

TUGAS AKHIR – SF 184801

KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA BATERAI NaFePO $_4$

Catur Devi Aulia NRP. 01111640000076

Dosen Pembimbing I Prof. Dr. Darminto, M.Sc

Dosen Pembimbing II Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Data Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2020



TUGAS AKHIR – SF 184801

KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF BATERAI KATODA NaFePO₄

Catur Devi Aulia NRP. 01111640000076

Dosen Pembimbing I Prof. Dr. Darminto, M.Sc

Dosen Pembimbing II Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Data Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2020



FINAL PROJECT – SF 184801

CHARACTERIZATION OF CATHODE ACTIVE MATERIAL BATTERY NaFePO₄

Catur Devi Aulia NRP. 01111640000076

Supervisor I Prof. Dr. Darminto, M.Sc

Supervisor II Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

Departement of Physics Faculty of Science and Data Analytics Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2020

LEMBAR PENGESAHAN

KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA BATERAI NaFePO4

TUGAS AKHIR

Diajukan Guna Memenuhi Persyaratan untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains pada Bidang Studi Fisika Material Program Studi S1 Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Data Institut Teknologi Sepuluh Nopember

> Oleh: Catur Devi Aulia NRP. 01111640000076

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

Prof. Dr. Darminto, M.Sc NIP. 19600303198701.1.002

Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D NIP.1990201812014



KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA BATERAI NaFePO₄

Nama	: CATUR DEVI AULIA
NRP	: 01111640000076
Departemen	: Fisika F. SAINS-ITS
Pembimbing I	: Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Pembimbing II	: Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

ABSTRAK

Material natrium fero fosfat sebagai katoda baterai telah disintesis dengan menggunakan metode *sol gel*. Material katoda NaFeP O_4 dibuat dengan menggunakan bahan bahan baku Na₂CO₃, FeCl₄H₂O, dan NH₄H₂PO₄. Pada penelitian ini digunakan variasi atmosfir yaitu variasi argon 800°C 5 jam dan 800°C 7 jam dan variasi atmosfir udara bebas 800°C 5 jam dan 800°C 7 jam. Maricite NaFeP O_4 merupakan fasa utama yang teramati dan terdapat fasa sekunder pada semua variasi sampel. Serbuk yang telah dikalsinasi dikarakterisasi menggunakan XRD, CV dan EIS. Hasil penelitian menunjukkan nilai selisih tegangan pada pengujian CV sebesar 0,3 V dan nilai impedansi sebesar 2 × 10⁷ ohm.

Kata kunci: CV, EIS, Natrium Fero Fosfat, Sol Gel

CHARACTERIZATION OF CATHODE ACTIVE MATERIAL BATTERY NaFePO₄

Name	: Catur Devi Aulia
NRP	: 01111640000076
Department	: Physics, F. SCIENCE-ITS
Supervisor I	: Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Supervisor II	: Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

ABSTRACT

The material of sodium fero phosphate as a battery cathode has been synthesized using the sol gel method. NaFePO₄ cathode material used raw materials of Na₂CO₃, FeCl₄H₂O, dan NH₄H₂PO₄. The precursor of natrium fero phosphate has been calcinations in various atmosphere. The calcination various argon was varied at 800°C 5 hours and 800°C 7 hours and various free air was varied at 800°C 5 hours and 800°C 7 hours. Maricite NaFePO₄ is the main phase observed and there is secondary phase in all samples. The syntesized powders were characterized using XRD, CV and EIS. The results showed the voltage difference in the CV test of 0.3 V and the impedance 2×10^7 ohm.

Key words: CV,EIS,Sodium Fero Phosphate, Sol Gel

KATA PENGANTAR

إ

Puji Syukur atas berkat rahmat Tuhan Yang Maha Esa sehingga penulis dapat menyusun dan menyelesaikan laporan tugas akhir yang berjudul:

" KARAKTERISASI MATERIAL AKTIF KATODA BATERAI NaFePO4"

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 terima kasih kepada semua pihak yang telah membatu, baik dalam dukungan moril, materil dan pengertiannya dalam pembuatan tugas akhir ini:

- 1. Allah SWT atas rahmat dan karunia yang telah diberikan sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan baik.
- 2. Keluarga terutama Mama dan Almh. Papa Neneng Bachtiar sebagai orang yang telah memberikan segala yang terbaik berupa doa, dukungan moral, dan kepercayaan yang telah diberikan kepada penulis.
- 3. Bapak Prof. Dr. Darminto, M. Sc dan Ibu Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D sebagai dosen pembimbing Tugas Akhir yang telah memberikan arahan, pengalaman, wawasan, dan memberikan bimbingan terbaiknya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan baik.
- 4. Bapak Dr. Gatut Yudoyono, MT dan Bapak Dr. rer. Nat. Bintoro Anang Subagyo selaku Kepala Departemen dan Sekretaris Depertemen Fisika Fakultas Sains ITS yang telah

memberikan kemudahan sarana kepada penulis selama kuliah sampai terselesaikannya Tugas Akhir ini.

- 5. Segenap Dosen dan Laboran Departemen Fisika ITS yang senantiasa memberikan ilmu pengetahuan yang sangat berharga.
- 6. Shagita Ramayana, Nurul Mufidah, Syabania Ridha Arfianda, Ayulia Faizah, Febriyati Dewi Safitri, Rima Feisy Azmi, Liga Persada dan Afif Mkp sebagai teman penulis yang saling membantu, menyemangati, menghibur penulis mulai dari awal masuk kuliah hingga sekarang.
- 7. Teman- teman riset NaFeP O_4 Maria dan Rima, sebagai teman diskusi terkait penelitian.
- 7. Teman-teman Fisika 2016 (Sirius) yang telah menjadi keluarga dan teman seperjuangan selama masa perkuliahan.
- 8. Mbak Vera,Mbak Rara,Mbak Anna dan Mas Syaiful yang telah membagikan ilmunya mengenai Material kepada penulis
- 9. Teman-teman Fisika Material angkatan 2016 yang telah menemani di Laboratorium Material
- 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, Juni 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAM	IAN JUDULi
TITTLE	PAGEiii
LEMBA	R PENGESAHAN Error! Bookmark not defined.
ABSTRA	AKvii
ABSTRA	ACKviii
KATA P	ENGANTARix
DAFTAI	R ISIxi
DAFTAI	R GAMBARxv
DAFTAI	R TABELxvii
DAFTAI	R LAMPIRANxix
BAB I P	ENDAHULUAN1
1.1	Latar Belakang1
1.2	Rumusan Masalah3
1.3	Batasan Masalah3
1.4	Tujuan Penelitian
1.5	Manfaat Penelitian
1.6	Sistematika Penulisan
BAB II 7	TINJAUAN PUSTAKA5
2.1	Baterai Sekunder5
2.2	Prinsip Kerja Baterai6

2.3	Baterai ion Natrium	6
2.4	Material Katoda	7
2.5	Katoda Natrium Fero Phospate(NaFePO ₄)	8
2.6	Sifat Elektrokimia NaFePO ₄	10
2.7	Metode Sol Gel	10
BAB III	METODOLOGI	13
3.1	Bahan dan Peralatan	13
3.1.1 NaFel	Peralatan dan Bahan untuk Pembuatan Pelet San PO ₄ 13	ıpel
3.2	Variabel Penelitian	14
3.3	Prosedur Kerja	14
3.3.1	Tahap Preparasi Sampel	14
3.4	Tahap Karakterisasi	16
3.4.1	Differential Thermal Analysis (DTA)	16
3.4.2	X-Ray Diffraction (XRD)	16
3.4.3	Thermogravimetric Analysis (TGA)	16
3.4.4	Cyclic Voltametry (CV)	17
3.4.5	Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)	18
3.5	Diagram Alir Penelitian	19
BAB IV	ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	21
4.1	Analisis Termal NaFePO ₄ dengan DTA – TGA	21
4.2 Diffra	Analisis Struktur NaFePO ₄ dengan X-Ray	22

	4.3 Imped	Analisis Sifat Elektrokimia dengan Electrochemical ance Spectroscopy (EIS)	26
	4.4 (CV)	Analisis Performa Siklik dengan Cyclic Voltammetry 30	,
	4.5 NaFeF	Perbandingan performa baterai PO4 dengan LiFePO4	32
В	AB V I	KESIMPULAN DAN SARAN	35
	5.1 Ke	simpulan	35
	5.2 Sa	ran	35
D	AFTAI	R PUSTAKA	37
L	AMPIR	AN	41

