020.101859.

Rahman, Md Mokhlesur, Irin Sultana, Srikanth Mateti, Junnan Liu, Neeraj Sharma, And Ying Chen. 2017. “Maricite Nafepo $_4$ /C/Graphene: A Novel Hybrid Cathode For Sodium-Ion Batteries.” *Journal Of Materials Chemistry A* 5(32):16616–21. Doi: 10.1039/C7ta04946c.

Rodriguez, Daniel Ribero. 2014. “Synthesis And Microstructural Characterization Of Phosphate Cathode Materials Prepared By A Polymeric Steric Entrapment Precursor Route.” 151.

Setyowati, Anita. 2013. “Atterberg Limit Pada Tanah Lempung Yang Distabilisasi Dengan Natrium Karbonat.” 1 No 2:7.

Shirsath, Sagar E., Danyang Wang, Santosh S. Jadhav, M. L. Mane, And Sean Li. 2018. “Ferrites Obtained By Sol-Gel Method.” 41.

Sofyan, Nofrijon, Guntur Tri Setiadanu, Anne Zulfia, And Evvy Kartini. 2017. “Effect Of Different Calcination Temperatures And Carbon Coating On The Characteristics Of Lifepo4 Prepared By Hydrothermal Route.” *International Journal Of Engineering And Technology* 9(4):3310–17. Doi: 10.21817/Ijet/2017/V9i4/170904064.

Sun, Ann, Faith R. Beck, Daniel Haynes, James A. Poston, S. R. Narayanan, Prashant N. Kumta, And A. Manivannan. 2012. “Synthesis, Characterization, And Electrochemical Studies Of Chemically Synthesized Nafepo 4.” *Materials Science And Engineering B: Solid-State Materials For Advanced Technology* 177(20):1729–33. Doi: 10.1016/J.Mseb.2012.08.004.

Yuniarti, E., J. Triwibowo, And E. Suharyadi. 2013. “Pengaruh Ph, Suhu Dan Waktu Pada Sintesis Lifepo4/C Dengan Metode Sol-Gel Sebagai Material Katoda Untuk Baterai Sekunder Lithium.” *Bimipa* 23(3):218–28.

Zhao, Ling, Dengmei Zhou, Wanxia Huang, Xueya Kang, Qiwu Shi, Zhilin Deng, Xianwei Yan, And Yongbo Yu. 2017a. “Electrochemical Performances Of Maricite Nafepo4/C As Cathode Material For

Sodium-Ion And Lithium-Ion Batteries." *Int. J. Electrochem. Sci.* 12:13.

Zhao, Ling, Dengmei Zhou, Wanxia Huang, Xueya Kang, Qiwu Shi, Zhilin Deng, Xianwei Yan, And Yongbo Yu. 2017b. "Electrochemical Performances Of Maricite Nafepo4/C As Cathode Material For Sodium-Ion And Lithium-Ion Batteries." *International Journal Of Electrochemical Science* 12(4):3153–65. Doi: 10.20964/2017.04.35.

Zheng, Mei Ying, Zong Yao Bai, Yue Wen He, Shunqing Wu, Yong Yang, And Zi Zhong Zhu. 2020. "Anionic Redox Processes In Maricite- And Triphylite-Nafepo4 Of Sodium-Ion Batteries." *Acs Omega* 5(10):5192–5201. Doi: 10.1021/Acsomega.9b04213.

Zhu, Yujie, Yunhua Xu, Yihang Liu, Chao Luo, And Chunsheng Wang. 2013. "Comparison Of Electrochemical Performances Of Olivine Nafepo $_4$ In Sodium-Ion Batteries And Olivine Lifepo $_4$ In Lithium-Ion Batteries." *Nanoscale* 5(2):780–87. Doi: 10.1039/C2nr32758a.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

LAMPIRAN A

Perhitungan Komposisi Sampel

Massa Target = 5 gram

Bahan baku :

1. Mr Na_2Co_3 = 106 gram/mol
2. Mr $FeCl_2.4H_2O$ = 199 gram/mol
3. Mr $NH_4H_2PO_4$ = 115 gram/mol
4. Mr HCl = 36,5 gram/mol
5. Mr H2O = 18 gram/mol

1) Larutan 1

$Na_2CO_3 + H_2O \rightarrow 2NaOH + CO_2$

Mr $NaFePO_4$ = 619 gram/mol

- Menghitung jumlah mol $NaFePO_4$

n $NaFePO_4 = \frac{Massa\ target}{Mr}$

$$= \frac{5\ gr}{619\ gr/mol}$$

$$= 0{,}0081\ mol$$

- Menghitung massa Na_2CO_3

$$massa\ Na_2CO_3 = \frac{Massa\ target}{Mr\ NaFePO4}\ x\ Mr\ Na_2CO_3$$

$$= \frac{5\ gr}{619\ gr/mol}\ x\ 106\ gr/mol$$

$$= 0{,}856\ gram$$

- Menghitung mol Na_2CO_3

$$n\ Na_2CO_3 = \ massa\ Na_2CO_3\ X\ Mr\ Na_2CO_3$$

$$= 0{,}856\ gr\ x\ 106\ gr/mol$$

$$= 0{,}0081\ mol$$

- Menghitung mol H_2O

$$n\ H_2O = \frac{koef\ H_2O}{Koef\ Na_2CO_3}\ x\ n\ Na_2CO_3$$

$$= \frac{1}{1} x\ 0{,}0081\ mol = 0{,}0081\ mol$$

- Menghitung volume H_2O

$$massa\ H_2O = n\ H_2O\ x\ Mr\ H_2O$$
$$= 0{,}008078\ mol\ x\ 18\ gr/mol$$
$$= 0{,}1454\ gram = 0{,}1454\ ml$$

