



TUGAS AKHIR – SF184801

**STUDI PENGARUH SUHU KALSINASI PADA
PEMBENTUKAN NaFePO_4 SEBAGAI BAHAN KATODA
BATERAI MELALUI METODE SOL-GEL**

Rima Feisy Azmi
NRP 01111640000025

Dosen Pembimbing:
Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

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



TUGAS AKHIR – SF 141501

**STUDI PENGARUH SUHU KALSINASI PADA
PEMBENTUKAN NaFePO_4 SEBAGAI BAHAN KATODA
BATERAI MELALUI METODE SOL-GEL**

**RIMA FEISY AZMI
NRP 0111164000025**

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

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

**DEPARTEMEN FISIKA
Fakultas Sains dan Analitik Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2020**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



FINAL PROJECT - SF 141501

**STUDY ON THE EFFECT OF CALCINATION
TEMPERATURE ON THE FORMATION OF NaFePO_4
AS A BATTERY CATHODE MATERIAL BY SOL-
GEL METHOD**

**RIMA FEISY AZMI
NRP 0111164000025**

**Supervisor I
Prof. Dr. Darminto, M.Sc**

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

**DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF SCIENCE AND DATA ANALYTICS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA 2020**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LEMBAR PENGESAHAN
STUDI PENGARUH SUHU KALSINASI PADA
PEMBENTUKAN NaFePO_4 SEBAGAI BAHAN
KATODA BATERAI MELALUI METODE SOL-GEL

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitik Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

RIMA FEISY AZMI
NRP 0111164000025

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

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

()

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

()



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

**STUDI PENGARUH SUHU KALSINASI PADA
PEMBENTUKAN NaFePO_4 SEBAGAI BAHAN KATODA
BATERAI MELALUI METODE SOL-GEL**

Nama : Rima Feisy Azmi
NRP : 0111164000025
Jurusan : Fisika, FSAD-ITS
Pembimbing : Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

Abstrak

Sintesis Sodium Ferro Fosfat (NaFePO_4) telah dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel pada pH tepat 7 dengan 3 tahap yaitu pelarutan masing-masing bahan baku, pencampuran masing-masing larutan, dan penetralan pH serta pengeringan. Bahan baku yang digunakan merupakan bahan-bahan kimia berupa Na_2CO_3 , $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ dengan bahan pelarut berupa ethanol dan aquades dan bahan penetral berupa NH_4OH . Penelitian ini dilakukan untuk memperoleh kandidat material katoda NaFePO_4 terbaik dengan melakukan variasi suhu kalsinasi 750°C , 800°C , dan 850°C , pada kondisi udara bebas dan atmosfer Argon. Karakterisasi 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. Terbentuk 58,1% fasa Maricite- NaFePO_4 pada suhu 850°C dengan intensitas rendah dan 94,9% fasa Maricite- NaFePO_4 pada suhu 800°C menggunakan argon.

Kata kunci : Fasa NaFePO_4 , Impuritas, Kalsinasi, Maricite- NaFePO_4 , Suhu.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

**STUDY ON THE EFFECT OF CALCINATION
TEMPERATURE ON THE FORMATION OF NaFePO₄ AS A
BATTERY CATHODE MATERIAL WITH SOL-GEL
METHOD**

Name : Rima Feisy Azmi
NRP : 0111164000025
Major : Physics, FSAD-ITS
Mentor : Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D

Abstract

Synthesis of Sodium Ferro Phosphate (NaFePO₄) has been carried out using the sol-gel method at an exact pH of 7 with 3 stages namely dissolving each raw material, mixing the solution, and neutralizing the pH and drying. The raw materials used are chemicals such as Na₂CO₃, FeCl₂.4H₂O, (NH₄) H₂PO₄ with solvents in the form of ethanol and aquades and neutralizing agents in the form of NH₄OH. This research was conducted to obtain the best candidate NaFePO₄ cathode material by varying the calcination temperature of 750°C, 800°C and 850°C, under the conditions of free air and Argon atmosphere. The characterization used is the DTA-TGA test to analyze thermal changes, XRD test to analyze phase formation, and SEM test to analyze of morphology in phase. The results showed that phase formation was influenced by variations in calcination temperature. 58,1% Maricite-NaFePO₄ phase was formed at 850°C with low intensity and 94,9% Maricite-NaFePO₄ phase at 800°C using argon.

Kata kunci : Calcination, Impurity, Maricite-NaFePO₄, Temperature.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang senantiasa melimpahkan berkah, rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul **“STUDI PENGARUH SUHU KALSINASI PADA PEMBENTUKAN NaFePO_4 SEBAGAI BAHAN KATODA BATERAI MELALUI METODE SOL-GEL”**. Tidak lupa Sholawat serta salam kepada junjungan Nabi Muhammad SAW sebagai tauladan yang baik bagi umat Manusia. Tugas Akhir (TA) ini penulis susun sebagai syarat wajib akademis untuk memperoleh gelar sarjana di Departemen Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Dengan menyusun tulisan ini diharapkan dapat membantu mahasiswa maupun warga Indonesia lainnya untuk selalu berinovasi. Penulis menyadari bahwa penulisan Tugas Akhir ini tidak akan tersusun dengan baik tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak. Maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kedua orang tua, Bapak Zainal Arifin dan Ibu Cholifatun Amiliya, serta kakak penulis, Rana Fara Azmi yang telah memberikan semua hal terbaik bagi penulis, terutama dukungan moril maupun materiil untuk dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Bapak Prof. Dr. Darminto, M.Sc sebagai dosen pembimbing I yang sekaligus merangkap sebagai dosen wali penulis yang selalu memberi dan bersedia meluangkan waktunya untuk membimbing, memberi ilmu pengetahuan, wawasan, berbagi pengalaman dan masukan hingga Tugas Akhir ini dapat terselesaikan dengan baik dan tepat waktu.
3. Ibu Fahmi Astuti, M.Si, Ph.D selaku dosen pembimbing II yang bersedia meluangkan waktu untuk memberikan

masuk dan bimbingan hingga Tugas Akhir ini terselesaikan.

4. Segenap Dosen, Laboran, dan Admin Jurusan Fisika ITS yang senantiasa memberikan ilmu pengetahuan yang sangat berharga.
5. Teman-teman tim riset NaFePO_4 , Maria, dan Devi, sebagai teman diskusi terkait penelitian dan menemani dalam proses pengerjaan Tugas Akhir ini.
6. Teman-teman yang luar biasa Syabania, Shagita, Mufidah, Ayulia, Febri, Devi sebagai tempat mengadu dan bercanda selama merantau.
7. Teman – teman SIRIUS 2016 yang senantiasa memberikan tempat, canda-tawa, keluh kesah, dan semangatnya dalam mengerjakan tugas selama perkuliahan maupun dalam pengerjaan Tugas Akhir.
8. Kepada keluarga Fisika ITS 2014, 2015, 2016, 2017, 2018 khususnya lab. Material yang telah menemani perjalanan penulis selama menjalani studi di Fisika ITS.
9. Rekan-rekan dari Kementerian Perekonomian BEM ITS dan Kabinet Kolaborasi yang sudah menemani penulis selama menjabat di organisasi dan menghibur dikala risau.
10. Semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung memberikan dukungan dalam perkuliahan dan penulisan Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari dalam penyusunan laporan ini masih jauh dari kesempurnaan. Mohon kritik dan saran pembaca guna menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga laporan Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya, Juli 2020

Penulis
rimafeisy97@gmail.com

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
COVER PAGE	iii
LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xii
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR GAMBAR	xvii
BAB I – PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Manfaat penelitian.....	3
1.5 Batasan Masalah.....	3
1.6 Sistematika Laporan.....	3
BAB II – TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Baterai Sekunder.....	5
2.2 Material Katoda Natrium Fero Phosphate (NaFePO ₄).....	8
2.3 Pembentukan Fasa NaFePO ₄	10
2.4 Metode Sol Gel.....	11
2.5 Bahan Baku.....	12
2.5.1 Natrium Karbonat (Na ₂ CO ₃).....	12
2.5.2 Iron Dicloride (FeCl ₂ ·4H ₂ O).....	12
2.5.3 Ammonium Dihidrogen Phosphate ((NH ₄)H ₂ PO ₄).....	13

BAB III – METODOLOGI PENELITIAN.....	15
3.1 Alat dan bahan.....	15
3.1.1 Alat.....	15
3.1.2 Bahan.....	16
3.2 Variabel Penelitian.....	16
3.3 Prosedur Kerja.....	17
3.3.1 Tahap Preparasi Sampel.....	17
3.3.2 Tahap Sintesis.....	17
3.4 Tahap Karakterisasi.....	21
3.4.1 Karakterisasi DTA-TGA.....	21
3.4.2 Karakterisasi XRD.....	21
3.4.3 Karakterisasi SEM.....	22
3.5 Flowchart Penelitian.....	22
BAB IV – ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN.....	25
4.1 Hasil Analisis Uji DTA-TGA.....	25
4.2 Hasil Analisis Uji XRD.....	27
4.2.1 Variasi Suhu.....	28
4.3 Hasil Analisis Uji SEM.....	37
BAB V – KESIMPULAN DAN SARAN.....	41
5.1 Kesimpulan.....	41
5.2 Saran.....	41
DAFTAR PUSTAKA.....	43
LAMPIRAN A.....	47
LAMPIRAN B.....	51
BIODATA PENULIS.....	67

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Peralatan yang Digunakan.....	15
Tabel 3.2 Bahan yang Digunakan.....	16
Tabel 3.3 Volume Pelarut dan Massa Bahan Baku.....	17
Tabel 4.1 Data ICDD NaFePO ₄ Kalsinasi Ar 800°C 7 jam....	32
Tabel 4.2 Data ICDD NaFePO ₄ Kalsinasi Ar 750°C 7 jam....	32
Tabel 4.3 Data ICDD NaFePO ₄ Kalsinasi Tanpa Ar 750°C 7 jam.....	33
Tabel 4.4 Data ICDD NaFePO ₄ Kalsinasi Tanpa Ar 800°C 7 jam.....	33
Tabel 4.5 Data ICDD NaFePO ₄ Kalsinasi Tanpa Ar 850°C 7 jam.....	33
Tabel 4.6 Data hasil analisis ukuran kristal sampel pada kalsinasi udara bebas.....	35
Tabel 4.7 Data hasil analisis ukuran kristal sampel pada kalsinasi atmosfer argon.....	36