DAFTAR GAMBAR

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat elektrokimia NaFePO4	10
Tabel 4.1 Fraksi Berat relatif Sampel NaFePO4 dengan variasi	
atmosfir gas argon	24
Tabel 4.2 Fraksi Berat relatif Sampel NaFePO4 dengan variasi	
atmosfir udara bebas	26

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Luaran Hasil Pengujian Gamry untuk CV	41
Lampiran B Luaran Hasil Pengujian Gamry untuk EIS	51

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan energi terbarukan dalam segala bidang ilmu dan teknologi terus melakukan inovasi. Salah satunya adalah baterai, perkembangan baterai memiliki dampak terhadap pertumbuhan dari penerapan energi seperti dalam bidang otomotif untuk pengembangan kendaraan listrik, pembangkit listrik energi terbarukan dan perangkat elektronik. Pengembangan kendaraan listrik terdapat pada teknologi baterainya, karena sebagian besar biaya perawatan adalah penggantian baterainya oleh sebab itu diperlukan komponen baterai yang ekonomis, bahan baku mudah diperoleh, ramah lingkungan dan berkapasitas tinggi. Pada saat ini ada tiga jenis baterai isi ulang yang sering digunakan diantaranya adalah Pb-acid, Ni-Mh, Ni-Cd dan Li-ion.

Baterai ion litium masih mendominasi sebagai penyimpanan energi karena memiliki kelebihan yaitu lebih ringan dibandingkan dengan baterai isi ulang lain, memiliki kepadatan energi tinggi sehingga banyak energi yang dapat disimpan didalamnya, tegangan kerja yang tinggi, siklus hidup yang panjang dan kapasitas spesifik yang tinggi. Selain itu, baterai ion litium sudah banyak digunakan sebagai sumber energi untuk peralatan elektronik portable bahkan pada mobil listrik (Toprakci et al., 2011). Akan tetapi penerapan energi dalam bidang otomotif akan mengalami peningkatan setiap tahunnya yang menyebabkan meningkatnya kebutuhan litium. Cadangan litium saat ini hanya akan bertahan kurang lebih 50 tahun dan lambat laun biaya produksinya akan meningkat. Sehingga, diperlukan material

alternatif yang dapat menggantikan baterai ion litium salah satunya adalah baterai ion natrium (Pan et al., 2013).

Baterai ion natrium memiliki karakteristik yang mendekati baterai ion litium. Ketersediaan natrium yang sangat melimpah dan tersedia di berbagai belahan dunia. Litium dan natrium telah dikembangkan sejak tahun 1970. akan tetapi litium dikomersialisasikan terlebih dahulu karena bersifat stabil dan menghasilkan tegangan yang tinggi (>3V). Sedangkan baterai natrium sulfur pada saat itu hanya menghasilkan tegangan 2,075 V lebih rendah dari baterai litium, karena proses pembuatan dan operasi yang kurang menguntungkan baterai natrium sulfur tidak dikembangkan lagi. Pada akhirnya prinsip kerja baterai litium diterapkan untuk baterai natrium dengan prinsip perpindahan ion. Tantangan dalam pengembangan baterai ion natrium adalah mencari elektrolit, anoda dan katoda yang dapat menghasilkan tegangan paling tinggi, stabil dan murah. Di antara semua bahan katoda untuk baterai ion natrium, bahan katoda berbasis fosfat menjadi kandidat yang menjanjikan karena relatif memiliki potensial dan stabilitas termal yang tinggi (Ellis and Nazar, 2012a)

Berbagai metode pembuatan material katoda baterai ion litium mulai dikembangkan, mulai dari metode kopresipitasi, solid-state reaction, sol-gel, dan sebagainya. Pada penelitian ini digunakan metode sol-gel yang memiliki keunggulan dalam mempreparasi material oksida logam berukuran nano. Metode ini prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Oleh karena itu, dilakukan penelitian ini untuk mengetahui kinerja material aktif katoda NaFePO₄. Kemudian dikarakterisasi dengan beberapa alat uji yaitu Cyclic Voltammetry (CV) dan Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, permasalahan yang akan dibahas pada penelitian ini adalah bagaimana pengaruh variasi waktu tahan, suhu kalsinasi dan atmosfir terhadap kinerja material aktif katoda baterai NaFePO₄ ?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah Studi sifat elektrokimia NaFePO $_4$

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah mengetahui kinerja material aktif katoda baterai NaFePO₄.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian tugas akhir ini adalah mengetahui sifat elektrokimia katoda NaFePO₄ dari studi sebelumnya dan mengetahui sifat elektrokimia NaFePO₄ dari studi sebelumnya.

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan proposal tugas akhir ini, tersusun dalam lima bab yaitu Bab I Pendahuluan,Bab II Tinjauan Pustaka,Bab III Metodologi, Bab IV Hasil dan Pembahasan,Bab V Kesimpulan dan Saran, Daftar Pustaka dan Lampiran.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Baterai Sekunder

Baterai adalah sebuah sel listrik dimana di dalamnya berlangsung proses elektrokimia reversibel yang (dapat berbalikan) dengan efisiensinya yang tinggi. Yang dimaksud dengan proses elektrokimia reversibel adalah di dalam baterai dapat berlangsung proses pengubahan kimia menjadi tenaga listrik (proses pengosongan), dan sebaliknya dari tenaga listrik menjadi tenaga kimia, pengisian kembali dengan cara regenerasi dari elektroda-elektroda yang dipakai, yaitu dengan melewatkan arus listrik dalam arah yang berlawanan di dalam sel. Jenis sel baterai ini disebut juga Storage Battery, adalah suatu baterai yang dapat digunakan berulang kali pada keadaan sumber listrik arus bolakbalik (AC). Tiap sel baterai ini terdiri dari dua macam elektroda vang berlainan, vaitu elektroda positif dan elektroda negatif vang dicelupkan dalam suatu larutan kimia (Winter and Brodd, 2004). Salah satu jenis baterai adalah baterai sekunder. Baterai Sekunder adalah baterai yang dapat diisi ulang (rechargeable) yang mengkonversikan energi listrik menjadi energi kimia. Baterai sekunder terdiri dari sel galvanic selama pengosongan muatan (discharge) dan sel elektrolit selama pengisian muatan (charge) (Klink, n.d., 2013). Baterai ini, memiliki rapat daya yang tinggi, kemampuan pengosongan yang tinggi, dan memiliki performa yang baik dalam temperatur rendah (Nagar, n.d, 2014.). Baterai sekunder diaplikasikan dalam dua kategori, yaitu :

a. Sebagai alat penyimpan energi/ *Energy-storage Device*. Umumnya baterai jenis ini tersambung dengan jaringan listrik primer saat digunakan. Contoh penggunaanya adalah dalam otomotif, pesawat terbang.

b. Sebagai sumber energi listrik pada portabel divais, pengganti baterai primer dan pada semua divais yang menggunakan

baterai primer, seperti telephone genggam, kamera, notebook dan lain-lain (Abbas,1997).

2.2 Prinsip Kerja Baterai

Proses discharge atau pengosongan pada sel berlangsung apabila sel dihubungkan dengan beban maka elektron mengalir dari anoda melalui beban ke katoda, kemudian ion-ion negatif mengalir ke anoda dan ion-ion positif mengalir ke katoda. Sedangkan proses charge atau pengisian pada sel apabila sel dihubungkan dnegan power supply maka elektroda positif menjadi anoda dan elektroda negative menjadi katoda. Pada proses ini aliran electron menjadi terbalik, mengalir dari anoda melalui power supply ke katoda. Ionion negatif mengalir dari katoda ke anoda, sedangkan ion-ion positif mengalir dari anoda dan katoda. Jadi reaksi kimia pada saat pengisian (charging) adalah kebalikan dari pengosongan (discharging) (Winter and Brodd, 2004).