2) Larutan 2

$NH_4H_2PO_4 + H_2O \rightarrow H_3PO_4 + NH_4OH$

Mr $NaFePO_4$ = 619 gram/mol

- Menghitung jumlah mol $NaFePO_4$

$$\text{n } NaFePO_4 = \frac{Massa\ target}{Mr}$$
$$= \frac{5\ gr}{619\ gr/mol}$$
$$= 0{,}0081\ mol$$

- Menghitung massa $NH_4H_2PO_4$

$$massa\ NH_4H_2PO_4 = \frac{Massa\ target}{Mr\ NaFePO4} x\ Mr\ NH_4H_2PO_4$$
$$= \frac{5\ gr}{619\ gr/mol}\ x\ 115\ gr/mol$$
$$= 0{,}929\ gram$$

- Menghitung mol $NH_4H_2PO_4$

$$n\ NH_4H_2PO_4 = \ massa\ NH_4H_2PO_4\ X\ Mr\ NH_4H_2PO_4$$

$$= 0{,}929\ gr\ x\ 115\ gr/mol$$
$$= 0{,}0081\ mol$$

- Menghitung mol H_2O

$$n\ H_2O = \frac{koef\ H_2O}{Koef\ NH_4H_2PO_4}\ x\ n\ NH_4H_2PO_4$$

$$= \frac{1}{1} x\ 0{,}0081\ mol = 0{,}0081\ mol$$

- Menghitung volume H_2O

$$massa\ H_2O = n\ H_2O\ x\ Mr\ H_2O$$
$$= 0{,}008078\ mol\ x\ 18\ gr/mol$$
$$= 0{,}1454\ gram = 0{,}1454\ ml$$

3) Larutan 3

$2FeCl_2.4H_2O + HCl \rightarrow 2FeCl_3 + 4H_2O + H_2$

Mr $NaFePO_4$ = 619 gram/mol

- Menghitung jumlah mol $NaFePO_4$

n $NaFePO_4 = \frac{Massa\ target}{Mr}$

$$= \frac{5\ gr}{619\ gr/mol}$$
$$= 0{,}0081\ mol$$

- Menghitung massa $2FeCl_2.4H_2O$

$massa\ 2FeCl_2.4H_2O = \frac{Massa\ target}{Mr\ NaFePO4}\ x\ Mr\ 2FeCl_2.4H_2O$

$$= \frac{5\ gr}{619\ gr/mol}\ x\ 199\ gr/mol$$
$$= 3{,}215\ gram$$

- Menghitung mol $2FeCl_2.4H_2O$

$$n\ 2FeCl_2.4H_2O = massa\ 2FeCl_2.4H_2O\ X\ Mr\ 2FeCl_2.4H_2O$$
$$= 3{,}215\ gr\ x\ 199\ gr/mol$$
$$= 0{,}0161\ mol$$

- Menghitung mol HCl

$$n\ HCl = \frac{koef\ HCl}{Koef\ 2FeCl_2.4H_2O}\ x\ n\ 2FeCl_2.4H_2O$$

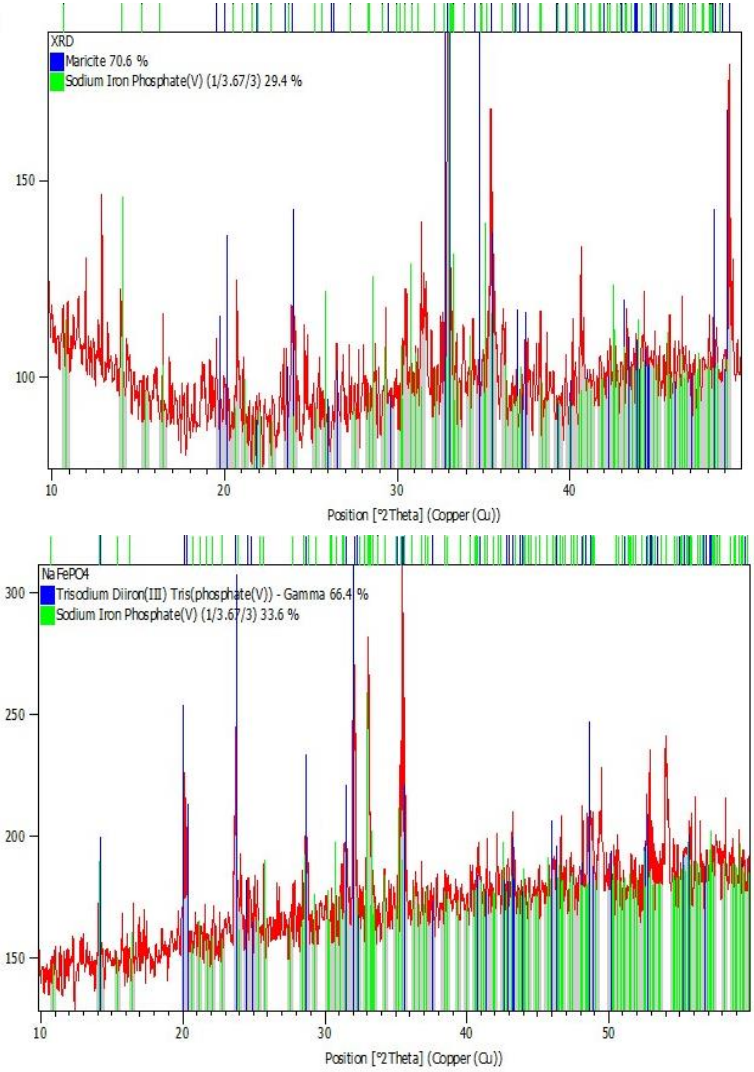
$$= \frac{2}{2} x\ 0{,}0161\ mol = 0{,}0161\ mol$$