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Komponen Baterai.....	6
Gambar 2.2	Skema Kerja Baterai Sekunder.....	8
Gambar 2.3	Struktur NaFePO_4	9
Gambar 2.4	Pengaruh Suhu Terhadap Difusi ion Natrium...	10
Gambar 2.5	Grafik XRD Referensi.....	11
Gambar 2.6	Struktur Natrium Karbonat.....	12
Gambar 3.1	Proses preparasi sampel NaFePO_4	19
Gambar 3.2	X-Ray Diffraction Apparatus.....	21
Gambar 3.3	Diagram Alir.....	23
Gambar 4.1	Hasil Uji DTA-TGA NaFePO_4	26
Gambar 4.2	Grafik hasil XRD 3 variasi suhu udara bebas...	30
Gambar 4.3	Grafik hasil XRD 2 variasi suhu atmosfer argon.....	31
Gambar 4.4	Grafik pergeseran puncak sampel NaFePO_4 pada udara bebas.....	35
Gambar 4.5	Hasil Karakterisasi SEM dari Katoda NaFePO_4 kalsinasi 800°C selama 7 jam pada atmosfer argon.....	37

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Baterai merupakan salah satu komponen elektronika yang digunakan sebagai media penyimpanan energi listrik melalui suatu reaksi kimia. Baterai pertama kali ditemukan oleh Alessandro Volta pada tahun 1800. Awal ditemukannya baterai dan hingga saat ini, lithium masih menjadi bahan dasar pembuatan baterai yang mendominasi produksi di pasaran. Hal ini dikarenakan lithium masih dianggap memiliki penghantar arus listrik, kerapatan daya, serta tegangan dan densitas energi yang tinggi (Yulius, 2002). Aplikasi penggunaan baterai sendiri meliputi ponsel, laptop, hingga kendaraan listrik sekalipun. Dengan meningkatnya minat konsumen akan teknologi seperti ponsel, laptop, kendaraan listrik, dan lain sebagainya maka berbanding lurus pula dengan permintaan pasar akan kebutuhan baterai terutama baterai sekunder.

Baterai sekunder banyak diminati dan digunakan pada komponen alat elektronika karena memiliki kelebihan dapat diisi ulang (*rechargeable*). Pada dewasa ini, dalam pembuatan katoda baterai sekunder sendiri lebih banyak digunakan bahan berbasis ion lithium. Dipilihnya ion lithium tidak tanpa alasan, dengan karakter elektrokimianya yang dapat menawarkan kepadatan energi dan tegangan output terbesar dibandingkan menggunakan katoda jenis lain. Selain itu, sel baterai sekunder yang dimiliki lithium-ion memiliki susunan yang terdiri dari bagian anoda, katoda, elektrolit serta separator. Baterai sekunder memiliki kemampuan untuk

dipakai-isi secara berulang-ulang dengan mekanisme penyisipan kimia pada struktur material katodanya. Kemampuan bertransisi pada senyawa logam dengan struktur lapisan atau tunnel sehingga Li-ion mampu menyusup secara reversible, tanpa merubah secara signifikan struktur kristalnya pada suhu ruang sekalipun (Subhan and Prihandoko 2017).

Namun, harga bahan baku itu sendiri, lithium khususnya, terbilang cukup mahal. Bukan lithium tidak dapat memenuhi skala global, melainkan pencarian bahan baku yang dapat lebih ekonomis dan masih efektif digunakan (Palomares et al. 2012a). Dengan demikian, para peneliti sedang melakukan riset mengenai bahan baku alternatif pembuatan baterai. Salah satunya yaitu baterai NaFePO_4 (*sodium ferro phosphate*). Di samping bahan baku yang digunakan relatif murah dibandingkan dengan lithium, natrium sendiri merupakan bahan dimana keberadaannya di alam cukup terjamin. Hal tersebutlah yang menunjang para peneliti untuk terus mengembangkan pembuatan baterai jenis ini.

1.2 Rumusan Masalah

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

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

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui cara dan proses pembentukan material katoda baterai NaFePO_4 yang disintesis menggunakan metode sol-gel.
2. Mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap pembentukan fasa NaFePO_4 .
3. Mengetahui pengaruh atmosfer Argon dan udara bebas terhadap pembentukan fasa NaFePO_4 .

1.4 Manfaat penelitian

Adapun manfaat yang diperoleh dari dilakukannya penelitian tugas akhir ini yaitu diharapkan dapat memberikan informasi, ilmu pengetahuan, serta wawasan mengenai tata cara dan proses sintesis, pengaruh suhu kalsinasi, dan pengaruh atmosfer terhadap katoda baterai Natrium Ferro Fosfat sehingga ilmu yang diperoleh nantinya dapat berguna dan dikembangkan dikemudian hari.

1.5 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

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 atas 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.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Baterai Sekunder

Baterai merupakan komponen elektronika yang sangat penting sebagai sumber energi listrik. Pada umumnya, baterai dapat mengubah energi kimia menjadi energi listrik melalui proses elektrokimia. Dalam prosesnya, reaksi reduksi dan oksidasi atau reaksi redoks akan terus terjadi tanpa bisa dilihat oleh mata. Salah satu keunggulan penggunaan baterai yaitu dapat diisi kembali apabila telah mengalami kekosongan energi dimana melalui proses transfer elektron dari satu material ke material lain yang masih dalam satu sirkuit elektronik (Kho 2015).

Baterai memiliki berbagai komponen yang dapat menunjang reaksi kimia sehingga dapat menghasilkan aliran listrik. Berikut ini merupakan komponen-komponen yang harus ada dalam satu sel baterai :

1. Batang karbon sebagai anoda. Fungsi dari batang karbon berfungsi sebagai kutub positif baterai.
2. Seng sebagai katoda. Fungsi dari seng yaitu sebagai kutub negatif baterai.
3. Pasta sebagai elektrolit. Fungsi pasta yaitu sebagai penghantar arus listrik yang dihasilkan oleh baterai.



Gambar 2.1 Komponen Baterai

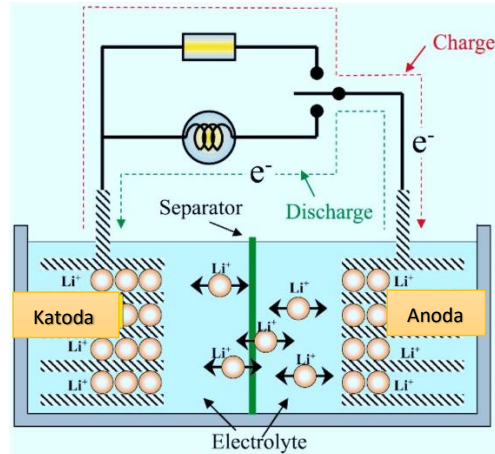
Berdasarkan reaksi kimianya, baterai dibedakan menjadi 2 yaitu baterai primer dan baterai sekunder. Yang membedakan dari dua jenis baterai tersebut yaitu dapat diisi ulang (*recharge*) dan tidak dapat diisi ulang. Baterai yang bersifat primer akan dapat digunakan sekali tanpa bisa diisi kembali apabila energi yang tersimpan dalam baterai tersebut telah habis (Setiawan, 2016). Hal ini menjadi alasan utama mengapa baterai jenis sekunder sering digunakan untuk alat elektronika kebanyakan. Selain itu, baterai sekunder juga memiliki karakteristik rapat daya (*power density*) yang tinggi, rata-rata discharge yang tinggi, dan memiliki performa yang baik dalam temperatur rendah.

Baterai sekunder memiliki dua pengaplikasian :

- a. Sebagai alat penyimpanan energi. Dalam penggunaannya, baterai jenis ini harus tersambung dengan listrik. Seperti contohnya dalam pemanfaatannya pada alat otomotif.
- b. Sebagai sumber listrik. Seperti yang digunakan pada alat elektronik seperti handphone, laptop, kamera, dan lain lain (Kho 2015).

Sampai saat ini, baterai sekunder memiliki 3 jenis yang di bedakan berdasarkan katoda baterainya yaitu:

- a. Baterai Ni-Cd. Baterai Ni-Cd merupakan singkatan dari nikel cadmium. Elektrolit yang digunakan pada baterai jenis ini yaitu Nickel Oxide Hydroxide serta Metallic Cadmium. Sangat disayangkan, baterai jenis ini didalamnya terkandung bahan beracun berupa Carcinogenic Cadmium yang bisa membahayakan kesehatan manusia serta juga lingkungan.
- b. Baterai Ni-MH. Baterai Nikel-Metal Hydride ini merupakan pembenahan dari baterai nikel-cadmium yang memiliki kapasitas lebih besar 30% dibandingkan baterai tersebut, Ni-Cd. Selain itu, baterai jenis ini bisa juga dilakukan isi ulang bisa sampai lebih 100 kali sehingga akan dapat menghemat biaya jika dibanding dengan menggunakan baterai primer.
- c. Baterai Li-Ion. Baterai jenis ini merupakan pilihan baterai sekunder yang sedang banyak digemari oleh konsumen. Selain memiliki bobot yang lebih ringan, baterai Li-Ion ini memiliki kapasitas tampung energi yang lebih besar (pendidikan.co.id).