2.3 Baterai ion Natrium

Baterai ion natrium memiliki prinsip kerja yang sama seperti baterai ion litium. Jika pada baterai litium, ion litium yang berpindah maka pada baterai natrium terjadi perpindahan ion natrium. Baterai ion natrium sekunder (dapat diisi ulang) memiliki prinsip charge dan discharge yang mirip dengan baterai ion litium. Baterai ion natrium terdiri dari komponen katoda, anoda dan elektrolit. Atom-atom natrium akan berdifusi dari elektroda dengan potensial yang tinggi (katoda) ke elektroda dengan potensial rendah (anoda) (Zhu, 2016). Elektrolit adalah material yang menjadi penguhubung reaksi yang memungkinkan terjadinya transfer ion antara anoda dan katoda. Nilai konduktivitas ionik Na yang tinggi, stabil secara kimia, mekanik dan elektrokimia serta konduktivitas listrik yang rendah menjadi katakteristik utama dari elektrolit baterai ion natrium. Garam natrium perklorat (NaCl O_4), heksaperfluoroposfat natrium $(NaPF_6)$ dan natrium bis(trifluorometansulfonil)imide (NaTFSI) merupakan elektrolit yang umum digunakan pada baterai ion natrium (Hwang dkk, 2017). Nilai konduktivitas ionik yang dihasilkan oleh elektrolit NaClO₄ dalam pelarut propilen karbonat (PC) adalah 12 Ms/cm. Nilai tersebut merupakan nilai konduktivitas ionik tertinggi jika dibandingkan dengan pelarut lain (Vignarooban et al., 2016). Ketika proses *discharging* ion natrium akan berpindah dari anoda menuju katoda melalui elektrolit dan elektron akan menuju katoda melalui rangkaian luar sedangkan proses pengisian atau *charging* ion natrium akan berpindah dari katoda menuju anoda melalui elektrolit dan elektron akan menuju anoda melalui elektrolit dan elektron akan menuju anoda melalui elektrolit dan



Gambar 2.1 Mekanisme proses baterai ion (Pan et al., 2013)

2.4 Material Katoda

Katoda merupakan elektroda yang berfungsi sebagai pengumpul ion serta material aktif. Pada katoda terjadi reaksi setengah sel yaitu reaksi reduksi yang menerima elektron dari sirkuit luar sehingga reaksi kimia reduksi terjadi pada elektroda ini. Katoda dan anoda memiliki fungsi yang sama namun, perbedaannya adalah katoda merupakan elektroda positif. Material katoda harus memiliki karakteristik yang harus dipenuhi antara lain material tersebut terdiri dari ion yang mudah melakukan reaksi reduksi dan oksidasi, memiliki konduktifitas yang tinggi, memiliki kapasitas energi yang tinggi, memiliki kestabilan yang tinggi, harganya murah dan ramah lingkungan (Hwang et al., 2017)

saat ini material katoda menjadi Sampai acuan dalam menghitung kapasitas sel baterai secara teoritik. Untuk setiap berat material katoda, jumlah ion yang dilepaskan material katoda saat pengisian dan jumlah ion yang kembali dalam waktu tertentu ke material katoda saat pengosongan menggambarkan densitas energi dan densitas power sel baterai. Semakin banyak ion yang dipindahkan dari katoda ke anoda maka semakin besar pula densitas energi sel baterai. Semakin banyak ion yang kembali ke katoda dari anoda setiap detiknya, maka semakin besar densitas powernya. Kapasitas sel baterai sangat bergantung pada kondisi transfer muatan/ charge transfer. Mekanisme ini berkaitan erat dengan proses difusi dan konduktifitas elektronik dan ionik dari komponen pembentuk sel baterai. Material katoda tidak saja harus bersifat konduktif ionik, namun juga harus bersifat konduktif elektronik. Saat proses pengisian ion akan dilepaskan dari katoda ke anoda melalui elektrolit, dengan begitu katoda harus bersifat konduktif ionik. Bersamaan dengan itu elektron akan dilepaskan melewati rangkaian luar menuju anoda, ini berarti katoda juga harus bersifat konduktif elektronik (Hwang et al., 2017).

2.5 Katoda Natrium Fero Phospate(NaFePO₄)

Salah satu bahan pengganti alami untuk lithium adalah natrium, dimana natrium merupakan logam alkali dengan potensi ionisasi yang rendah yang cocok untuk menjadi bahan elektroda baterai salah satunya NaFePO₄. NaFePO₄ memiliki struktur kristal maricite berbentuk orthorombik dan memiliki senyawa polianionik yang dapat menampung ion Na dalam kristal yang mengakibatkan terjadinya perubahan volumetrik. Kestabilan pada NaFePO₄ didukung oleh adanaya ikatan kovalen antara ion fosfat dan oksigen yang memiliki kestabilan kimia dan struktur yang mendukung. Maricite memiliki sifat kestabilan fase dalam termodinamika, dengan kestabilan tersebut mendukung dalam proses elektrokimia dalam baterai sekunder (Ellis and Nazar, 2012b; Kim et al., 2015; Sun et al., 2012).



Gambar 2.2 Struktrur a)Maricite NaFePO₄ b)Olivine LiFePO₄c) Olivine NaFePO₄ (Palomares et al., 2012)

2.6 Sifat Elektrokimia NaFePO₄

Sifat elektrokimia pada baterai natrium dapat dilihat pada Tabel 2.1 dibawah ini

Material	Kapasitas	Tegangan	Kapasitas
Katoda	(mAh/g)	Rata-rata	Retensi
P2-NaCoO ₂	225	3 0 V	0.1 C, 80% (50
	233	3.0 V	siklus)
O3-NaFeO ₂	242	2 2 V	60 Ma/g, 75%
	242	3.3 V	(30 siklus)
Tri- NaFePO ₄	155	2 0 V	0.1 C, 90% (240
	155	3.0 V	siklus)
Mar- NaFePO ₄	155	2 0 V	0.5 C, 70% (200
	155	2.9 V	siklus)
NaMnPO ₄	155	291	0.05 C, 55% (20
	155	3.8 V	siklus)
Na ₂ FePO ₄ F	124	2 0 V	1C,80% (200
	124	3.0 V	siklus)
Na ₂ FeSiO ₄	276	1 O V	200 Ma/g, 94%
	270	1.9 V	(20 siklus)
Na ₂ CoPO ₄ F	100	4 2 V	61 Ma/g,37.4%
	122	4.3 V	(20 siklus)

Tabel 2.1 Sifat elektrokimia NaFePO₄

Dapat dilihat pada Tabel 2.1 bahwa hasil tegangan rata-rata 3.0 V kecuali pada Na_2FeSiO_4 memiliki tegangan rata-rata yang rendah sebesar 1.9 V dan Na_2CoPO_4 memiliki tegangan rata-rata yang tinggi sebesar 4.3 V. Selain itu, pada triphyline dan maricite NaFePO₄ memiliki kapasitas retensi yang baik (Zheng et al., 2020).

2.7 Metode Sol Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang paling sukses dalam mempreparasi material oksida logam berukuran nano. Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoksi dan dihidrolisis dengan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan, dan reaksinya adalah reaksi hidrolisis (Kim et al., 2008). Dalam metode berbasis larutan, nilai pH prekursor mempunyai peranan penting pada morfologi dan distribusi ukuran partikel yang terbentuk. Nilai pH mempunyai dampak yang besar pada morfologi dan ukuran partikel karena nilai pH dapat mempengaruhi daya larut prekursor dan rasio konfigurasi ion yang dapat larut dan mengendap. Faktor selanjutnya yang berperan dalan kemurnian fasa dan kristalinitas adalah temperatur dan waktu pemanasan (Liu et al., 2009).

Metode ini dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu "wet method" atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol (Zhang et al., 2012).

BAB III

METODOLOGI

3.1 Bahan dan Peralatan

Pada penelitian ini alat dan bahan yang digunakan dibagi menjadi dua yaitu peralatan dan bahan sintesis NaFePO4 dan peralatan dan bahan pembuatan pelet sampel NaFePO₄.

3.1.1 Peralatan dan Bahan untuk Pembuatan Pelet Sampel NaFePO₄



(a)

(d)



(e)

Gambar 3.1 Peralatan dan bahan pembuatan pelet sampel

NaFePO₄

- (a) Serbuk sampel NaFePO₄Digunakan sebagai bahan baku untuk membuat pelet
- (b) PVDF Digunakan sebagai binder untuk membuat pelet
- (c) Tembaga foilDigunakan sebagai media penghubung ke alat camry
- (d) Gunting Digunakan untuk memotong lembaran tembaga foil
- (e) Camry Digunakan untuk menguji CV dan EIS

3.2 Variabel Penelitian

Beberapa variabel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

Variable bebas : Gas argon, udara bebas, suhu kalsinasi, waktu tahan

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

Variable control: Waktu stirring, suhu pengeringan dan PH

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Tahap Preparasi Sampel

Serbuk sampel material NaFePO₄ yang telah ditimbang sebanyak 1 gr kemudian dilakukan kalsinasi dengan variasi atmosfir argon 800°C 5 jam dan 800°C 7 jam dan variasi atmosfir udara bebas 800°C 5 jam dan 800°C 7 jam. Proses kalsinasi yang pertama yaitu sampel diletakkan diatas cawan perahu *crucible* dan
dimasukkan kedalam *furnace tube* setelah itu alat dinyalakan dan diatur sesuai variasi yang akan digunakan.