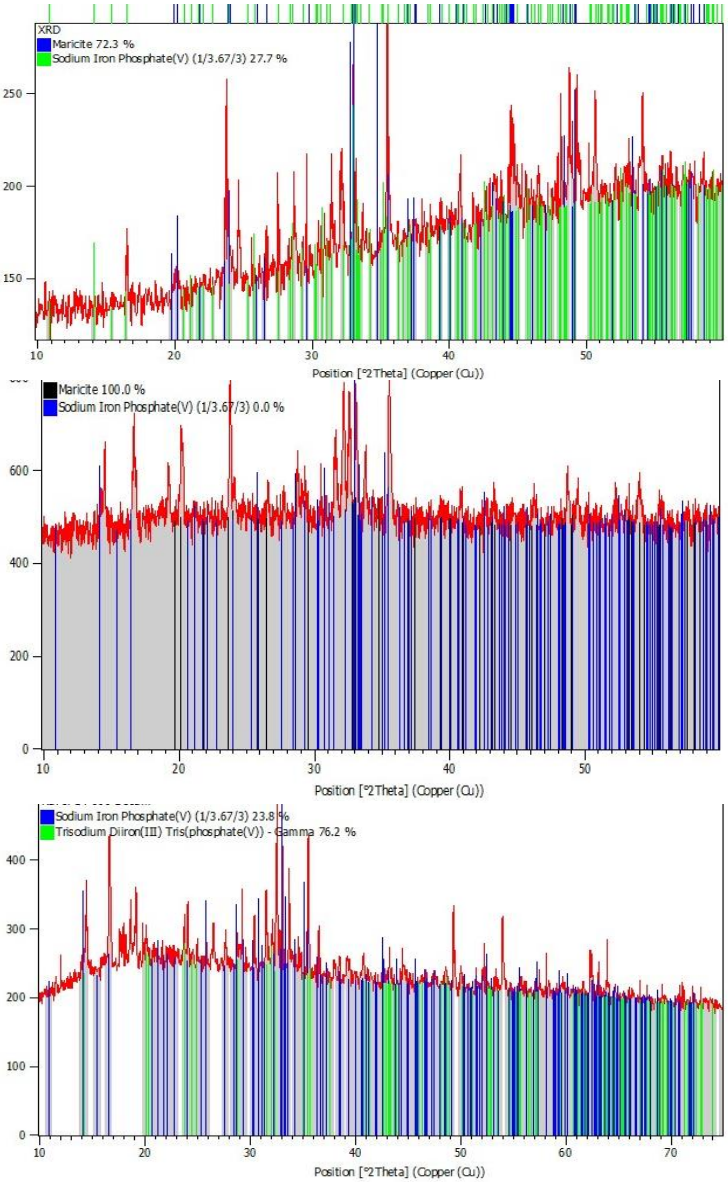
- Menghitung volume HCl

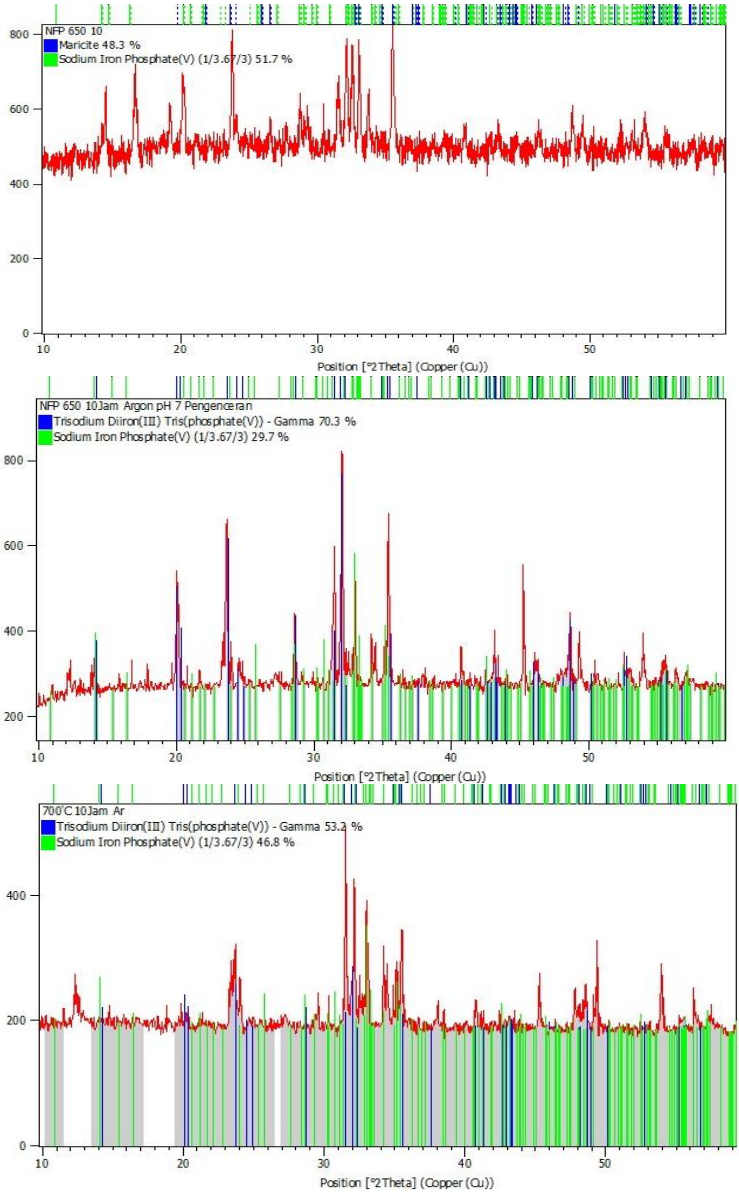
$$massa\ HCl = n\ HCl\ x\ Mr\ HCl$$
$$= 0{,}0161\ mol\ x\ 36{,}5\ gr/mol$$
$$= 0{,}5876\ gram = 0{,}496\ ml$$