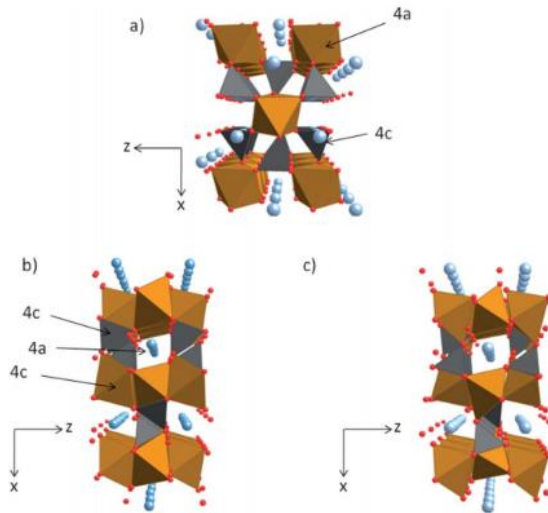


Gambar 2.2 Skema Kerja Baterai Sekunder

2.2 Material Katoda Natrium Fero Phosphate (NaFePO₄)

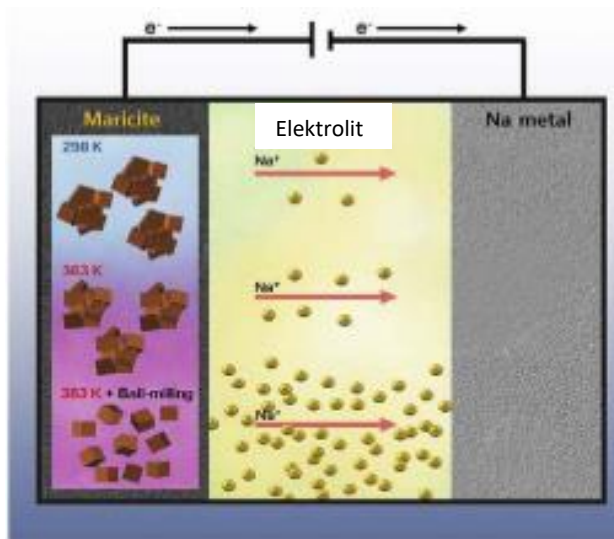
Struktur kristal dari maricite digolongkan mirip dengan kerangka ionik olivine yaitu berbentuk orthorombik. Dalam kandungannya, terdapat senyawa campuran polianionik (Na₄Fe₃(PO₄)) yang mampu menampung ion Na dalam kristal hanya dengan sedikit perubahan volumetrik. Dengan demikian, perilaku ini memberi keuntungan sebagai host reversible yang stabil untuk ion natrium. 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 NaFePO₄. Dengan kestabilan tersebut, NaFePO₄ dianggap telah aktif secara elektrokimia dalam baterai yang dapat diisi ulang. Saat ini, sedang banyak dilakukan penelitian dibuatnya NaFePO₄ sebagai bahan katoda untuk baterai Na yang dapat

diisi ulang (Kim et al. 2015a; Ellis and Nazar 2012; Sun et al. 2012).



Gambar 2.3 Struktur dari a) Maricite NaFePO_4 b) Olivine LiFePO_4 c) Olivine NaFePO_4 (Palomares et al. 2012)

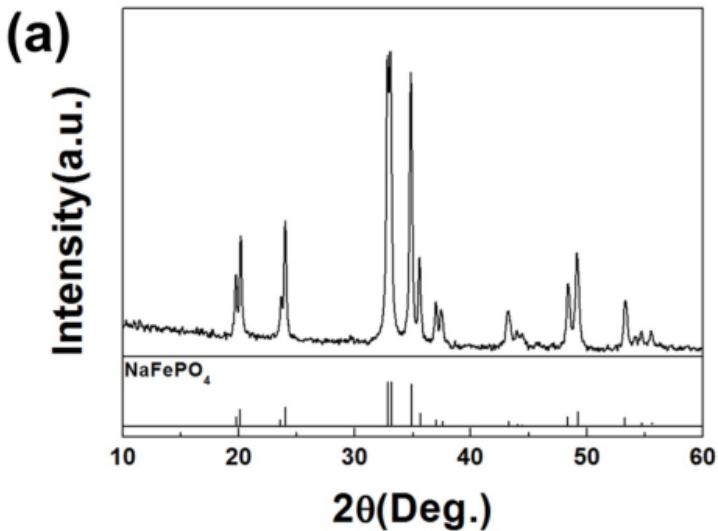
Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Hwang, menyatakan bahwa suhu pemanasan yang digunakan pada pemanasan natrium dapat meningkatkan difusi ion Na baik dalam bahan aktif padat maupun elektrolit. Semakin didalami, didapatkan pula fakta bahwa proses pemanasan ini secara efektif dapat meningkatkan kinerja elektrokimia elektroda (Hwang et al. 2018).



Gambar 2.4 Pengaruh Suhu Terhadap Difusi Ion Natrium

2.3 Pembentukan Fasa NaFePO_4

Pada penelitian yang dilakukan oleh Jongsoon Kim, digunakan Na_2CO_3 , $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ sebagai bahan dasar pembuatan katoda baterai sodiun ferro fosfat. Kim melakukan sintesis dengan metode *High Energy Ball-Milling* (HEBM) pada 500rpm selama 24 jam. Jurnal yang diterbitkan pada tahun 2014 tersebut menyatakan bahwa sampel katoda NaFePO_4 yang dipanaskan pada suhu 600°C selama 10 jam dapat memunculkan fasa NaFePO_4 pada sudut 2θ 20° , 24° , 32° , 33° , 35° , 36° , 37° , 44° , 49° , 50° , dan 53° seperti yang dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Grafik XRD referensi (Kim et al. 2015)

2.4 Metode Sol Gel

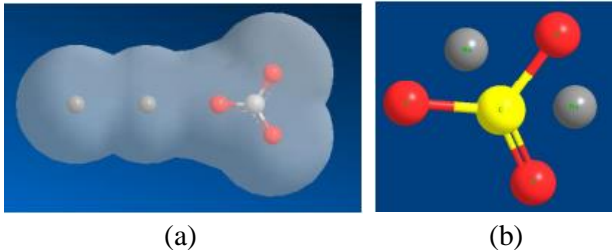
Salah satu metode dalam pembuatan baterai yang dianggap paling efektif adalah metode sol-gel. Hingga saat ini, metode sol-gel masih dianggap sebagai metode pembuatan baterai yang paling besar tingkat keberhasilannya dalam menghasilkan material oksida logam yang berukuran nano. Oleh sebab itu, metode sol-gel dikenal juga dengan sebutan sintesis nanopartikel. Sol sendiri merupakan suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cair. Kemudian menjadi gel yang mana berbentuk koloid tetapi fraksi solidnya lebih besar daripada sol. Adapun suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, yang dibuat dengan metal alkoxi dan hidrolisis dengan menggunakan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam

larutan, dan reaksinya merupakan reaksi hidrolisis (Wang et al. 2019).

2.5 Bahan Baku

2.5.1 Natrium Karbonat (Na_2CO_3)

Natrium Karbonat atau yang memiliki nama dagang “soda abu” ini merupakan salah satu jenis garam yang mudah larut dalam air. Apabila dicampur oleh air atau bahan pelarut lainnya, senyawa ini akan membentuk larutan alkali kuat sehingga pada pemanfaatan kimia biasanya digunakan sebagai elektrolit. Sifat termokimia natrium karbonat sendiri memiliki titik lebur 852°C . Dalam penggunaannya, semakin besar konsentrasi yang digunakan maka konduktivitas molarnya semakin kecil (Jumalia and Zainul 1806).



Gambar 2.6 (a) Struktur Natrium Karbonat Permukaan Translucent, (b) Struktur Natrium Karbonat 3D (Wikipedia)

2.5.2 Iron Dicloride ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

Iron dicloride memiliki titik lebur yang relatif rendah dan mendidih pada suhu 315°C . Senyawa ini merupakan salah satu jenis asam yang kuat dan dapat bereaksi dengan garam membentuk dietil eter (Wikipedia).

2.5.3 Ammonium Dihidrogen Phosphate ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$)

Ammonium dihidrogen phosphate memiliki titik lebur pada suhu 190°C . Senyawa ini dapat larut dalam air tetapi tidak dapat larut dalam etanol dan aseton. Apabila dilarutkan dalam air, ammonium dihidrogen phosphate ini dapat mengkristal sebagai garam anhidrat dalam sistem tetragonal, sebagai prisma atau jarum memanjang. Dalam reaksinya, ammonium dihidrogen akan terurai menjadi gas amonia (Wikipedia).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam pengerjaan tugas akhir ini dapat dilihat pada tabel 3.1.1.

Tabel 3.1 Tabel Peralatan yang Digunakan

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.	<i>Magnetic Stirrer</i>	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

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam pengerjaan tugas akhir ini sebagai berikut yang dapat dilihat pada tabel 3.2.

Tabel 3.2 Tabel Bahan yang Digunakan

No.	Nama Bahan	Jumlah	Fungsi
1	Na_2CO_3	25 gr	Bahan baku
2	$\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	25 gr	Bahan baku
3	$(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4$	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 inert
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

3.2 Variabel Penelitian

Beberapa variable yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

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

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

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

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Tahap Preparasi Sampel

Pada penelitian tugas akhir ini, NaFePO_4 dibuat dari pencampuran bahan baku yang meliputi Na_2CO_3 , $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$. 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.

Tabel 3.3 Volume Pelarut dan Massa Bahan Baku NaFePO_4

Bahan Baku	Na_2CO_3 0,8562 gr	$(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ 0,9289 gr	$\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 3,2149 gr
Pelarut	Aquades 3 ml	Aquades 3 ml	HCl 6 ml
Massa Total Hasil Reaksi	NaFePO_4 5 gram		

3.3.2 Tahap Sintesis

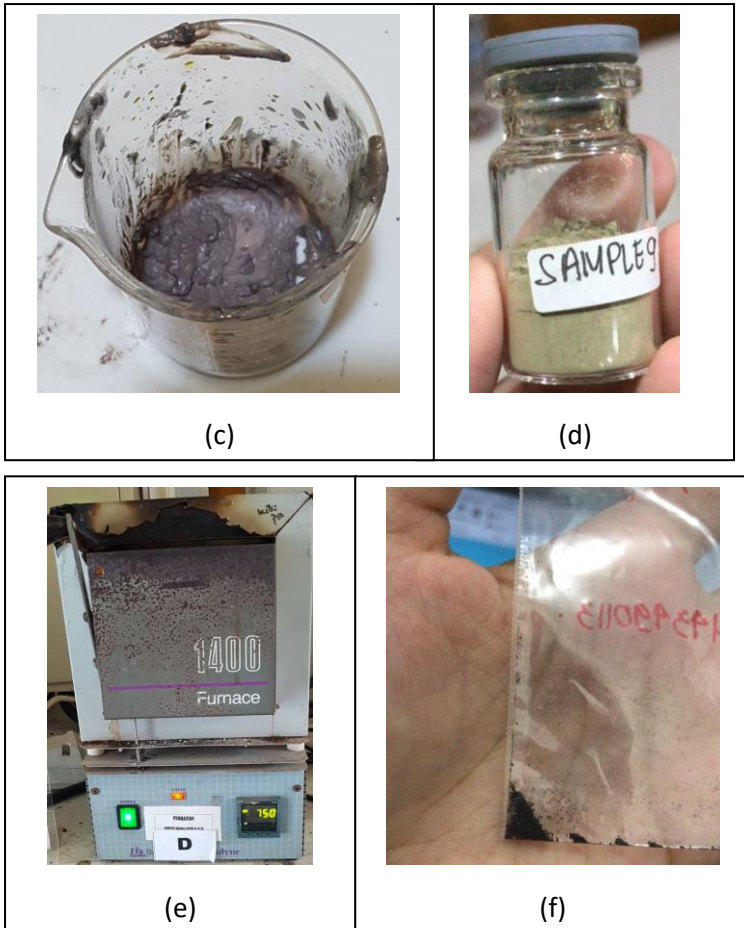
Pada tahap sintesis, bahan baku mendapat 2 tahap yaitu pencampuran dan pemanasan. Tahap pertama yang dilakukan adalah pencampuran bahan baku dengan masing-masing pelarutnya. Na_2CO_3 sebanyak 0,8562 gram dilarutkan dengan aquades sebanyak 3ml yang kemudian disebut dengan larutan 2, $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 3,2149 gram dengan HCl sebanyak 6 ml yang kemudian disebut dengan larutan 1, dan