Kemudian sebelum sampel dikompaksi menjadi bentuk pelet ditambahkan serbuk PVDF sebanyak 0,02 gr. Setelah dikompaksi sebelum dilakukan pengukuran ditambahkan tembaga *foil tape* pada sisi kanan dan kiri –yang bersifat konduktif dan melindungi sampel dari penjepit kabel penghubung ke alat yang akan digunakan untuk pengukuran seperti pada Gambar 3.2.



(a)



(b)

Gambar 3.2 (a) Sampel pelet yang telah ditempelkan tembaga foil(b)Hasil preparasi sampel untuk pengujian CV dan EIS

3.4 Tahap Karakterisasi

3.4.1 Differential Thermal Analysis (DTA)

Karakterisasi differential thermal analysis untuk mendeteksi setiap perubahan termal yang terkait dengan peristiwa atau reaksi kimia, baik yang berjalan secara eksotermik maupun endotermik. Kedua peristiwa ini ditampilkan dalam bentuk termogram differensial sebagai puncak maksimum dan minimum. Puncak maksimum menunjukkan peristiwa eksotermis dimana dilepaskan oleh sampel. Puncak panas akan minimum menunjukkan peristiwa endotermis dimana terjadi penyerapan panas oleh sampel. Pengujian ini dilakukan di Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS).

3.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk menganalisis komposisi fasa bahan. Panjang gelombang yang digunakan adalah Cu K- α 1. Pada penelitian ini, untuk menganalisis fasa NH₄OH menggunakan sudut dari $5^{\circ} - 60^{\circ}$ dan $10^{\circ} - 60^{\circ}$.Pengujian dilakukan di Departemen Material Metalurgi Fakultas Teknologi Industri (FTI) Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya dan Universitas Negeri Malang.

3.4.3 Thermogravimetric Analysis (TGA)

Karakterisasi *thermogravimetric analysis* merupakan pengukuran berat suatu bahan sebagai fungsi waktu. Hasil analisis rekaman diagram yang kontinu dimana reaksi dekomposisi. Berat suatu bahan yang dibutuhkan saat dianalisis beberapa miligram,yang dipanaskan pada laju konstan. Pengujian ini dilakukan di Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS).

3.4.4 Cyclic Voltametry (CV)

Karakterisasi CV digunakan untuk mengetahui performa elektrokimia berupa proses reduksi dan oksidasi (redoks) dari sampel NaFePO₄. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Padat Departemen Fisika ITS. Pengujian ini dapat digunakan untuk mempelajari kinetika transfer elektron dan sifat transportasi reaksi elektrolisis. Sehingga didapatkan grafik hubungan potensial dan arus yang terukur yang disebut voltamogram siklik, seperti pada Gambar 3.4.3



Gambar 3.4.3. Voltamogram Siklik

Pada teknik CV, pemindai potensial dilakukan dalam arah reversible mengikuti pola reaksi oksidasi dan reduksi. Pada voltamogram siklik, pemindaian kearah potensial negatif menghasilkan reaksi reduksi dengan arus puncak katodik i^c_p pada potensial E^c_p . Sebaliknya, pemindaian yang menghasilkan arus puncak anodik i^a_p pada potensial puncak E^a_p

3.4.5 Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

Pengujian EIS dilakukan untuk mempelajari sifat elektrokimia seperti konduktivitas, resistansi, rapat arus dan koefisien difusi ion Na^+ . Pengukuaran impedansi baterai akan memberikan informasi seberapa besar rangkaian elektroda menghambat aliran electron (arus). Pengujian EIS dilakukan dengan tegangan 0,2V, rentang frekuensi 100 – 1000000 Hz dan waktu delay 1 sekon. Pegujian EIS dilakukan di Laboratorium Padat Departemen Fisika ITS.



3.5 Diagram Alir Penelitian

Gambar 3.5 Diagram Alir

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Termal NaFePO₄ dengan DTA – TGA

Hasil dari karakterisasi DTA – TGA sampel NaFePO₄ berupa grafik hubungan antara suhu dengan massa dalam rentang pengukuran 30°C-1000°C. Pengujian DTA-TGA dilakukan untuk mengetahui temperatur terjadinya pengurangan dan perubahan fasa yang dilakukan dengan alat *Differential Thermal Analysis*-*Thermogravimetric Analysis* di Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS). Proses identifikasi dilakukan menggunakan *software Origin*.



Gambar 4.1 Grafik DTA-TGA dari sampel NaFePO₄.

Pada gambar 4.1 kurva berwarna hitam (DTA) menunjukkan adanya reaksi eksoterm dan endoterm. Puncak

endoterm terjadi pada temperatur 500°C dengan ditandai adanya lembah pada kurva. Terjadinya puncak eksoterm dan endoterm pad ahasil pengujian karena ada proses pelepasan dan penyerapan panas. Selain kurva berwarna hitam (DTA) terdapat kurva berwarna ungu yang menunjukkan hasil TGA. Hasil pengujian TGA menunjukkan adanya pengurangan massa NaFePO₄ saat diberi perlakuan panas. Pada temperatur 30-300°C terjadi pengurangan massa secara ekstrim yang disebabkan sisa kandungan air pada sampel yang menguap. Selain itu pengurangan massa secara signifikan terjadi pada temperatur 400-800°C. Pengurangan ini dapat terjadi karena adanya proses pembentukan fasa baru pada sampel NaFePO₄.

Hasil pengujian DTA-TGA ini didapatkan data temperatur kalsinasi 700, 750 dan 800°C karena dengan temperatur tersebut mulai terjadi pembentukan fasa kristal. Semakin kecil rentang temperatur yang digunakan, dapat diketahui pada temperatur tertentu fasa sampel mengalami perubahan.

4.2 Analisis Struktur NaFePO₄ dengan X-Ray Diffractometer (XRD)

Hasil dari karakterisasi XRD sampel NaFePO₄ dengan hasil variasi atmosfir argon 800°C 5 jam dan 800°C 7 jam dan variasi atmosfir udara bebas 800°C 5 jam dan 800°C 7 jam berupa grafik hubungan antara intensitas dengan sudut 2θ dalam rentang 5°-60°. Pengujian pengukuran XRD dilakukan untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk dari masing-masing sampel vang dilakukan dengan alat X-rav Diffractometer Philips X'Pert MPD di Jurusan Teknik Material Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) dan Universitas Negeri Malang. Proses identifikasi fasa secara kualitatif dan kuantitaf dilakukan menggunakan software Highscore Plus. Pada analisa kualitatif didapatkan puncak-pucak spektrum utama dari hasil variasi atmosir argon dan udara bebas yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 dan 4.3



Gambar 4.2 Pola XRD dari sampel NaFePO₄ dengan variasi atmosfir gas argon

Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel NaFePO₄ dengan variasi atmosfir gas argon. Hasil dianalisa melalui pencocokan puncak-puncak difraksi dengan *software Highscore Plus*. Berdasarkan pengamatan *software* tersebut mengindikasikan bahwa fasa-fasa yang terbentuk pada 800°C 5 jam adalah Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V)) $(Na_3Fe_2P_3O_{12})$ yang sesuai dengan ICSD-98-008-9991,Maricite (NaFePO₄) yang sesuai dengan ICSD-98-008-5671 dan Trisodium Triiron(III) Tetrakis(phosphate(V)) $(Na_3Fe_3P_4O_{16})$ yang sesuai dengan ICSD-98-009-5532. Sedangkan fasa-fasa yang terbentuk pada 800°C 7 jam adalah Maricite (NaFePO₄) yang sesuai dengan ICSD-98-005-6292 dan Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V)) $(Na_3Fe_2P_3O_{12})$ yang sesuai dengan ICSD-98-008-9991. Munculnya fasa selain maricite terjadi karena kontrol oksigen yang kurang baik pada saat proses kalsinasi, sehingga proses pembentukan senyawa maricite belum terjadi secara sempurna serta dapat terjadi karena pengaturan waktu tahan yang terlalu sebentar. Kemudian dianalisa dengan metode Rietvield untuk fasa $Na_3Fe_2P_3O_{12}$ dengan nilai parameter kisi a= 8,7270 Å, b= 8,7270Å, c=21,8080Å dan volume sel sebesar 1438,39Å³. Fasa $Na_3Fe_2P_3O_{12}$ memiliki struktur kristal hexagonal dengan space group R-3c. Untuk fasa NaFePO₄ dengan nilai parameter kisi a= 8,9900Å, b= 6,8620Å, c=5,0470Å dan volume sel sebesar 311,35Å³. Fasa NaFePO₄ memiliki struktur kristal orthorhombic dengan space group Pnma. Untuk fasa $Na_3Fe_3P_4O_{16}$ dengan nilai parameter kisi a=19,6010Å, b=6,3870Å, c=10,5750Å dan volume sel sebesar 1323,24Å³. Fasa $Na_3Fe_3P_4O_{16}$ memiliki struktur kristal monoclinic dengan space group C12/c1. Dari hasil analisa kuantitatif yang telah dilakukan didapatkan fraksi berat relatif yang ditunjukkan pada Tabel 4.1