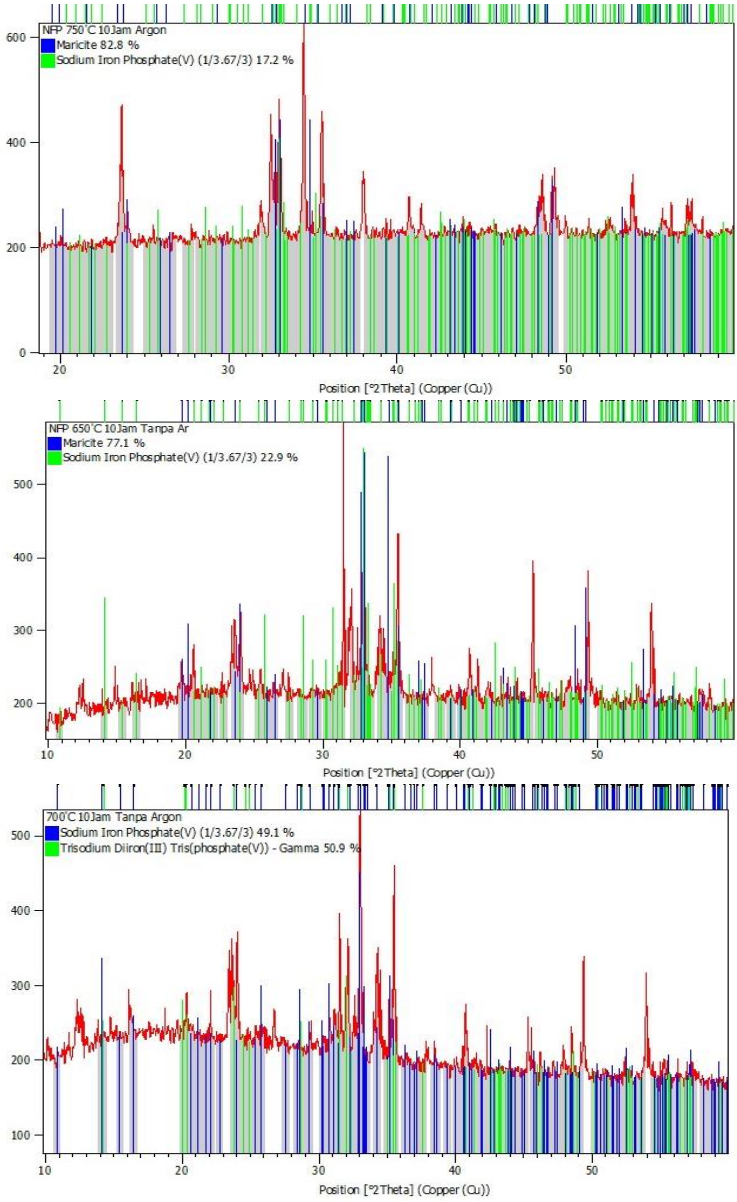
LAMPIRAN B

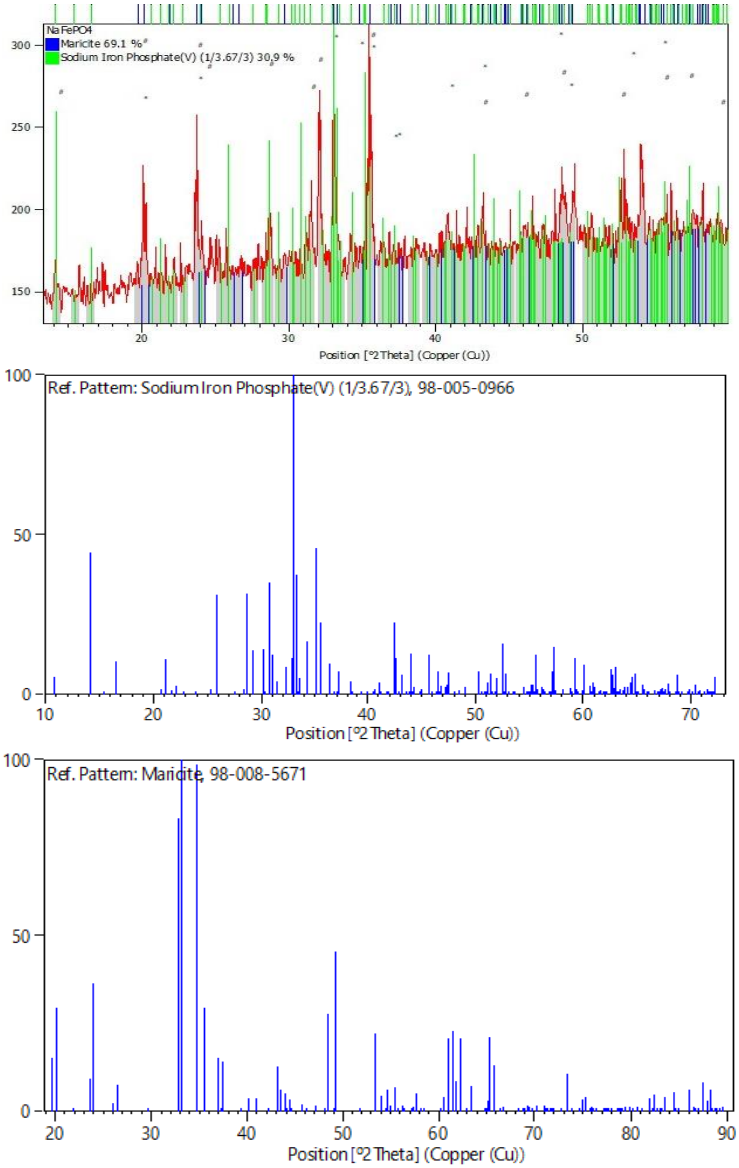
ANALISA KUANTITATIF SAMPEL

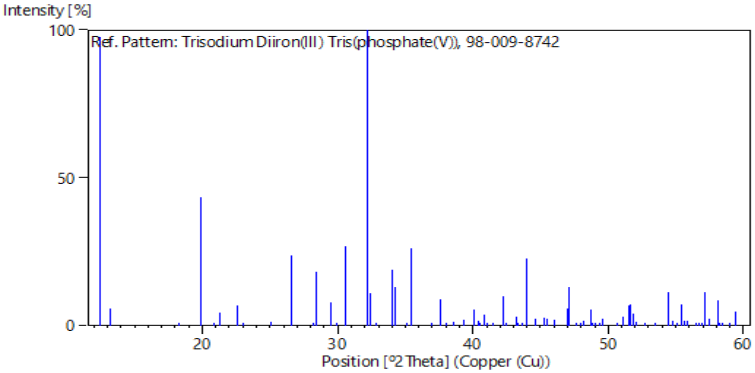



XRD
Maricite 72.3 %
Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3) 27.7 %
Position [°2Theta] (Copper (Cu))
Maricite 100.0 %
Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3) 0.0 %
Position [°2Theta] (Copper (Cu))
Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3) 23.8 %
Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V)) - Gamma 76.2 %
Position [°2Theta] (Copper (Cu))


NFP 650 10
Maricite 48.3 %
Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3) 51.7 %
Position [°2Theta] (Copper (Cu))
NFP 650 10Jam Argon pH 7 Pengenceran
Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V)) - Gamma 70.3 %
Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3) 29.7 %
Position [°2Theta] (Copper (Cu))
700°C 10Jam Ar
Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V)) - Gamma 53.2 %
Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3) 46.8 %
Position [°2Theta] (Copper (Cu))


NFP 750°C 10Jam Argon
Maricite 82.8 %
Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3) 17.2 %
Position [°2Theta] (Copper (Cu))
NFP 650°C 10Jam Tanpa Ar
Maricite 77.1 %
Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3) 22.9 %
Position [°2Theta] (Copper (Cu))
700°C 10Jam Tanpa Argon
Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3) 49.1 %
Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V)) - Gamma 50.9 %
Position [°2Theta] (Copper (Cu))


NaFePO4
Maricite 69.1 %
Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3) 30.9 %
Position [°2Theta] (Copper (Cu))