$(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4$ sebanyak 0,9289 gram dengan aquades sebanyak 3 ml yang kemudian disebut larutan 4, masing-masing bahan baku tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan putaran 600rpm hingga terlarut kurang lebih selama kurang lebih 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 di aduk hingga homogen kurang lebih membutuhkan waktu selama 1 jam. Setelah dirasa larutan 3 tercampur sempurna, campurkan larutan 4 menggunakan pipet tetes kedalam larutan 3, yang kemudian disebut larutan 5. Kemudian, larutan 5 diaduk selama kurang lebih 1 jam tanpa diberi suhu. Setelah 1 jam, diukur dan dicatat pH larutan menggunakan kertas pH meter universal. Langkah selanjutnya, NH_4OH diteteskan kedalam larutan 5 secara perlahan menggunakan pipet tetes dengan sesekali diukur pH larutannya. NH_4OH diteteskan setetes demi tetes hingga pH mencapai keadaan netral yaitu 7. Setelah pH larutan mencapai 7, larutan 5 tersebut diaduk hingga membentuk gel selama ± 4 jam dengan menggunakan suhu 80°C . Apabila sebelum 4 jam larutan telah mengering, kecepatan pada magnetik stirrer diperkecil hingga 0rpm. Setelah itu, suhu dinaikkan menjadi 200°C dan dibiarkan hingga sampel benar-benar kering. Setelah kering, pindahkan sampel tersebut kedalam mortar untuk dihaluskan. Setelah halus sampel akan berwarna kehijauan dan kemudian diletakkan pada wadah sampel kedap udara supaya mengurangi resiko teroksidasi dengan udara bebas.

Tahap kedua yaitu pemanasan. Pada tahap pemanasan atau kalsinasi ini dilakukan menggunakan 2 macam *furnace* yaitu *Muffle Furnace* dan *Tube Furnace*. *Muffle Furnace* digunakan sebagai variasi udara bebas sedangkan *Tube*

Furnace digunakan sebagai variasi gas inert yang mana pada penelitian kali ini digunakan gas Argon sebagai gas inertnya. Kemudian sampel yang telah dikeringkan pada tahap sebelumnya dikalsinasi dengan variasi suhu 750°C, 800°C, 850°C dengan masing-masing waktu tahan selama 7 jam. Setelah dikalsinasi, warna sampel akan berubah sesuai dengan ketinggian suhu kalsinasi yang digunakan. Sampel yang dikalsinasi dengan argon akan lebih berwarna merah seperti batu bata dan sampel yang dikalsinasi pada udara bebas akan berwarna lebih hitam gelap.





Gambar 3.1 (a) Proses stirring setelah dilakukan pencampuran larutan. (b) Sampel yang telah berbentuk gel. (c) Sampel gel setengah kering. (d) Hasil sampel yang sudah dikeringkan. (e) Proses kalsinasi (f) Sampel hasil kalsinasi.

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 It.2 ITS . Pengujian dilakukan pada suhu 27°C-1000°C.

3.4.2 *X-Ray Diffraction (XRD)*

Pengujian XRD dilakukan di Departemen Material Metalurgi ITS It.2 dan Laboratorium Mineral dan Material Maju Fakultas MIPA Universitas Negeri Malang (UM). Pengujian ini menggunakan sudut 5°-60° dan sudut 10°-60°.



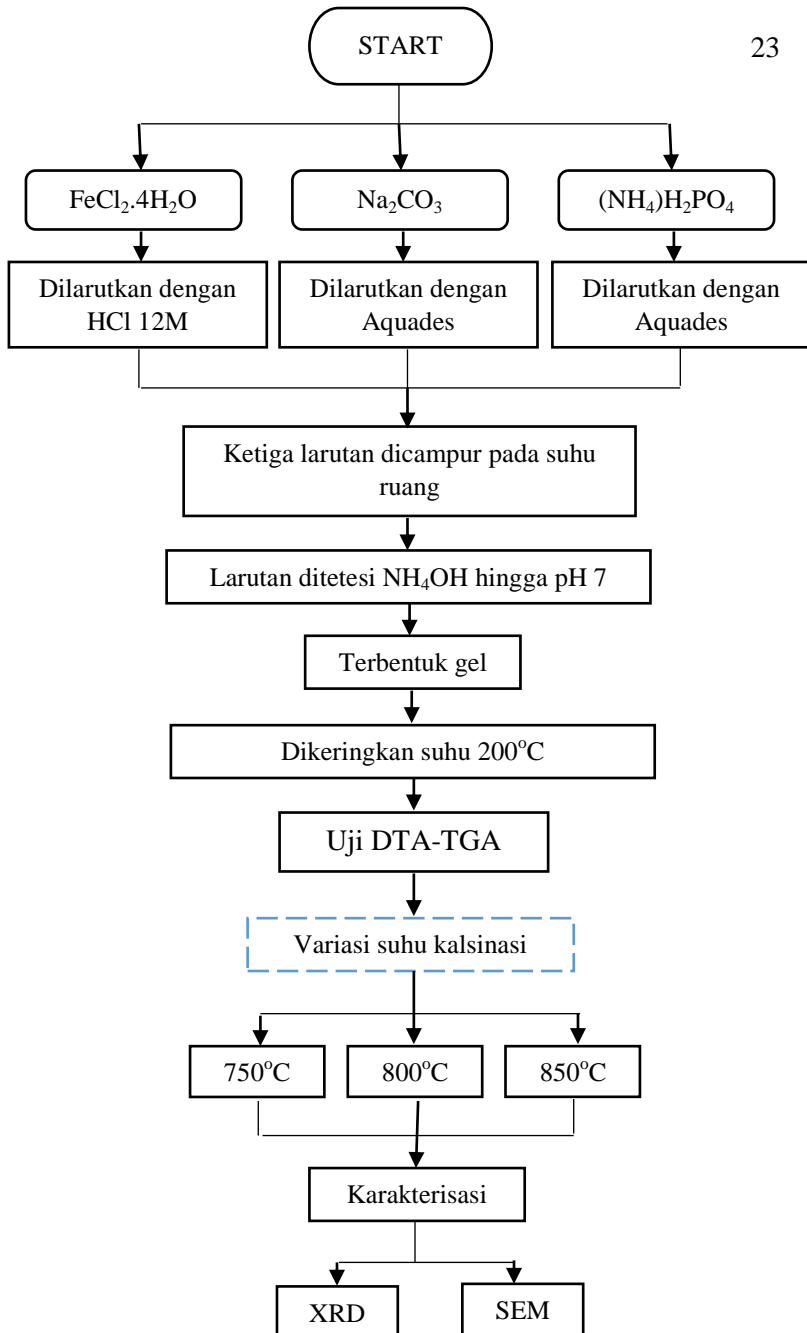
Gambar 3.2 *X-Ray Diffraction Apparatus*

3.4.3 *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Pengujian SEM dilakukan di Institut Bio-Sains Universitas Brawijaya.

3.5 Flowchart Penelitian

Langkah kerja yang telah dilakukan ditampilkan pada diagram alir Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Diagram Alir

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

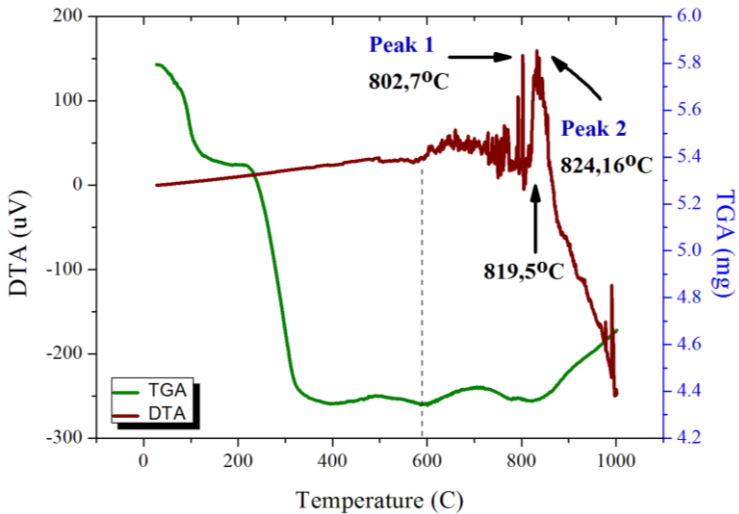
Hasil dan pembahasan dalam penelitian ini diulas dalam 2 subbab yang terdiri dari data hasil uji *Differential Thermal Analysis* (DTA) dan data hasil uji *X-Ray Diffraction* (XRD). Pada subbab XRD akan dibagi menjadi beberapa sub-subbab berdasarkan variasi yang dilakukan pada percobaan ini.

4.1 Hasil Analisis Uji *Differential Thermal Analysis* (DTA) dan *Thermo Gravimetric Analyzer* (TGA)

Material katoda NaFePO_4 dilakukan pengujian termal menggunakan *Differential Thermal Analysis* (DTA) untuk mengetahui pengaruh suhu pemanasan terhadap pembentukan fasa NaFePO_4 . Sampel uji dipanaskan mulai dari suhu ruang 27°C hingga temperature 1000°C dengan kecepatan pemanasan $5^\circ\text{C}/\text{menit}$. Hasil analisis DTA dari NaFePO_4 dapat dilihat pada Gambar 4.1.

Dari kurva hasil pengujian DTA diketahui 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 dibawah 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°C mulailah terjadi perubahan fasa

dengan ditandai adanya proses eksotermal (*peak 1*) di mana sampel mulai melepas kalor/panas.



Gambar 4.1 Hasil Uji DTA-TGA Katoda NaFePO₄

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 NaFePO₄ masih melepas kalor/panas. Selain pelepasan kalor/panas, pengurangan massa sampel serbuk katoda NaFePO₄ ini juga terjadi.