Sampel	Persentase (%)		
Samper	$Na_{3}Fe_{2}P_{3}O_{12}$	NaFePO ₄	$Na_{3}Fe_{3}P_{4}O_{16}$
800°C 5 jam	53,3%	17,6%	29,0%
800°C 7 jam	73,1%	26,9%	-

Tabel 4.1 Fraksi Berat relatif Sampel NaFePO₄ dengan variasi atmosfir gas argon

Pada tabel diatas menunjukkan persentase fasa setiap sampel dimana pada sampel 800°C 7 jam membentuk fasa NaFePO₄ sebesar 26,9% dan fasa sampel 800°C 5 jam membentuk fasa NaFePO₄ sebesar 17,6%.



Gambar 4.3 Pola XRD dari sampel NaFePO₄ dengan variasi atmosfir udara bebas

Gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel NaFePO₄ dengan variasi atmosfir udara bebas. Hasil dianalisa melalui pencocokan puncak-puncak difrasksi dengan *software Highscore Plus*. Berdasarkan pengamatan *software* tersebut mengindikasikan bahwa fasa-fasa yang terbentuk pada 800°C 5 jam dan 800°C 7 jam adalah Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V)) ($Na_3Fe_2P_3O_{12}$) yang sesuai dengan ICSD-98-008-9991 dan Maricite (NaFePO₄) yang sesuai dengan ICSD-98-008-5671.Munculnya fasa selain maricite terjadi karena kontrol oksigen yang kurang baik pada saat proses kalsinasi, sehingga proses pembentukan senyawa maricite belum terjadi secara sempurna serta dapat terjadi karena pengaturan waktu tahan yang terlalu sebentar. Kemudian dianalisa dengan metode *Rietvield* untuk fasa $Na_3Fe_2P_3O_{12}$ dengan nilai parameter kisi a= 8,7270 Å, b= 8,7270Å, c=21,8080Å dan volume sel sebesar 1438,39Å³. Fasa $Na_3Fe_2P_3O_{12}$ memiliki struktur kristal hexagonal dengan *space* group R-3c. Untuk fasa NaFePO₄ dengan nilai parameter kisi a= 8,9900Å, b= 6,8620Å, c=5,0470Å dan volume sel sebesar 311,35Å³. Fasa NaFePO₄ memiliki struktur kristal orthorhombic dengan *space group* Pnma. Dari hasil analisa kuantitatif yang telah dilakukan didapatkan fraksi berat relatif yang ditunjukkan pada Tabel 4.1

Tabel 4.2 Fraksi Berat relatif Sampel NaFePO₄ dengan variasi atmosfir udara bebas

Sampal	Persentase (%)	
Samper	$Na_{3}Fe_{2}P_{3}O_{12}$	NaFePO ₄
800°C 5 jam	73,8%	26,2%
800°C 7 jam	80,5%	19,5%

Pada tabel diatas menunjukkan persentase fasa setiap sampel dimana pada sampel 800° C 5 jam membentuk fasa NaFePO₄ sebesar 26,2% dan fasa sampel 800° C 7 jam membentuk fasa NaFePO₄ sebesar 19,5%.

4.3 Analisis Sifat Elektrokimia dengan Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

Analisis pengujian EIS dilakukan pada sampel NaFePO4 800°C 7 jam udara bebas menggunakan rentang frekuensi pada 100 Hz – 1.000.000 Hz. dilakukan dengan alat *Gamry* di Laboratorium Padat Departemen Fisika ITS . Hasil pada pengujian direpresentasikan dalam plot nyquist dan bode.



Gambar 4.7. Kurva hasil pengujian EIS pada baterai *NaFePO*₄ (a) Plot nyquist (b) Plot bode



Gambar 4.8. Contoh hasil kurva plot (a) Nyquist (b) Bode

Pada plot nyquist menjelaskan hubungan antara impedansi real (Z_{real}) dan impedansi imajiner ($Z_{imajiner}$) pada frekeuensi tertentu dimana impedansi real diletakkan pada sumbu-X dan



Gambar 4.9. Hasil grafik pendekatan ekstrapolasi grafik nyquist

impedansi imajiner pada sumbu-Y. Bentuk kurva seharusnya menunjukkan pola setengah lingkaran (*semicircle*) seperti pada Gambar 4.8 (b). Akan tetapi pada pengambilan data ini didapatkan grafik seperti pada Gambar 4.7(a) sehingga perlu dilakukan pendekatan ekstrapolasi untuk *trendline* pada data yang didapat. Trend persebaran pada data tersebut dapat menunjukkan bahwa adanya kesesuaian trend antara model data yang didapat pada Gambar 4.7(a) dan model data referensi pada Gambar 4.8(b).

Setelah dilakukan ekstrapolasi didapatkan hasil grafik dalam bentuk setengah lingkaran seperti pada Gambar 4.9 yang dapat dianalisa berdasarkan diameter dan tinggi puncak pola setengah lingkaran. diameter setengah lingkaran menunjukkan nilai impedansi, semakin besar diameter pola setengah lingkaran maka nilai impedansi akan semakin tinggi dan jika semakin kecil diameter maka nilai impedansi akan semakin kecil. Dan tinggi puncak grafik menunjukkan sifat kapasitif dari sampel. Semakin tinggi puncak kurva setengah lingkaran maka semakin rendah sifat kapasitif yang dimiliki.

Untuk Gambar 4.7 (b) merupakan hasil plot bode yang jika dibandingkan dengan Gambar 4.8(b) dapat menjelaskan hubungan antara frekuensi, impedansi dan beda fase. Akan tetapi berdasarkan bentuk kurva Gambar 4.7(b) nilai konduktivitasnya belum bisa untuk dijelaskan karena dari kurva yang didapat masih cenderung tersebar.

4.4 Analisis Performa Siklik dengan Cyclic Voltammetry (CV)

Analisis pengujian CV dilakukan pada sampel katoda NaFePO₄ dengan variasi suhu 800°C menggunakan waktu tahan 7 jam udara bebas dengan parameter pengujian *scan rate* 100 mV. s^{-1} , dengan tegangan *cut off* 2,5 V – 4 V dilakukan dengan alat *Gamry* di Laboratorium Padat Departemen Fisika ITS. Hasil pada pengujian CV ditunjukkan seperti pada Gambar 4.10



Gambar 4.10. Grafik Cyclic Voltammetry untuk sampel katoda NaFePO₄ 800°C 7 jam udara bebas

Gambar 4.10 menunjukkan hasil dari karakterisasi CV sampel katoda NaFePO₄ 800°C 7 jam udara bebas yang ditunjukkan dengan grafik hubungan antara tegangan (V) dengan arus (μA). Pada kurva tersebut menunjukkan ketika adanya peningkatan arus maka puncak ke atas yang kemungkinan diindikasikan merupakan puncak oksidasi sedangkan ketika terjadinya penurunan arus maka puncak ke bawah diindikasikan merupakan puncak reduksi. Pada Gambar 4.10 diperoleh indikasi puncak oksidasi pada 3,5V dan indikasi puncak reduksi 3,2V dengan selisih tegangan (∇ V) 0,3V. Dan diperoleh juga nilai arus yang relatif sangat kecil. Dikarenakan nilai impedansi pada hasil pengujian EIS besar yang disebabkan oleh nilai difusi ion yang semakin kecil karena adanya fasa yang terbentuk belum sempurna yang mempengaruhi proses difusi ion sehingga proses interkalasi dan deinterkalasi tidak meningkat secara signifikan.