Ref. Pattern: Sodium Iron Phosphate(V) (1/3.67/3), 98-005-0966
Position [°2Theta] (Copper (Cu))
Ref. Pattern: Maricite, 98-008-5671
Position [°2Theta] (Copper (Cu))



Berikut merupakan CIF File fasa $Na_3Fe_2P_3O_{12}$

#--
-----#$Date: 2015-10-05 13:30:47 +0300 (Mon, 05 Oct 2015)
$ #$Revision: 159953 $
#$URL:
svn://www.crystallography.net/cod/cif/1/53/36/1533686.cif $
#--
-----#
This file is available in the Crystallography Open Database (COD),
http://www.crystallography.net/#
All data on this site have been placed in the public domain by the # contributors.#
data_1533686
loop__publ_author_name'Belokoneva, E.L.' 'Ruchkina, E.A.' 'Dimitrova, O.V.' 'Stefanovich, S.Yu.' _publ_section_title;
Synthesis and crystal structure of a new trigonal modification of Na3 Fe2(P O4)3;
_journal_name_full 'Zhurnal Neorganicheskoi Khimii'
_journal_page_first 1423
_journal_page_last 1426
_journal_volume 47
_journal_year 2002

_chemical_formula_sum 'Fe2 Na3 O12 P3'
_chemical_name_systematic 'Na3 Fe2 (P O4)3'
_space_group_IT_number 167
_symmetry_space_group_name_Hall '-R 3 2"c'
_symmetry_space_group_name_H-M 'R -3 c :H'
_cell_angle_alpha 90
_cell_angle_beta 90
_cell_angle_gamma 120
_cell_formula_units_Z 12
_cell_length_a 13.39
_cell_length_b 13.39
_cell_length_c 17.91
_cell_volume 2780.913
_citation_journal_id_ASTM ZNOKAQ
_cod_data_source_file
Belokoneva_ZNOKAQ_2002_1162.cif
_cod_data_source_block Fe2Na3O12P3
_cod_database_code 1533686
loop_
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
x,y,z
-y,x-y,z
-x+y,-x,z
y,x,-z+1/2
-x,-x+y,-z+1/2
x-y,-y,-z+1/2
-x,-y,-z
y,-x+y,-z
x-y,x,-z
-y,-x,z-1/2
x,x-y,z-1/2
-x+y,y,z-1/2
x+2/3,y+1/3,z+1/3
-y+2/3,x-y+1/3,z+1/3
-x+y+2/3,-x+1/3,z+1/3