Berdasarkan Gambar 4.1 dari kurva TGA, pengurangan massa terjadi secara bertahap pada 4 ruas suhu yaitu 50°C-100°C, 150°C-200°C, 200°C-360°C, 400°C-800°C namun

cenderung stabil dan sedangkan pada suhu diatas 800°C hampir tidak ada pengurangan massa. Ruas temperatur pertama, yaitu pada suhu 50°C - 100°C , merupakan penurunan awal dari massa 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 .

Dalam penelitian terdahulu, didapatkan puncak pengurangan massa secara signifikan yang kemudian disusul dengan kenaikan massa sampel pada suhu 70°C - 800°C (Sun et al. 2012). Sedangkan berdasarkan penelitian yang lain terdapat penurunan massa yang ditandai oleh reaksi endotermik pada temperatur 227°C . Dengan demikian, sampel LFP tidak akan terjadi dalam kisaran suhu tersebut (Sofyan et al. 2017). 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 dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD)

Hasil dari karakterisasi XRD pada sampel katoda Na-ion dengan variasi suhu berupa grafik hubungan antara intensitas dan sudut 2θ pada daerah pengukuran 5° - 60° . Pengujian XRD ini dilakukan dengan menggunakan alat *X-ray Diffractometer* dengan sumber radiasi $\text{CuK}\alpha$ dengan panjang gelombang $\lambda=0.15406$ nm. Namun, pada pengujian sampel kelima dilakukan dengan *X-Ray Diffractometer* yang berbeda spesifikasi karena dilakukan pada 2 tempat yang berbeda. Pengujian XRD dilakukan dengan tujuan mengidentifikasi fasa dan komposisi fasa yang terkandung dalam material katoda tersebut. Proses identifikasi fasa secara kualitatif dilakukan menggunakan *software Highscore Plus*. Hasil *search match* pada *Highscore Plus* ini, dicocokkan dengan ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) dan COD (*Crystallography Open Database*) yang merupakan referensi utama untuk powder diffraction data. Sedangkan analisa secara kuantitatif untuk mengetahui ukuran kristal dan komposisi fasa yang terkandung pada material katoda Na-ion menggunakan *software Highscore Plus*.

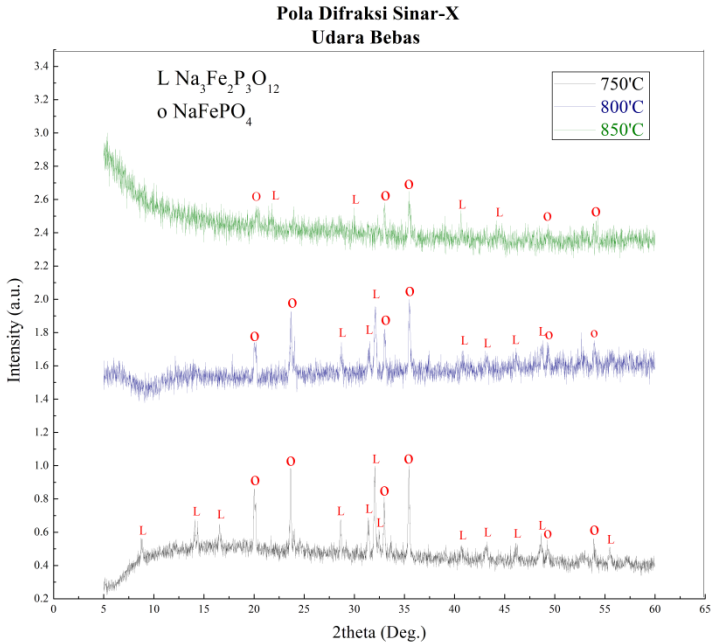
4.2.1 Variasi Suhu

Analisis yang didapatkan dari puncak-puncak berdasarkan hasil variasi suhu yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Gambar tersebut menunjukkan pola difraksi sinar-x dari material katoda NaFePO_4 dengan variasi suhu kalsinasi (750°C , 800°C , 850°C) selama 7 jam pada udara bebas. Hasil analisa melalui pencocokan puncak-puncak difraksi menggunakan *software Highscore Plus*. Berdasarkan identifikasi menggunakan software tersebut, mengindikasikan bahwa fasa dominan yang terbentuk bukanlah fasa NaFePO_4 (maricite) melainkan $\text{Na}_3\text{Fe}_2\text{P}_3\text{O}_{12}$ (trisodium diiron(III))

tris(phosphate(V))). Pada saat sampel dikalsinasi pada suhu 800°C selama 7 jam menggunakan argon terdapat fasa dominan yaitu fasa NaFePO₄ (maricite) yang diinginkan berdasarkan database ICSD 98-008-5671 dengan struktur kristal *orthorombic* pada *space group* Pnma. Namun pada suhu kalsinasi 850°C 7 jam pada udara bebas, terjadi penurunan intensitas dibandingkan dengan fasa Maricite yang dikalsinasi pada suhu 800°C selama 7 jam pada udara bebas. Hal ini disebabkan oleh mencairnya sampel tersebut sehingga menempel dan berinteraksi dengan cawan krusibel pada saat dilakukan pemanasan/kalsinasi.

Hasil analisis secara kualitatif menunjukkan bahwa semua sampel NaFePO₄ yang dikalsinasi menggunakan 3 variasi suhu yang berbeda dan dilakukan pada atmosfer udara bebas memiliki fasa impurity sebagai fasa yang dominan. Fasa impurity merupakan fasa selain fasa NaFePO₄ seperti fasa Na₃Fe₂P₃O₁₂. Sampel yang dikalsinasi dengan suhu 750°C selama 7 jam memiliki fasa NaFePO₄ sebesar 44,9% dan fasa Na₃Fe₂P₃O₁₂ sebesar 55,1% yang mana pada sampel tersebut masih memperlihatkan fasa impuritas sebagai fasa dominan. Sampel yang dikalsinasi dengan suhu 800°C selama 7 jam didapatkan 50,4% fasa Na₃Fe₂P₃O₁₂ dan 49,6% fasa NaFePO₄. Pada sampel yang dikalsinasi dengan suhu 850°C selama 7 jam didapatkan fasa NaFePO₄ sebesar 41,8% dan sisanya merupakan fasa Na₃Fe₂P₃O₁₂ yaitu sebesar 58,2%. Sedangkan, sampel yang dikalsinasi dengan 2 variasi suhu yang berbeda dan menggunakan atmosfer Argon didapatkan fasa NaFePO₄ dengan persentase lebih besar dibandingkan dengan sampel hasil kalsinasi tanpa argon. Pada saat sampel dikalsinasi dengan suhu 750°C selama 7 jam teridentifikasi 58,2% fasa Na₃Fe₂P₃O₁₂ berdasarkan database ICSD 98-008-9991 dan 41,8% fasa NaFePO₄. Saat sampel dikalsinasi pada suhu 800°C selama 7 jam didapat 5,1% fasa Na₃Fe₂P₃O₁₂ dan

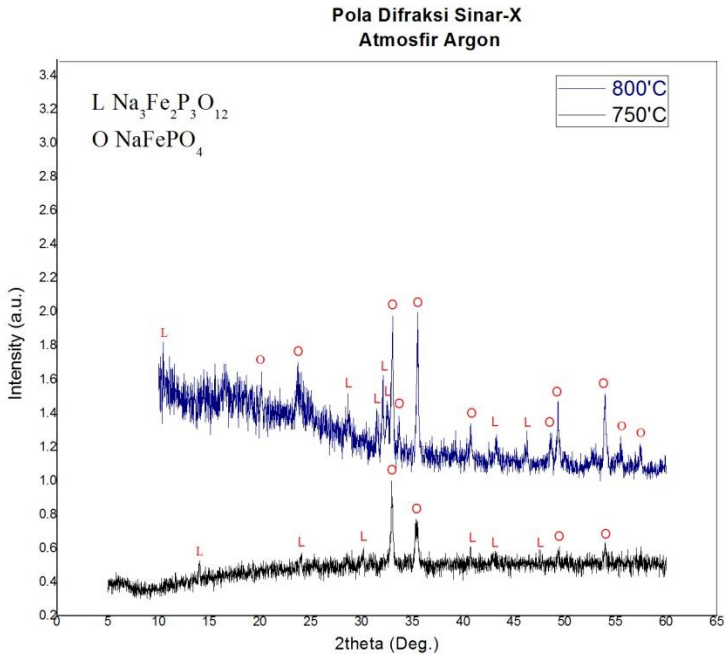
94,9% fasa NaFePO_4 yang mana didapatkan fasa tersebut berdasarkan database ICSD 98-008-5671. Hasil analisa uji XRD secara kualitatif pada sampel NaFePO_4 yang dikalsinasi pada 3 variasi suhu dan 2 variasi atmosfer yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.2 - Gambar 4.3 sebagai berikut:



Gambar 4.2 Grafik hasil X-Ray Diffraction sampel NaFePO_4 dengan 3 variasi suhu berbeda pada udara bebas.

Penelitian yang dilakukan Zheng *et al* didapatkan adanya fasa Na yang tidak bereaksi secara sempurna dengan P, Fe, dan O dimana sebagian komposisi P mencair berdampingan dengan fasa FeO (Zheng et al. 2020). Fasa yang tidak bereaksi dengan

sempurna ini dapat diindikasikan karena kurang tepatnya padanan waktu tahan dan suhu kalsinasi. Pada sampel yang dikalsinasi dengan suhu 750°C terdapat lebih banyak fasa Na Fe dan PO yang tidak bereaksi antar satu sama lain dibandingkan dengan sampel yang dikalsinasi dengan suhu 850°C memiliki fasa NaFePO_4 yang bereaksi secara sempurna tanpa sisa.



Gambar 4.3 Grafik hasil X-Ray Diffraction sampel NaFePO_4 dengan 2 variasi suhu berbeda pada atmosfir Argon.

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 $\text{Na}_3\text{Fe}_2\text{P}_3\text{O}_{12}$ 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 atmosfer Argon pada suhu 800°C dan pada udara bebas pada suhu 850°C 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 atmosfer yang berbeda dapat dilihat pada Tabel 4.1 hingga Tabel 4.5.