Gambar 4.11. Siklik voltamogram NaFePO4. Tiga siklus dengan rentang 0,1 Mv/s mulai dari OCV

Berdasarkan gambar 4.11 menunjukkan hasil karakterisasi CV pada penelitian Ann Sune dkk (2012) menggunakan metode sol gel dan sampel dikalsinasi menggunakan suhu 550°C dan 600°C. Yang ditunjukkan dengan grafik hubungan antara tegangan (V) dengan arus (μA). Parameter pengujian menggunakan scan rate 0,1 mv dengan pengujian tegangan 2V – 4,5V. Pada *cycle* 1 Gambar 4.11 puncak oksidasi pada 4,0 V dan puncak reduksi 3,0 V dengan selisih tegangan (∇V) 1,0 V selanjutnya pada *cycle* 2 puncak oksidasi pada4,0 V dan puncak reduksi 3,0 V dengan selisih tegangan (∇V) 1,0 V dan pada cycle 3 puncak oksidasi pada 3,25 V dan puncak reduksi 3,0 V dengan selisih tegangan (∇V) 0,25 V. Sehingga dari ketiga *cycle* menunjukkan jika kemampuan *reversible* dari sampel sangat baik dikarenakan posisi ketiga puncak yang saling berdekatan.

Dari Gambar 4.11 menunjukkan perbedaan kurva dengan hasil pengambilan data pada Gambar 4.10, dikarenakan komponen penyusun baterai belum lengkap dan kosentrasi fasa yang terbentuk belum sempurna.

4.5 Perbandingan performa baterai $NaFePO_4$ dengan $LiFePO_4$

Katoda baterai NaFePO₄ dilakukan karakterisasi CV guna menentukan tegangan kerja dan melihat puncak oksidasi-reduksi pada baterai. Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Ann Sune dkk (2012) menunjukkan bahwa, tegangan dari peristiwa oksidasi dan reduksi menunjukkan besar potensial reversibilitas material aktif katoda yang digunakan. tegangan (∇V) pada penelitian ini dengan rata-rata 3 cycle sebesar 0,75V. Sedangkan nilai selisih tegangan LiFePO₄ yang dilakukan oleh Yusuku Abe dkk (2019) mengenai dengan rata-rata 3 cycle sebesar 0,2V. Karena adanya perbedaan sifat elektrokimia dimana NaFePO₄ lebih reduksi dari LiFePO₄ sehingga menyebabkan selisih tegangan dimana LiFePO₄ memiliki selisih tegangan lebih besar dibanding dengan NaFePO₄.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan bahwa kinerja material aktif katoda baterai NaFeP O_4 . yang dipengaruhi oleh variasi waktu tahan,suhu kalsinasi dan atmosfir dalam pengujian CV memiliki selisih tegangan 0,3V dan memiliki nilai arus yang relatif kecil. Dalam pengujian EIS didapatkan nilai impedansi yang besar 2 × 10⁷ ohm sehingga nilai kapasitif material aktif katoda baterai NaFeP O_4 memiliki nilai yang kecil.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian pada tugas akhir ini, terdapat beberapa saran yang dapat dilakukan pada penelitian selanjutnya, yaitu :

- 1. Perlu diperhatikan untuk metode penyimpanan dan preparasi sampel untuk pengukuran performa baterai karena untuk sampel yang digunakan dalam penelitian ini sangat mudah teroksidasi.
- 2. Perlu dilakukan penelitian lanjutan tentang variasi waktu tahan, suhu kalsinasi dan atmosfir untuk mengetahui lebih lanjut kinerja material aktif katoda pada baterai NaFePO₄.
- 3. Disarankan agar proses preparasi sampel pengujian performa dilakukan dalam bentuk *coin cells*.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

DAFTAR PUSTAKA

- Abbas, A. (1997). Pengembangan Material untuk Baterai Padat dengan Elektrolit Berbasis Perak. Serpong.
- Ellis, B.L., Nazar, L.F., 2012a. Sodium and sodium-ion energy storage batteries. Current Opinion in Solid State and Materials Science 16, 168–177. https://doi.org/10.1016/j.cossms.2012.04.002
- Ellis, B.L., Nazar, L.F., 2012b. Sodium and sodium-ion energy storage batteries. Current Opinion in Solid State and Materials Science 16, 168–177. https://doi.org/10.1016/j.cossms.2012.04.002
- Hwang, J.-Y., Myung, S.-T., Sun, Y.-K., 2017. Sodium-ion batteries: present and future. Chem. Soc. Rev. 46, 3529–3614. https://doi.org/10.1039/C6CS00776G
- Kim, J., Seo, D.H., Kim, H., Park, I., Yoo, J.K., Jung, S.K., Park, Y.U., Goddard, W.A., Kang, K., 2015. Unexpected discovery of low-cost maricite NaFePO4 as a high-performance electrode for Naion batteries. Energy and Environmental Science 8, 540–545. https://doi.org/10.1039/c4ee03215b
- Kim, J.-K., Choi, J.-W., Chauhan, G.S., Ahn, J.-H., Hwang, G.-C., Choi, J.-B., Ahn, H.-J., 2008. Enhancement of electrochemical performance of lithium iron phosphate by controlled sol–gel synthesis. Electrochimica Acta 53, 8258–8264. https://doi.org/10.1016/j.electacta.2008.06.049
- Klink, S., n.d. In-depth analysis of irreversible processes in lithium ion batteries 172.
- Liu, J., Jiang, R., Wang, X., Huang, T., Yu, A., 2009. The defect chemistry of LiFePO4 prepared by hydrothermal method at different pH values. Journal

of Power Sources 194, 536–540.

https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2009.05.007

Nagar, A., n.d. DOCTOR OF PHILOSOPHY 232.

- Palomares, V., Serras, P., Villaluenga, I., Hueso, K.B., Carretero-González, J., Rojo, T., 2012. Na-ion batteries, recent advances and present challenges to become low cost energy storage systems. Energy Environ. Sci. 5, 5884. https://doi.org/10.1039/c2ee02781j
- Pan, H., Hu, Y.-S., Chen, L., 2013. Room-temperature stationary sodium-ion batteries for large-scale electric energy storage. Energy Environ. Sci. 6, 2338. https://doi.org/10.1039/c3ee40847g
- Sun, A., Beck, F.R., Haynes, D., Poston, J.A., Narayanan, S.R., Kumta, P.N., Manivannan, A., 2012. Synthesis, characterization, and electrochemical studies of chemically synthesized NaFePO 4. Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology 177, 1729–1733. https://doi.org/10.1016/j.mseb.2012.08.004
- Toprakci, O., Ji, L., Lin, Z., Toprakci, H.A.K., Zhang, X., 2011. Fabrication and electrochemical characteristics of electrospun LiFePO4/carbon composite fibers for lithium-ion batteries. Journal of Power Sources 196, 7692–7699.

https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2011.04.031

Vignarooban, K., Kushagra, R., Elango, A., Badami, P., Mellander, B.-E., Xu, X., Tucker, T.G., Nam, C., Kannan, A.M., 2016. Current trends and future challenges of electrolytes for sodium-ion batteries. International Journal of Hydrogen Energy 41, 2829– 2846. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.12.090

- Winter, M., Brodd, R.J., 2004. What Are Batteries, Fuel Cells, and Supercapacitors? Chem. Rev. 104, 4245– 4270. https://doi.org/10.1021/cr020730k
- Zhang, Y., Huo, Q., Du, P., Wang, L., Zhang, A., Song, Y., Lv, Y., Li, G., 2012. Advances in new cathode material LiFePO4 for lithium-ion batteries. Synthetic Metals 162, 1315–1326. https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2012.04.025
- Zheng, M., Bai, Z., He, Y.-W., Wu, S., Yang, Y., Zhu, Z.-Z., 2020. Anionic Redox Processes in Maricite- and Triphylite-NaFePO 4 of Sodium-Ion Batteries. ACS Omega 5, 5192–5201.

https://doi.org/10.1021/acsomega.9b04213

Zhu, T., 2016. Mechanics of high-capacity electrodes in lithium-ion batteries. Chinese Phys. B 25, 014601. https://doi.org/10.1088/1674-1056/25/1/014601 "Halaman ini sengaja dikosongkan"