y+2/3,x+1/3,-z+5/6
-x+2/3,-x+y+1/3,-z+5/6
x-y+2/3,-y+1/3,-z+5/6
-x+2/3,-y+1/3,-z+1/3
y+2/3,-x+y+1/3,-z+1/3
x-y+2/3,x+1/3,-z+1/3
-y+2/3,-x+1/3,z-1/6
x+2/3,x-y+1/3,z-1/6
-x+y+2/3,y+1/3,z-1/6
x+1/3,y+2/3,z+2/3
-y+1/3,x-y+2/3,z+2/3
-x+y+1/3,-x+2/3,z+2/3
y+1/3,x+2/3,-z+7/6
-x+1/3,-x+y+2/3,-z+7/6
x-y+1/3,-y+2/3,-z+7/6
-x+1/3,-y+2/3,-z+2/3
y+1/3,-x+y+2/3,-z+2/3
x-y+1/3,x+2/3,-z+2/3
-y+1/3,-x+2/3,z+1/6
x+1/3,x-y+2/3,z+1/6
-x+y+1/3,y+2/3,z+1/6
loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_occupancy
_atom_site_U_iso_or_equiv
Na2 Na+1 0.4403 0.1264 0.7777 0.833 0.0
O4 O-2 0.1644 0.1481 0.4362 1 0.0
Fe2 Fe+3 0 0 0.25 1 0.0
O2 O-2 0.3498 0.0606 0.1791 1 0.0
O1 O-2 0.1474 0.0803 0.1873 1 0.0
O3 O-2 0.536 0.07 0.1545 1 0.0

P1 P+5 0.47122 0.14835 0.9774 1 0.0
Na1 Na+1 0 0 0 1 0.0
Fe1 Fe+3 0.21902 0 0.25 1 0.0

Berikut merupakan CIF File fasa $NaFePO_4$

#--
-----#$Date: 2016-03-21 01:21:50 +0200 (Mon, 21 Mar 2016) $ #$Revision: 178377 $ #$URL: svn://www.crystallography.net/cod/cif/4/00/18/4001804.cif $
#--
-----#
This file is available in the Crystallography Open Database (COD),
http://www.crystallography.net/#
All data on this site have been placed in the public domain by the # contributors. #data_4001804 loop__publ_author_name 'Barpanda, Prabeer' 'Liu, Guandong' 'Ling, Chris D.' 'Tamaru, Mao' 'Avdeev, Maxim' 'Chung, Sai-Cheong' 'Yamada, Yuki' 'Yamada, Atsuo' _publ_section_title; Na2FeP2O7: A Safe Cathode for Rechargeable Sodium-ion Batteries;
_journal_issue 17
_journal_name_full 'Chemistry of Materials'
_journal_page_first 3480
_journal_paper_doi 10.1021/cm401657c
_journal_volume 25
_journal_year 2013
_chemical_formula_sum 'Fe Na O4 P'
_chemical_formula_weight 173.81
_chemical_name_systematic ' ?'
_space_group_IT_number 62
_symmetry_cell_setting orthorhombic
_symmetry_space_group_name_Hall '-P 2ac 2n'
_symmetry_space_group_name_H-M 'P n m a'
_cell_angle_alpha 90.0
_cell_angle_beta 90.0

_cell_angle_gamma 90.0
_cell_formula_units_Z 4
_cell_length_a 8.9903(8)
_cell_length_b 6.8681(6)
_cell_length_c 5.0441(5)
_cell_volume 311.45(5)
_pd_block_id 2013-07-11T18:29|NAFEP2O7_phase2|Chris_Ling||
_pd_phase_name na2fep2o7.exp
_cod_data_source_file cm401657c_si_003.cif
_cod_data_source_block NAFEP2O7_phase_2
_cod_depositor_comments
;
The following automatic conversions were performed:

'_geom_bond_publ_flag' value 'N' changed to 'n' according to /home/saulius/struct/CIF-dictionaries/cif_core.dic dictionary named
'cif_core.dic' version 2.4.2 from 2011-04-26 (53 times).

'_geom_angle_publ_flag' value 'N' changed to 'n' according to /home/saulius/struct/CIF-dictionaries/cif_core.dic dictionary
named 'cif_core.dic' version 2.4.2 from 2011-04-26 (67 times).

Automatic conversion script
Id: cif_fix_values 1891 2012-01-12 08:04:46Z andrius
;
_cod_original_cell_volume 311.456(32)
_cod_database_code 4001804
loop_
_symmetry_equiv_pos_site_id
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
1 +x,+y,+z

2 -x+1/2,+y+1/2,+z+1/2
3 +x,-y+1/2,+z
4 -x+1/2,-y,+z+1/2
-1 -x,-y,-z
-2 +x+1/2,-y+1/2,-z+1/2
-3 -x,+y+1/2,-z
-4 +x+1/2,+y,-z+1/2
loop_
_atom_site_type_symbol
_atom_site_label
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_occupancy
_atom_site_thermal_displace_type
_atom_site_U_iso_or_equiv
_atom_site_symmetry_multiplicity
Fe Fe1 0.5 0.5 0.5 1.0 Uiso 0.025 4
P P1 0.3242 0.25 0.0357 1.0 Uiso 0.025 4
Na Na1 0.6504 0.25 -0.0296 1.0 Uiso 0.025 4
O- O1 0.3786 0.4317 0.1819 1.0 Uiso 0.025 8
O- O2 0.3838 0.25 0.75 1.0 Uiso 0.025 4
O- O3 0.1516 0.25 0.05 1.0 Uiso 0.025 4
loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_number_in_cell
P 4.0
Fe 4.0
Na 4.0
O- 16.0
loop_
_geom_angle_atom_site_label_1
_geom_angle_atom_site_label_2
_geom_angle_atom_site_label_3
_geom_angle