Tabel 4.1 Data ICDD NaFePO_4 Kalsinasi Argon 800°C 7 jam

Entry No	ICSD 98-008-5671	ICSD 98-008-9991
Phase Percentage	94,9%	5,1%
Mineral name	Maricite	Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V))
Formula	NaFePO_4	$\text{Na}_3\text{Fe}_2\text{P}_3\text{O}_{12}$
Space group	Pnma	R-3c
Crystal system	Orthorombic	Trigonal
Letice parameter	a=8,7255Å b=6.8899Å c=5.04468Å	a=13.3243Å c=18,0750Å

Tabel 4.2 Data ICDD NaFePO_4 Kalsinasi Argon 750°C 7 jam

Entry No	ICSD 98-008-5671	ICSD 98-008-9991
Phase Percentage	41,8%	58,2%
Mineral name	Maricite	Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V))
Formula	NaFePO_4	$\text{Na}_3\text{Fe}_2\text{P}_3\text{O}_{12}$
Space group	Pnma	R-3c
Crystal system	Orthorombic	Trigonal

<i>Letice parameter</i>	a=9.0203Å b=6,9022Å c=5.1049Å	a=13,4059Å c=20,5291Å
-------------------------	-------------------------------------	--------------------------

Tabel 4.3 Data ICDD NaFePO₄ Kalsinasi Tanpa Argon 750°C 7 jam

<i>Entry No</i>	ICSD 98-008-5671	ICSD 98-008-9991
<i>Phase Percentage</i>	44,9%	55,1%
<i>Mineral name</i>	Maricite	Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V))
<i>Formula</i>	NaFePO ₄	Na ₃ Fe ₂ P ₃ O ₁₂
<i>Space group</i>	Pnma	R-3c
<i>Crystal system</i>	Orthorhombic	Trigonal
<i>Letice parameter</i>	a=8.92517Å b=7.96226Å c=5.53234Å	a=13.7270Å c=21.8080Å

Tabel 4.4 Data ICDD NaFePO₄ Kalsinasi Tanpa Argon 800°C 7 jam

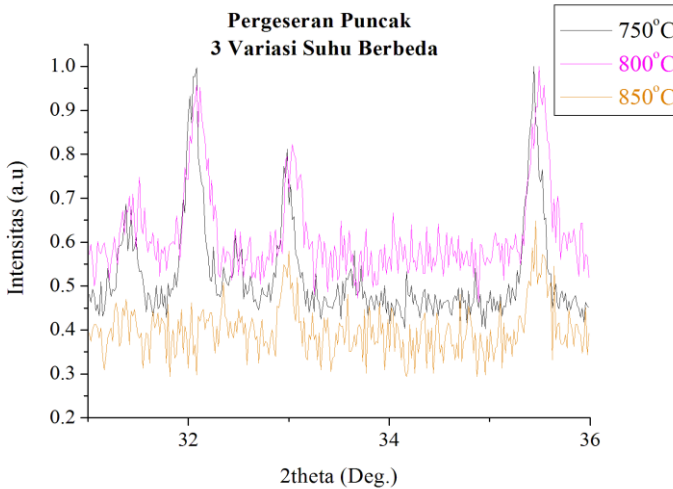
<i>Entry No</i>	ICSD 98-008-5671	ICSD 98-008-9991
<i>Phase Percentage</i>	49,5%	50,4%
<i>Mineral name</i>	Maricite	Trisodium Diiron(III) Tris(phosphate(V))
<i>Formula</i>	NaFePO ₄	Na ₃ Fe ₂ P ₃ O ₁₂
<i>Space group</i>	Pnma	R-3c
<i>Crystal system</i>	Orthorombic	Trigonal
<i>Letice parameter</i>	a=8.92517Å b=5.96226Å c=5.53234Å	a=12.8612Å c=19,7434Å

Tabel 4.5 Data ICDD NaFePO₄ Kalsinasi Tanpa Argon 850°C 7 jam

<i>Entry No</i>	ICSD 98-008-5671	ICSD 98-008-9991
<i>Phase Percentage</i>	58,1%	41,9%
<i>Mineral name</i>	Maricite	Trisodium Diiron(III)

Formula	NaFePO ₄	Tris(phosphate(V)) Na ₃ Fe ₂ P ₃ O ₁₂
Space group	Pnma	R-3c
Crystal system	Orthorombic	Trigonal
Lattice parameter	a=8.7396Å b=6.9064Å c=5.0607Å	a=13,6085Å c=17,5695Å

Pada sampel NaFePO₄ yang dikalsinasi dengan udara bebas pada suhu 850°C menunjukkan bahwa sampel tersebut memiliki fasa katoda NaFePO₄ terbesar dan tidak terdapat fasa impurity didalamnya. Analisa secara kualitatif dapat diidentifikasi bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin dominan fasa orthorombic NaFePO₄ yang terbentuk. Namun, sampel tersebut mengalami penurunan intensitas. Penurunan intensitas ini dimungkinkan akibat penghancuran kristal sehingga atom kristal NaFePO₄ akan mengalami *solid solution*, pencampuran homogen yang terjadi antara dua atau lebih atom logam yang terjadi pada keadaan padat, pada matriks kristal lainnya (Yuniarti, Triwibowo, and Suharyadi 2013). Reaksi antara senyawa penyusun NaFePO₄ dimulai dengan berdifusinya partikel-partikel. Tingkat difusi bergantung pada suhu dan waktu tahan pada saat proses kalsinasi. Pada suhu dibawah 800°C laju difusi rendah sehingga masih banyak Na, Fe, dan P yang tidak bereaksi secara sempurna. Pada sampel polikristalin terdiri dari banyak butir kristal dapat sangat memungkinkan terjadi deformasi plastis dan terdapat defect berupa slip disetiap butir kristal yang bervariasi bentuknya sehingga dapat menyebabkan adanya pergeseran puncak. Hasil analisis secara kualitatif pergeseran puncak pada sampel NaFePO₄ yang dikalsinasi pada udara bebas dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Pergeseran puncak sampel NaFePO₄ dengan kalsinasi pada udara bebas

Ukuran kristal suatu sampel dapat diperkirakan melalui lebar puncak pada pola hasil pengujian XRD. Semakin lebar ukuran puncak maka sampel tersebut memiliki ukuran kristalinitas yang kecil. Namun, untuk secara kuantitatif ukuran kristalinitas dari puncak-puncak yang terbentuk didapatkan menggunakan *Software MAUD*. Berdasarkan hasil *software* tersebut didapatkan data sebagai berikut :

Tabel 4.6 Data hasil analisis ukuran kristal sampel NaFePO₄ pada kalsinasi udara bebas

Suhu kalsinasi	Ukuran Kristal (Å)
	Puncak 1
750°C	1054,26
800°C	1054,12
850°C	1054,01

Tabel 4.7 Data hasil analisis ukuran kristal sampel NaFePO_4 pada kalsinasi atmosfer Argon

Suhu kalsinasi	Ukuran Kristal (\AA)
	Puncak 1
750°C	981,7
800°C	1054,05

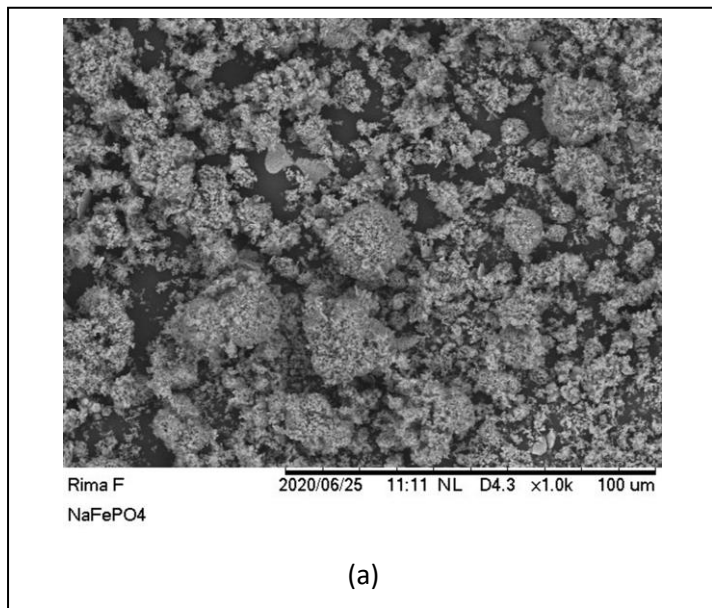
Sehingga dapat diasumsikan bahwa sampel NaFePO_4 dengan suhu 750°C dan dialiri argon memiliki ukuran kristalinitas yang lebih kecil dibandingkan sampel lainnya. Ukuran kristalinitas yang besar akan mempengaruhi nilai resistivity pada sampel.

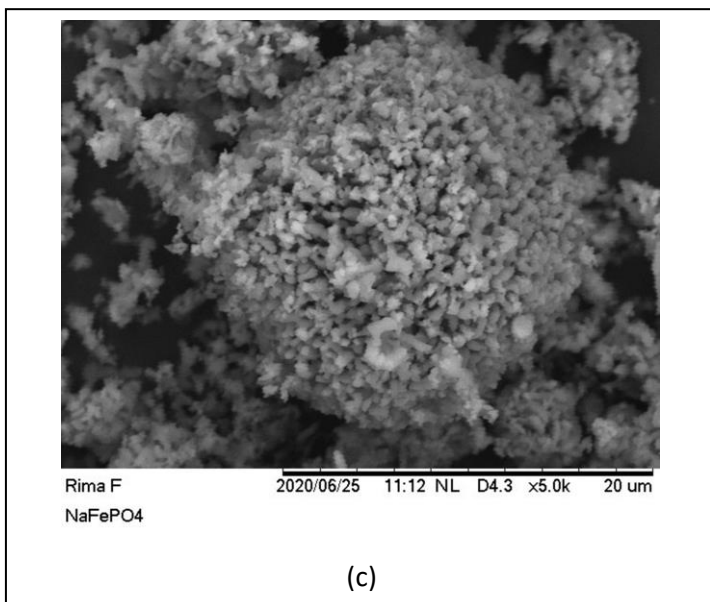
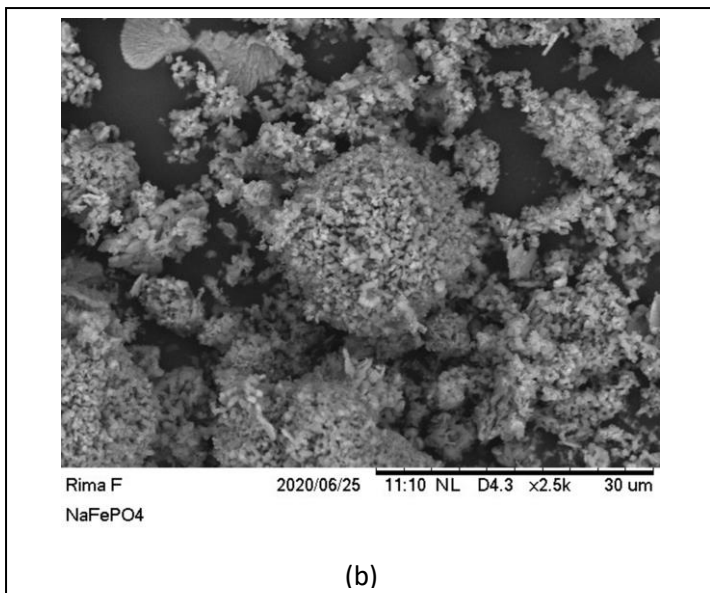
Pada penelitian sebelumnya dikatakan bahwa diantara berbagai bahan katoda yang ada, maricite- NaFePO_4 menjadi pilihan dikarenakan pada fasa tersebut menunjukkan penyimpanan kapasitas yang paling baik. Selain itu, dipilihnya NaFePO_4 dikarenakan fasa ini memiliki kapasitas yang besar dibandingkan dengan fasa NFP lainnya yaitu sebesar 150mAh/g serta fasa NaFePO_4 merupakan fasa yang stabil secara termodinamik (Zheng et al. 2020).