LAMPIRAN A Luaran Hasil Pengujian Gamry untuk CV

Tegangan (V)	Arus (<i>uA</i>)
1.52E+00	5.50E-10
1.54E+00	5.59E-10
1.56E+00	5.81E-10
1.58E+00	6.13E-10
1.60E+00	6.48E-10
1.62E+00	6.87E-10
1.64E+00	7.27E-10
1.66E+00	7.68E-10
1.68E+00	8.09E-10
1.70E+00	8.48E-10
1.72E+00	8.90E-10
1.74E+00	9.30E-10
1.76E+00	9.69E-10
1.78E+00	1.01E-09
1.80E+00	1.05E-09
1.82E+00	1.08E-09
1.84E+00	1.12E-09
1.86E+00	1.16E-09
1.88E+00	1.19E-09
1.90E+00	1.23E-09
1.92E+00	1.27E-09
1.94E+00	1.30E-09
1.96E+00	1.34E-09
1.98E+00	1.37E-09
2.00E+00	1.41E-09
2.02E+00	1.44E-09

2.04E+00	1.48E-09
2.06E+00	1.51E-09
2.08E+00	1.55E-09
2.10E+00	1.59E-09
2.12E+00	1.62E-09
2.14E+00	1.66E-09
2.16E+00	1.70E-09
2.18E+00	1.74E-09
2.20E+00	1.78E-09
2.22E+00	1.82E-09
2.24E+00	1.86E-09
2.26E+00	1.90E-09
2.28E+00	1.94E-09
2.30E+00	1.98E-09
2.32E+00	2.02E-09
2.34E+00	2.06E-09
2.36E+00	2.10E-09
2.38E+00	2.14E-09
2.40E+00	2.18E-09
2.42E+00	2.23E-09
2.44E+00	2.27E-09
2.46E+00	2.31E-09
2.48E+00	2.36E-09
2.50E+00	2.40E-09
2.52E+00	2.44E-09
2.54E+00	2.48E-09
2.56E+00	2.53E-09
2.58E+00	2.57E-09
2.60E+00	2.61E-09
2.62E+00	2.66E-09

2.64E+00	2.70E-09
2.66E+00	2.75E-09
2.68E+00	2.79E-09
2.70E+00	2.84E-09
2.72E+00	2.89E-09
2.74E+00	2.94E-09
2.76E+00	2.98E-09
2.78E+00	3.03E-09
2.80E+00	3.08E-09
2.82E+00	3.13E-09
2.84E+00	3.18E-09
2.86E+00	3.23E-09
2.88E+00	3.28E-09
2.90E+00	3.33E-09
2.92E+00	3.38E-09
2.94E+00	3.44E-09
2.96E+00	3.49E-09
2.98E+00	3.54E-09
3.00E+00	3.60E-09
3.02E+00	3.65E-09
3.04E+00	3.71E-09
3.06E+00	3.77E-09
3.08E+00	3.83E-09
3.10E+00	3.89E-09
3.12E+00	3.95E-09
3.14E+00	4.01E-09
3.16E+00	4.07E-09
3.18E+00	4.13E-09
3.20E+00	4.19E-09
3.22E+00	4.25E-09

3.24E+00	4.31E-09
3.26E+00	4.38E-09
3.28E+00	4.44E-09
3.30E+00	4.51E-09
3.32E+00	4.57E-09
3.34E+00	4.63E-09
3.36E+00	4.70E-09
3.38E+00	4.77E-09
3.40E+00	4.83E-09
3.42E+00	4.91E-09
3.44E+00	4.98E-09
3.46E+00	5.05E-09
3.48E+00	5.12E-09
3.50E+00	5.19E-09
3.52E+00	5.26E-09
3.54E+00	5.33E-09
3.56E+00	1.24E-08
3.58E+00	6.08E-09
3.60E+00	5.82E-09
3.62E+00	5.88E-09
3.64E+00	5.94E-09
3.66E+00	6.03E-09
3.68E+00	6.13E-09
3.70E+00	6.25E-09
3.72E+00	6.33E-09
3.74E+00	6.44E-09
3.76E+00	6.53E-09
3.78E+00	6.62E-09
3.80E+00	6.69E-09
3.82E+00	6.76E-09

3.84E+00	6.76E-09
3.86E+00	6.79E-09
3.88E+00	6.84E-09
3.90E+00	6.90E-09
3.92E+00	6.97E-09
3.94E+00	7.04E-09
3.96E+00	7.13E-09
3.98E+00	7.18E-09
4.00E+00	7.24E-09
3.98E+00	7.18E-09
3.96E+00	7.09E-09
3.94E+00	7.02E-09
3.92E+00	6.94E-09
3.90E+00	6.87E-09
3.88E+00	6.79E-09
3.86E+00	6.72E-09
3.84E+00	6.64E-09
3.82E+00	6.56E-09
3.80E+00	6.48E-09
3.78E+00	6.40E-09
3.76E+00	6.31E-09
3.74E+00	6.25E-09
3.72E+00	6.18E-09
3.70E+00	6.10E-09
3.68E+00	6.01E-09
3.66E+00	5.94E-09
3.64E+00	5.87E-09
3.62E+00	5.79E-09
3.60E+00	5.71E-09
3.58E+00	5.65E-09

3.56E+00	5.58E-09
3.54E+00	5.51E-09
3.52E+00	5.44E-09
3.50E+00	5.37E-09
3.48E+00	5.30E-09
3.46E+00	5.25E-09
3.44E+00	5.17E-09
3.42E+00	5.10E-09
3.40E+00	5.05E-09
3.38E+00	4.98E-09
3.36E+00	4.91E-09
3.34E+00	4.83E-09
3.32E+00	1.23E-09
3.30E+00	2.11E-09
3.28E+00	2.75E-09
3.26E+00	3.21E-09
3.24E+00	3.54E-09
3.22E+00	3.77E-09
3.20E+00	3.92E-09
3.18E+00	4.02E-09
3.16E+00	4.08E-09
3.14E+00	4.10E-09
3.12E+00	4.11E-09
3.10E+00	4.09E-09
3.08E+00	4.07E-09
3.06E+00	4.03E-09
3.04E+00	4.00E-09
3.02E+00	3.95E-09
3.00E+00	3.90E-09
2.98E+00	3.85E-09

2.96E+00	3.79E-09
2.94E+00	3.74E-09
2.92E+00	3.69E-09
2.90E+00	3.63E-09
2.88E+00	3.58E-09
2.86E+00	3.52E-09
2.84E+00	3.46E-09
2.82E+00	3.41E-09
2.80E+00	3.35E-09
2.78E+00	3.30E-09
2.76E+00	3.24E-09
2.74E+00	3.18E-09
2.72E+00	3.12E-09
2.70E+00	3.06E-09
2.68E+00	3.01E-09
2.66E+00	2.95E-09
2.64E+00	2.90E-09
2.62E+00	2.84E-09
2.60E+00	2.79E-09
2.58E+00	2.74E-09
2.56E+00	2.68E-09
2.54E+00	2.63E-09
2.52E+00	2.58E-09
2.50E+00	2.53E-09
2.48E+00	2.48E-09
2.46E+00	2.43E-09
2.44E+00	2.37E-09
2.42E+00	2.33E-09
2.40E+00	2.28E-09
2.38E+00	2.23E-09

2.36E+00	2.18E-09
2.34E+00	2.13E-09
2.32E+00	2.09E-09
2.30E+00	2.04E-09
2.28E+00	1.99E-09
2.26E+00	1.95E-09
2.24E+00	1.90E-09
2.22E+00	1.85E-09
2.20E+00	1.81E-09
2.18E+00	1.76E-09
2.16E+00	1.72E-09
2.14E+00	1.67E-09
2.12E+00	1.63E-09
2.10E+00	1.59E-09
2.08E+00	1.55E-09
2.06E+00	1.51E-09
2.04E+00	1.47E-09
2.02E+00	1.43E-09
2.00E+00	1.39E-09
1.98E+00	1.35E-09
1.96E+00	1.31E-09
1.94E+00	1.27E-09
1.92E+00	1.23E-09
1.90E+00	1.19E-09
1.88E+00	1.15E-09
1.86E+00	1.11E-09
1.84E+00	1.08E-09
1.82E+00	1.04E-09
1.80E+00	1.00E-09
1.78E+00	9.67E-10