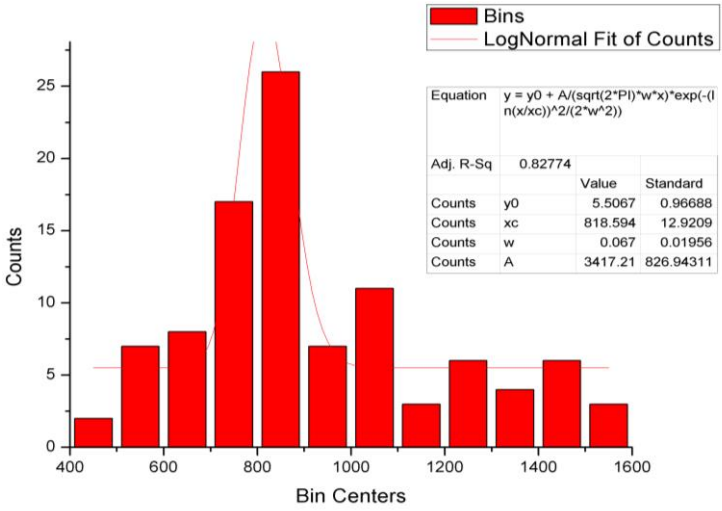
```
_geom_angle_site_symmetry_1
_geom_angle_site_symmetry_3
_geom_angle_publ_flag
O1 Fe1 O1 180.0 1_555 -1_666 n
Na1 P1 Na1 115.061(4) 1_555 -2_464 n
Na1 P1 Na1 128.5040(26) 1_555 -2_465 n
Na1 P1 O1 74.6988(22) 1_555 1_555 n
Na1 P1 O1 74.6988(22) 1_555 3_555 n
Na1 P1 O2 63.1958(16) 1_555 1_554 n
Na1 P1 O3 176.2532(5) 1_555 1_555 n
Na1 P1 Na1 116.435(7) -2_464 -2_465 n
Na1 P1 O1 125.3132(31) -2_565 1_555 n
Na1 P1 O1 125.3132(31) -2_565 3_555 n
Na1 P1 O2 51.866(6) -2_565 1_554 n
Na1 P1 O3 61.192(4) -2_565 1_555 n
Na1 P1 O1 76.201(4) -2_566 1_555 n
Na1 P1 O1 76.201(4) -2_566 3_555 n
Na1 P1 O2 168.3003(9) -2_566 1_554 n
Na1 P1 O3 55.2430(31) -2_566 1_555 n
O1 P1 O1 109.320(6) 1_555 3_555 n
O1 P1 O2 109.902(4) 1_555 1_554 n
O1 P1 O3 107.2754(20) 1_555 1_555 n
O1 P1 O2 109.902(4) 3_555 1_554 n
O1 P1 O3 107.2754(20) 3_555 1_555 n
O2 P1 O3 113.0573(21) 1_554 1_555 n
P1 Na1 P1 127.8780(25) 1_555 -2_655 n
P1 Na1 P1 115.687(4) 1_555 -2_656 n
P1 Na1 O1 85.7366(9) 1_555 -1_665 n
P1 Na1 O1 85.7366(9) 1_555 -3_655 n
P1 Na1 O2 31.292(4) 1_555 1_554 n
P1 Na1 O2 158.4932(23) 1_555 -2_666 n
P1 Na1 O3 96.6438(8) 1_555 -2_665 n
P1 Na1 O3 83.8472(9) 1_555 -2_666 n
P1 Na1 P1 116.435(7) -2_655 -2_656 n
P1 Na1 O1 77.1365(26) -2_665 -1_665 n
```