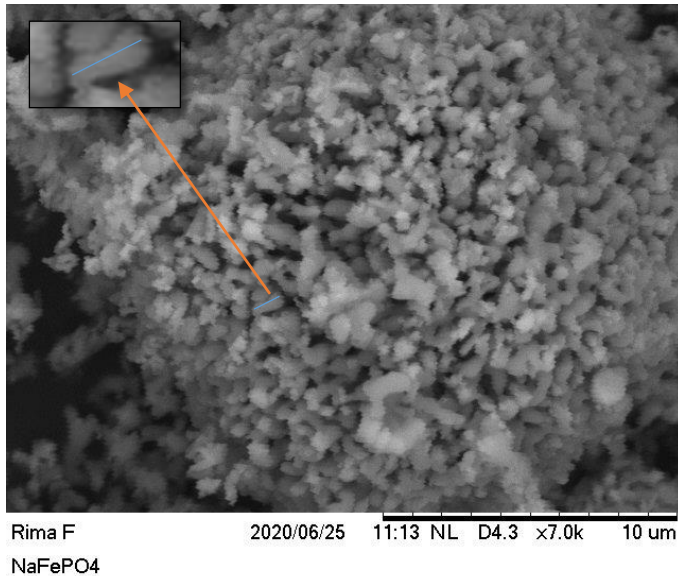
4.3 Hasil Analisis Uji *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Karakterisasi pada sampel katoda NaFePO_4 dengan variasi kalsinasi 800°C selama 7 jam pada atmosfer 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 Universitas Brawijaya tepatnya pada Institut Bio-Sains. Hasil pengujian

SEM ditunjukkan pada Gambar 4.5 (a), (b), (c), dan (d) dengan perbedaan perbesaran.







(d)

Gambar 4.5 Hasil Karakterisasi SEM dari Katoda NaFePO₄ kalsinasi 800°C selama 7 jam pada atmosfer argon (a) perbesaran 1000x (b) perbesaran 2500x (c) perbesaran 5000x (d) perbesaran 7000x.

Gambar 4.2 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 yang dipanaskan dengan suhu 800°C selama 7 jam pada atmosfer 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 1,562 μm . Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, pada NaFePO_4 murni didapatkan ukuran partikel rata-rata sebesar 1 μm (Zhao et al. 2017). Dengan demikian, berdasarkan analisis morfologinya sampel NaFePO_4 dengan variasi kalsinasi 800°C selama 7 jam pada atmosfer argon dapat dikatakan sesuai. Hal ini dibuktikan dengan sampel tersebut memiliki komposisi fasa NaFePO_4 94,5% yang terbentuk.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, material katoda NaFePO_4 yang dikalsinasi menggunakan udara bebas pada suhu 850°C selama 7 jam memiliki fasa NaFePO_4 sebesar 58,1% dengan intensitas yang menurun. Sedangkan material katoda yang dikalsinasi menggunakan argon pada suhu 800°C selama 7 jam memiliki fasa katoda NaFePO_4 paling besar yakni sebesar 94,9%. Semakin tinggi suhu kalsinasi maka akan semakin besar persentase fasa NaFePO_4 .

5.2 Saran

1. Penelitian selanjutnya diharapkan mengkaji lebih lanjut padanan waktu tahan dan suhu pada saat proses kalsinasi baik menggunakan Argon maupun udara bebas.
2. Perlu diperhatikan untuk metode penyimpanan sampel karena sampel jenis ini sangat mudah teroksidasi.
3. Perlu dilakukan sintesis menggunakan metode *ball-milling* sebagai pembanding dari hasil analisis menggunakan metode *sol-gel*.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Ellis, Brian L., and Linda F. Nazar. 2012. "Sodium and Sodium-Ion Energy Storage Batteries." *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 16 (4): 168–77.
<https://doi.org/10.1016/j.cossms.2012.04.002>.
- Hilder, Matthias, Patrick C. Howlett, Damien Saurel, Henri Anne, Montse Casas-Cabanas, Michel Armand, Teofilo Rojo, Douglas R. MacFarlane, and Maria Forsyth. 2018. "Stable Cycling of NaFePO₄ Cathodes in High Salt Concentration Ionic Liquid Electrolytes." *Journal of Power Sources* 406 (September): 70–80.
<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2018.09.102>.
- 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.
<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2017.12.003>.
- Jumalia, Rima, and Rahadian Zainul. 1806. "Natrium Karbonat : Termodinamika Dan Transport Ion."
- Kho, Dickson. 2015. "Pengertian Baterai Dan Jenis-Jenis Baterai." *Teknik Elektronika.Com*.
- Kim, Jongsoon, Dong Hwa Seo, Hyungsub Kim, Inchul Park, Jung Keun Yoo, Sung Kyun Jung, Young Uk Park, William A. Goddard, and Kisuk Kang. 2015a. "Unexpected Discovery of Low-Cost Maricite NaFePO₄ as a High-Performance Electrode for Na-Ion Batteries."

Energy and Environmental Science 8 (2): 540–45.
<https://doi.org/10.1039/c4ee03215b>.

Palomares, Verónica, Paula Serras, Irune Villaluenga, Karina B. Hueso, Javier Carretero-González, and Teófilo Rojo. 2012a. “Na-Ion Batteries, Recent Advances and Present Challenges to Become Low Cost Energy Storage Systems.” *Energy and Environmental Science* 5 (3): 5884–5901. <https://doi.org/10.1039/c2ee02781j>.

“Seri Tokoh Dunia: Alessandro Volta - Wong Comic, Yulius - Google Buku.” n.d. Accessed March 3, 2020.
<https://books.google.co.id/books?id=YLc8DwAAQBAJ&printsec=frontcover&dq=Alessandro+Volta&hl=id&sa=X&ved=0ahUKEwiRg-j71f3nAhUN8XMBHeTvCCAQ6AEILDAA#v=onepage&q=Alessandro+Volta&f=false>.

Setiawan, Muhammad Johan. 2016. “BATERAI.” *Universitas Malikussaleh Lhokseumawe*.

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.
<https://doi.org/10.21817/ijet/2017/v9i4/170904064>.

Subhan, Achmad, and Bambang Prihandoko. 2017. “Studi Sifat Elektrokimia Sel Baterai Sekunder Pouchcell Lithium Ion Lifepo₄/Graphite Aplikasi Daya Tinggi.” *Spektra: Jurnal Fisika Dan Aplikasinya* 2 (3): 173–78.
<https://doi.org/10.21009/spektra.023.02>.

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 NaFePO₄." *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology* 177 (20): 1729–33. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2012.08.004>.
- Wang, Duan, Yuanbo Wu, Jinmeng Lv, Rongrong Wang, and Sailong Xu. 2019. "Carbon Encapsulated Maricite NaFePO₄ Nanoparticles as Cathode Material for Sodium-Ion Batteries." *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 583 (June): 123957. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.123957>.
- 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. 2017. "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. <https://doi.org/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. <https://doi.org/10.1021/acsomega.9b04213>.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN A

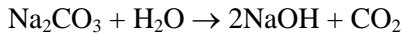
Perhitungan Komposisi Sampel

Massa Target = 5 gram

Bahan baku :

1. Mr Na_2CO_3 = 106 gram/mol
2. Mr $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ = 199 gram/mol
3. Mr $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ = 115 gram/mol
4. Mr HCl = 36,5 gram/mol
5. Mr H_2O = 18 gram/mol

1) Larutan 1



Mr NaFePO_4 = 619 gram/mol

- Menghitung jumlah mol NaFePO_4

$$\begin{aligned} n \text{ NaFePO}_4 &= \frac{\text{Massa target}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{5 \text{ gr}}{619 \text{ gr/mol}} \\ &= 0,0081 \text{ mol} \end{aligned}$$

- Menghitung massa Na_2CO_3

$$\begin{aligned} \text{massa Na}_2\text{CO}_3 &= \frac{\text{Massa target}}{\text{Mr NaFePO}_4} \times \text{Mr Na}_2\text{CO}_3 \\ &= \frac{5 \text{ gr}}{619 \text{ gr/mol}} \times 106 \text{ gr/mol} \\ &= 0,856 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Menghitung mol Na_2CO_3

$$\begin{aligned} n \text{ Na}_2\text{CO}_3 &= \text{massa Na}_2\text{CO}_3 \times \text{Mr Na}_2\text{CO}_3 \\ &= 0,856 \text{ gr} \times 106 \text{ gr/mol} \\ &= 0,0081 \text{ mol} \end{aligned}$$

- Menghitung mol H₂O

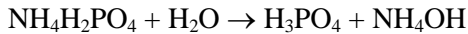
$$n \text{ H}_2\text{O} = \frac{\text{koef H}_2\text{O}}{\text{Koeff Na}_2\text{CO}_3} \times n \text{ Na}_2\text{CO}_3$$

$$= \frac{1}{1} \times 0,0081 \text{ mol} = 0,0081 \text{ mol}$$

- Menghitung volume H₂O

$$\begin{aligned} \text{massa H}_2\text{O} &= n \text{ H}_2\text{O} \times \text{Mr H}_2\text{O} \\ &= 0,008078 \text{ mol} \times 18 \text{ gr/mol} \\ &= 0,1454 \text{ gram} = 0,1454 \text{ ml} \end{aligned}$$

2) Larutan 2



$$\text{Mr NaFePO}_4 = 619 \text{ gram/mol}$$

- Menghitung jumlah mol NaFePO₄

$$\begin{aligned} n \text{ NaFePO}_4 &= \frac{\text{Massa target}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{5 \text{ gr}}{619 \text{ gr/mol}} \\ &= 0,0081 \text{ mol} \end{aligned}$$