	0.005.10
1.76E+00	9.33E-10
1.74E+00	9.00E-10
1.72E+00	8.67E-10
1.70E+00	8.38E-10
1.68E+00	8.05E-10
1.66E+00	7.72E-10
1.64E+00	7.38E-10
1.62E+00	7.05E-10
1.60E+00	6.73E-10
1.58E+00	6.41E-10
1.56E+00	6.09E-10
1.54E+00	5.78E-10
1.52E+00	5.47E-10
1.50E+00	5.13E-10

"Halaman ini sengaja dikosongkan"
LAMPIRAN B

Frekuensi	Z (ohm)	Y2 – Z (°)
1.00E+06	1.48E+05	-9.00E+01
7.94E+05	1.25E+05	-1.07E+02
6.31E+05	2.07E+05	-8.71E+01
5.01E+05	2.89E+05	-8.48E+01
3.98E+05	4.57E+05	-8.32E+01
3.16E+05	3.50E+05	-5.91E+01
2.51E+05	4.73E+05	-6.51E+01
2.00E+05	7.06E+05	-5.90E+01
1.59E+05	6.82E+05	-6.55E+01
1.26E+05	5.96E+05	-4.20E+01
1.00E+05	8.95E+05	-5.85E+01
7.95E+04	1.21E+06	-6.74E+01
6.31E+04	1.09E+06	-5.15E+01
5.02E+04	1.19E+06	-5.49E+01
3.99E+04	1.31E+06	-5.33E+01
3.16E+04	1.62E+06	-5.78E+01
2.52E+04	1.33E+06	-5.96E+01
2.00E+04	1.96E+06	-5.23E+01
1.59E+04	2.17E+06	-6.26E+01
1.26E+04	3.24E+06	-5.87E+01
1.01E+04	2.78E+06	-7.02E+01
8.02E+03	3.50E+06	-6.17E+01
6.33E+03	5.22E+06	-7.20E+01
5.02E+03	4.42E+06	-6.81E+01
3.98E+03	7.30E+06	-7.44E+01
3.17E+03	9.67E+06	-9.24E+01

2.53E+03	8.78E+06	-6.69E+01
1.98E+03	8.32E+06	-7.23E+01
1.58E+03	2.78E+07	-6.17E+01
1.27E+03	1.99E+07	-7.25E+01
9.98E+02	2.01E+07	-7.50E+01
7.97E+02	3.73E+07	-4.39E+01
6.28E+02	2.89E+07	-6.83E+01
5.06E+02	3.61E+07	-9.31E+01
3.98E+02	6.33E+07	-5.20E+01
3.16E+02	7.97E+07	-6.75E+01
2.52E+02	5.76E+07	-1.26E+02
1.99E+02	1.12E+08	-6.61E+01
1.58E+02	1.13E+08	-6.43E+01
1.26E+02	1.61E+08	8.63E+01
1.00E+02	1.49E+09	-8.13E+01

Pada penelitian ini dari data yang didapat merupakan data plot bode sehingga jika diubah kedalam bentuk plot nyquist dengan cara sebagai berikut :

1. Menentukan nilai Z'

$$Z' = Zcos\theta$$

2. Menentukan nila Z"

$$Z'' = Zsin\theta$$

Keterangan :

- Z' : Impedansi real
- Z'' : Impedansi imajiner
- Z : Impedansi

Berikut hasil excel dari plot bode ke plot nyquist

Z(ohm)	cos theta	Zreal	sin theta	Zimaginer
	(rad)	(ohm)	(rad)	(ohm)

1.48E+0 5	- 0.00069813 2	- 1.03E+02	0.99999975 6	1.48E+05
1.25E+0 5	- 0.29070219 4	- 3.63E+04	0.95681358 4	1.19E+05
2.07E+0 5	0.05059294	1.05E+04	0.99871935 7	2.07E+05
2.89E+0 5	0.09080639	2.63E+04	0.99586856 5	2.88E+05
4.57E+0 5	0.11892386 8	5.43E+04	0.99290337 6	4.54E+05
3.50E+0 5	0.51294208 5	1.79E+05	0.85842321 6	3.00E+05
4.73E+0 5	0.42040247 5	1.99E+05	0.90733773 2	4.29E+05
7.06E+0 5	0.51548681 6	3.64E+05	0.85689751	6.05E+05
6.82E+0 5	0.41548717 6	2.83E+05	0.90959903 6	6.21E+05
5.96E+0 5	0.74326159 9	4.43E+05	0.66900089	3.99E+05
8.95E+0 5	0.52264737 1	4.68E+05	0.85254895 8	7.63E+05
1.21E+0 6	0.38413418 6	4.64E+05	0.92327727 5	1.11E+06
1.09E+0 6	0.62196812 1	6.78E+05	0.78304256 3	8.54E+05
1.19E+0 6	0.57486244 9	6.86E+05	0.81825006 2	9.77E+05
1.31E+0 6	0.59776507 4	7.84E+05	0.80167132 7	1.05E+06
1.62E+0 6	0.53272857 9	8.62E+05	0.84628615 8	1.37E+06
1.33E+0 6	0.50648530 6	6.72E+05	0.86224859	1.14E+06
1.96E+0 6	0.61125081 4	1.20E+06	0.79143694 8	1.55E+06

2.17E+0 6	0.46050966 3	9.98E+05	0.88765469 1	1.92E+06
3.24E+0 6	0.51966823 5	1.68E+06	0.85436814 4	2.77E+06
2.78E+0 6	0.33824523	9.40E+05	0.94105800 3	2.62E+06
3.50E+0 6	0.47362712 7	1.66E+06	0.88072546 5	3.08E+06
5.22E+0 6	0.30968088	1.62E+06	0.95084055	4.96E+06
4.42E+0 6	0.37331163 6	1.65E+06	0.927706	4.10E+06
7.30E+0 6	0.26841547 3	1.96E+06	0.96330324 1	7.04E+06
9.67E+0 6	- 0.04100373 9	- 3.97E+05	0.99915899 3	9.66E+06
8.78E+0 6	0.39265817 1	3.45E+06	0.91968449	8.08E+06
8.32E+0 6	0.30453183 2	2.53E+06	0.95250215 9	7.92E+06
2.78E+0 7	0.47362712 7	1.32E+07	0.88072546 5	2.45E+07
1.99E+0 7	0.30087225	5.98E+06	0.95366445 3	1.90E+07
2.01E+0 7	0.25898762 7	5.20E+06	0.96588063 9	1.94E+07
3.73E+0 7	0.72091407 7	2.69E+07	0.69302445 4	2.58E+07
2.89E+0 7	0.36926021 4	1.07E+07	0.92932604 3	2.69E+07
3.61E+0 7	0.05425309	- 1.96E+06	0.99852721 7	3.61E+07
6.33E+0 7	0.61511119	3.90E+07	0.78844037 4	4.99E+07
7.97E+0 7	0.38252217 9	3.05E+07	0.92394630 9	7.37E+07

5.76E+0 7	- 0.59060566 8	- 3.40E+07	0.80696031 2	4.65E+07
1.12E+0 8	0.40593926 9	4.55E+07	0.91390005 4	1.03E+08
1.13E+0 8	0.43365908 5	4.90E+07	0.90107702 1	1.02E+08
1.61E+0 8	0.06383561 6	1.03E+07	- 0.99796042 7	-1.60E+08
1.49E+0 9	0.15108829 3	2.24E+08	0.98852027 2	1.47E+09

"Halaman ini sengaja dikosongkan"



BIODATA PENULIS

Penulis "Catur Devi Aulia". Bisa dipanggil Devi. Lahir di Surabaya, 6 Juli 1997. Merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Asal penulis dari Surabaya, Jawa Timur. Merupakan alumni SMA Negeri 20 Surabaya Kemudian melanjutkan pendidikan S1 di Departemen Fisika Fakultas Sains ITS pada tahun 2016-2020. Penulis mengambil bidang minat Fisika Material. Selama menjalani masa kuliah, penulis mengikuti kepanitiaan di

Gerigi ITS 2017, Organisasi Mahasiswa seperti HIMASIKA ITS dalam bidang sekretaris BSO Physics Summit periode 2018-2019 dan juga Asisten Laboratorium Fisika Dasar I. Penulis juga pernah berkesempatan melaksanakan tugas coop penelitian di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material (P2MM) Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Tangerang Selatan dan meneliti superkonduktor BaPb_{0,7}Bi_{0,3}O₃. Penulis berharap karya ini dapat bermanfaat bagi setiap orang yang membacanya, Kritik dan saran dalam penulisan dan konten pada laporan ini dapat dikirim melalui surat elektronik (*devi.ara31@gmail.com*)