P1 Na1 O1 77.1365(26) -2_665 -3_655 n
P1 Na1 O2 96.586(6) -2_665 1_554 n
P1 Na1 O2 30.61520(20) -2_665 -2_666 n
P1 Na1 O3 31.2342(33) -2_665 -2_665 n
P1 Na1 O3 148.2748(34) -2_665 -2_666 n
P1 Na1 O1 109.7863(23) -2_666 -1_665 n
P1 Na1 O1 109.7863(23) -2_666 -3_655 n
P1 Na1 O2 146.9790(5) -2_666 1_554 n
P1 Na1 O2 85.820(7) -2_666 -2_666 n
P1 Na1 O3 147.6689(34) -2_666 -2_665 n
P1 Na1 O3 31.8401(34) -2_666 -2_666 n
O1 Na1 O1 139.280(5) -1_665 -3_655 n
O1 Na1 O2 76.1100(16) -1_665 1_554 n
O1 Na1 O2 86.8220(21) -1_665 -2_666 n
O1 Na1 O3 70.7922(24) -1_665 -2_665 n
O1 Na1 O3 109.2659(24) -1_665 -2_666 n
O1 Na1 O2 76.1100(16) -3_655 1_554 n
O1 Na1 O2 86.8220(21) -3_655 -2_666 n
O1 Na1 O3 70.7922(24) -3_655 -2_665 n
O1 Na1 O3 109.2659(24) -3_655 -2_666 n
O2 Na1 O2 127.201(6) 1_554 -2_666 n
O2 Na1 O3 65.3520(29) 1_554 -2_665 n
O2 Na1 O3 115.1390(29) 1_554 -2_666 n
O2 Na1 O3 61.8494(31) -2_666 -2_665 n
O2 Na1 O3 117.6596(32) -2_666 -2_666 n
O3 Na1 O3 180.0 -2_665 -2_666 n
Fe1 O1 P1 138.9260(16) 1_555 1_555 n
Fe1 O1 Na1 96.063(4) 1_555 -1_665 n
P1 O1 Na1 124.765(5) 1_555 -1_665 n
P1 O2 Na1 85.512(5) 1_556 1_556 n
P1 O2 Na1 97.519(6) 1_556 -2_465 n
Na1 O2 Na1 176.96820(20) 1_556 -2_465 n
P1 O3 Na1 87.5741(4) 1_555 -2_464 n
P1 O3 Na1 92.91700(30) 1_555 -2_465 n
Na1 O3 Na1 180.0 -2_464 -2_465 n

```
loop_
_geom_bond_atom_site_label_1
_geom_bond_atom_site_label_2
_geom_bond_distance
_geom_bond_site_symmetry_2
_geom_bond_publ_flag
Fe1 Na1 3.45148(22) 1_555 n
Fe1 Na1 3.22590(20) 1_556 n
Fe1 Na1 3.22590(20) -1_665 n
Fe1 Na1 3.45148(22) -1_666 n
Fe1 O1 1.99645(14) 1_555 n
Fe1 O1 1.99645(14) -1_666 n
Fe1 O2 2.37270(13) 1_555 n
Fe1 O2 2.37270(13) -1_666 n
Fe1 O3 2.20666(14) 2_555 n
Fe1 O3 2.20666(14) -2_555 n
P1 Na1 2.95109(25) 1_555 n
P1 Na1 3.44175(30) -1_655 n
P1 Na1 3.44175(30) -1_665 n
P1 Na1 2.99307(23) -2_454 n
P1 Na1 2.94076(22) -2_455 n
P1 O1 1.52982(10) 1_555 n
P1 O1 1.52982(10) 3_555 n
P1 O2 1.53750(14) 1_554 n
P1 O3 1.55341(13) 1_555 n
Na1 Fe1 3.22590(20) 1_554 n
Na1 Fe1 3.45148(22) 1_555 n
Na1 Fe1 3.22590(20) 3_554 n
Na1 Fe1 3.45148(22) 3_555 n
Na1 P1 2.95109(25) 1_555 n
Na1 P1 3.44175(30) -1_655 n
Na1 P1 3.44175(30) -1_665 n
Na1 P1 2.99307(23) -2_554 n
Na1 P1 2.94076(22) -2_555 n
Na1 O1 2.94389(18) 1_555 n
```

Na1 O1 2.94389(18) 3_555 n
Na1 O1 2.33178(18) -1_665 n
Na1 O1 2.97361(17) -2_555 n
Na1 O1 2.33178(18) -3_645 n
Na1 O1 2.97361(17) -4_555 n
Na1 O2 2.64210(19) 1_554 n
Na1 O2 2.37466(17) -2_555 n
Na1 O3 2.62499(26) -2_554 n
Na1 O3 2.41919(24) -2_555 n
O1 Fe1 1.99645(14) 1_555 n
O1 P1 1.52982(10) 1_555 n
O1 Na1 2.94389(18) 1_555 n
O1 Na1 2.33178(18) -1_665 n
O1 Na1 2.97361(17) -2_455 n
O2 Fe1 2.37270(13) 1_555 n
O2 Fe1 2.37270(13) 3_555 n
O2 P1 1.53750(14) 1_556 n
O2 Na1 2.64210(19) 1_556 n
O2 Na1 2.37466(17) -2_455 n
O3 Fe1 2.20666(14) 2_544 n
O3 Fe1 2.20666(14) 4_564 n
O3 P1 1.55341(13) 1_555 n
O3 Na1 2.62499(26) -2_454 n
O3 Na1 2.41919(24) -2_455 n
loop__pd_block_diffractogram_id 2013-07-11T18:29|NAFEP2O7_H_01|Chris_Ling|PD@AS

Perhitungan Ukuran Partikel Uji SEM



BIODATA PENULIS

Bobby Refokry Oeza, lahir di Pariaman 20 Juli 1999. Penulis mengenyam pendidikan wajib di SDN 08 Kp Pondok Kota Pariaman, MTsN Model Padusunan Kota Pariaman, dan MAN/MAPK Koto Baru Padang Panjang, Sumatra Barat. Setelah lulus MAN pada tahun 2017 penulis melanjutkan studi di Institut Teknologi Sepuluh Nopember program studi S1 Fisika melalui jalur SBMPTN. Selama menempuh perkuliahan, penulis mengambil bidang minat di fisika material. Dalam kesehariannya diluar kegiatan kuliah, penulis terjun di Organisasi-organisasi kampus. Tahun pertama pada masa perkuliahan, penulis bergelut di bidang kepanitiaan Unit Kegiatan Mahasiswa ITS yaitu IAC. Pada tahun kedua dan ketiga bergelut di bidang *Technopreneur* hingga menjadi ketua pengembangan profesi anggota HMI MIPA ITS. Pada tahun keempat penulis lanjut di HMI MIPA ITS menjadi ketua pelaksana LK1. Penulis juga pernah berkesempatan melaksanakan tugas coop penelitian di dua perusahaan nasional yaitu PT Dirgantara Indonesia divisi QC Material Produksi dan PT IQ Edukasi/Colearn divisi QC *Correctness* mata pelajaran fisika. Kritik dan saran dalam penulisan dan konten pada laporan ini dapat dikirim melalui surat elektronik pada: bobbyoeza20@gmail.com