- Menghitung massa NH₄H₂PO₄

$$\begin{aligned} \text{massa NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 &= \frac{\text{Massa target}}{\text{Mr NaFePO}_4} \times \text{Mr NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 \\ &= \frac{5 \text{ gr}}{619 \text{ gr/mol}} \times 115 \text{ gr/mol} \\ &= 0,929 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Menghitung mol NH₄H₂PO₄

$$n \text{ NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 = \text{massa NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 \times \text{Mr NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$$

$$= 0,929 \text{ gr} \times 115 \text{ gr/mol}$$

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

- Menghitung mol H₂O

$$n \text{ H}_2\text{O} = \frac{\text{koef H}_2\text{O}}{\text{Koeff NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4} \times n \text{ NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$$

$$= \frac{1}{1} \times 0,0081 \text{ mol} = 0,0081 \text{ mol}$$

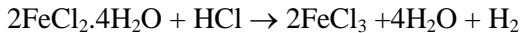
- Menghitung volume H₂O

$$\text{massa H}_2\text{O} = n \text{ H}_2\text{O} \times \text{Mr H}_2\text{O}$$

$$= 0,008078 \text{ mol} \times 18 \text{ gr/mol}$$

$$= 0,1454 \text{ gram} = 0,1454 \text{ ml}$$

3) Larutan 3



$$\text{Mr NaFePO}_4 = 619 \text{ gram/mol}$$

- Menghitung jumlah mol NaFePO₄

$$n \text{ NaFePO}_4 = \frac{\text{Massa target}}{\text{Mr}}$$

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

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

- Menghitung massa 2FeCl₂·4H₂O

$$\text{massa } 2\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{Massa target}}{\text{Mr NaFePO}_4} \times \text{Mr } 2\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$$

$$= \frac{5 \text{ gr}}{619 \text{ gr/mol}} \times 199 \text{ gr/mol}$$

$$= 3,215 \text{ gram}$$

- Menghitung mol $2\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

$$n_{2\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}$$

$$= \frac{\text{massa } 2\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr } 2\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}$$

$$= \frac{3,215 \text{ gr}}{199 \text{ gr/mol}}$$

$$= 0,0161 \text{ mol}$$

- Menghitung mol HCl

$$n_{\text{HCl}} = \frac{\text{koef HCl}}{\text{Koeff } 2\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}} \times n_{2\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}$$

$$= \frac{2}{2} \times 0,0161 \text{ mol} = 0,0161 \text{ mol}$$

- Menghitung volume HCl

$$\text{massa HCl} = n_{\text{HCl}} \times \text{Mr HCl}$$

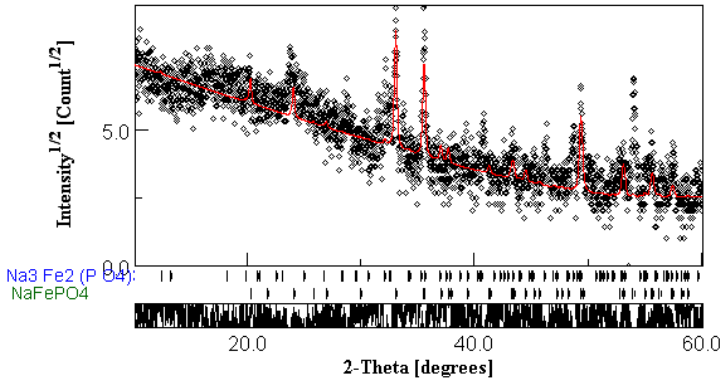
$$= 0,0161 \text{ mol} \times 36,5 \text{ gr/mol}$$

$$= 0,5876 \text{ gram} = 0,496 \text{ ml}$$

LAMPIRAN B

Hasil Software MAUD X-Ray Diffraction (XRD) dari Material Katoda NaFePO₄

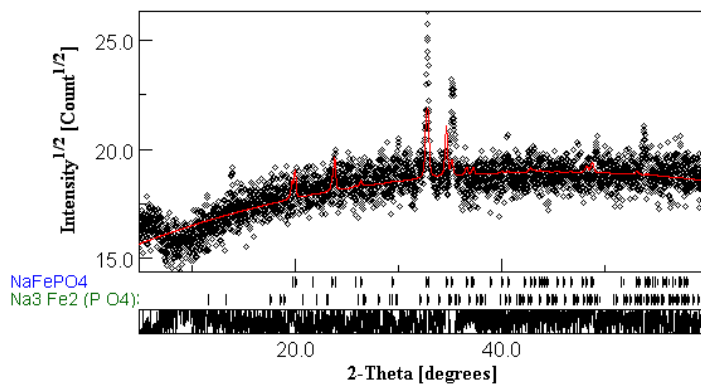
A. Hasil MAUD NFP Argon 800°C



Parameter Kecocokan

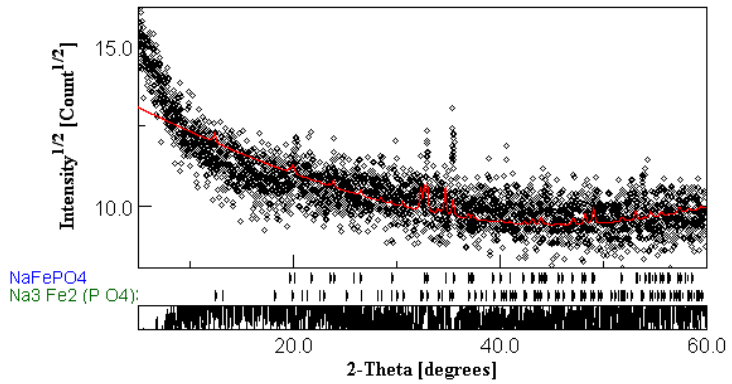
sig	1,3602
Rb (%)	20,5959
Rwp (%)	27,6822
Rexp (%)	20,3512
Rwpnb1 (%)	72,3128
Rwpnb2 (%)	88.3457

B. Hasil MAUD NFP Argon 750°C

**Parameter Kecocokan**

sig	1,3562
Rb (%)	5,6453
Rwp (%)	7,4111
Rexp (%)	5,4645
Rwpnb1 (%)	33,7886
Rwpnb2 (%)	15,8019

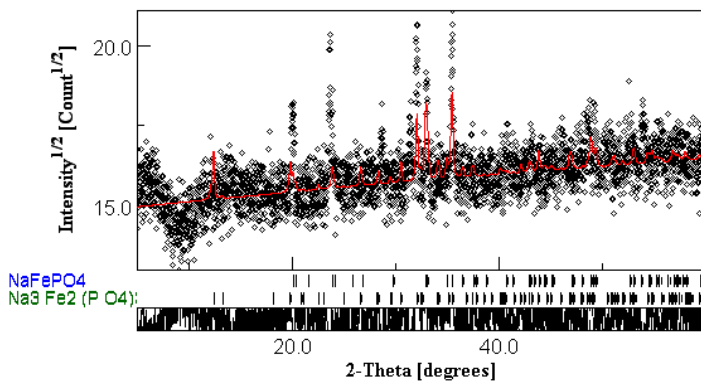
C. Hasil MAUD NFP Tanpa Argon 850°C



Parameter Kecocokan

sig	1,3347
Rb (%)	9,92681
Rwp (%)	12,5815
Rexp (%)	9,4262
Rwpnb1 (%)	44,5893
Rwpnb2 (%)	22,0904

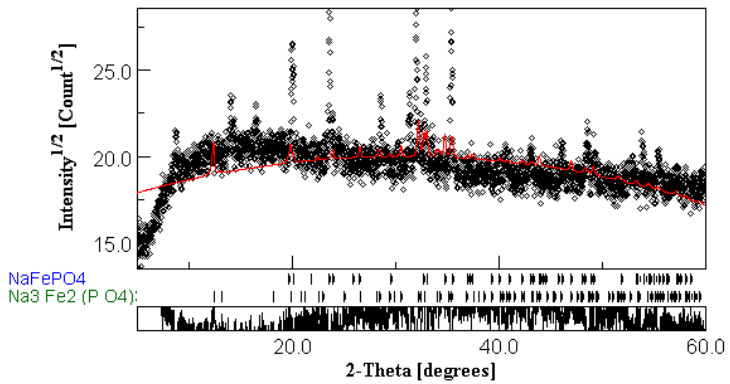
D. Hasil MAUD NFP Tanpa Argon 800°C



Parameter Kecocokan

sig	1,3620
Rb (%)	6,5905
Rwp (%)	8,5351
Rexp (%)	6,2645
Rwpnb1 (%)	33,6908
Rwpnb2 (%)	16,8149

E. Hasil MAUD NFP Tanpa Argon 750°C



Parameter Kecocokan

sig	2,5349
Rb (%)	9,6483
Rwp (%)	13,05452
Rexp (%)	5,1499
Rwpnb1 (%)	51,19845
Rwpnb2 (%)	31,23753

Berikut merupakan CIF File fasa Na₃Fe₂P₃O₁₂

```

#-----#
----#$Date: 2015-10-05 13:30:47 +0300 (Mon, 05 Oct 2015)
#$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 NaFePO₄

```

#-----
----#$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_diffraction_id

11T18:29|NAFEP2O7_H_01|Chris_Ling|PD@AS

2013-07-

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Rima Feisy Azmi, lahir di Gresik 30 Juli 1997. Penulis mengenyam pendidikan wajib di SDN 2 Sidokumpul Gresik, SMPN 3 Gresik, dan SMAN 1 Kebomas.

Setelah lulus SMA pada tahun 2016 penulis melanjutkan studi di Institut Teknologi Sepuluh Nopember program studi S1 Fisika melalui jalur SNMPTN. Selama menempuh perkuliahan, penulis mengambil bidang minat di fisika material. Dalam kesehariannya diluar kegiatan kuliah, penulis lebih banyak terjun di Organisasi-organisasi kampus. Tahun pertama pada masa perkuliahan, penulis bergelut di bidang kepanitiaan baik tingkat Institut, fakultas, maupun jurusan. Pada tahun kedua bergelut di bidang *Technopreneur* hingga menjadi staff departemen Perekonomian BEM ITS kabinet Gelora Aksi dan merangkap menjadi staff Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa (PSDM) Himasika ITS kabinet Ksatria. Pada tahun ketiga penulis lanjut di BEM ITS menjadi sekretaris menteri BEM ITS kabinet Kolaborasi. 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 MgB_2 . Kritik dan saran dalam penulisan dan konten pada laporan ini dapat dikirim melalui surat elektronik pada : rimafeisy97@gmail.com