

**PENGARUH VARIASI KOMPOSISI GRAFIT DAN *POLYANION* Na₂FeSiO₄
BERBASIS SILIKA SEKAM PADI PADA SUHU *SINTERING* 800 °C
TERHADAP FASA KRISTAL DAN SIFAT LISTRIK DALAM
PEMBENTUKAN KATODE *SODIUM ION BATTERIES* (SIBs)**

(Skripsi)

Oleh

SUTIARNO



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI KOMPOSISI GRAFIT DAN *POLYANION* Na₂FeSiO₄ BERBASIS SILIKA SEKAM PADI PADA SUHU *SINTERING* 800 °C TERHADAP FASA KRISTAL DAN SIFAT LISTRIK DALAM PEMBENTUKAN KATODE *SODIUM ION BATTERIES* (SIBs)

Oleh

SUTIARNO

Pembuatan katode *Sodium ion Batteries* (SIBs) dari bahan grafit dan Na₂FeSiO₄ berbasis silika sekam padi telah dilakukan. Silika pada penelitian ini diekstrak menggunakan metode sol-gel. Bahan tersebut dicampur dengan NaOH, Fe(NO₃)₃.9H₂O yang diikat oleh C₆H₈O₇.H₂O yang dilarutkan dengan H₂O untuk membentuk senyawa Na₂FeSiO₄ dengan menggunakan metode sol-gel. Senyawa Na₂FeSiO₄ yang dihasilkan disintering menggunakan suhu 800 °C dengan waktu tahan 10 jam. Kemudian, senyawa Na₂FeSiO₄ dan grafit divariasikan komposisi yang diikat oleh polimer berupa CMC yang dilarutkan dengan *N-Methylpyrrolidine* dan dikeringkan T=120 °C selama = 1 jam. Lalu, sampel dianalisis menggunakan FTIR, XRD, UV-Vis DRS, dan LCR Meter. Senyawa Na₂FeSiO₄ pada sampel dicirikan dengan keberadaan gugus Na-O, Fe-O, Si-O, dan seiring penambahan grafit pada sampel terdapat pergeseran gugus C=C di area bilangan gelombang 1580-1595 cm⁻¹. Kemudian, hasil analisis fasa menunjukkan adanya 4 fasa kristal yang terbentuk yaitu Na₂FeSiO₄, Na₂SiO₃, SiO₂ dan grafit. Seiring penambahan grafit pada sampel terdapat kenaikan nilai intensitas fasa grafit di 2θ=26,56° pada difraktogram. Banyaknya komposisi grafit pada sampel berhasil menurunkan nilai energi *band gap* dengan nilai hasil pengujian berturut-turut 2,25; 1,84; 1,70; dan 1,69 eV. Lalu, berdasarkan hasil pengujian nilai konduktivitas listrik pada sampel katode termasuk ke dalam bahan semikonduktor dengan nilai pengujian mencapai 10⁻² S/m.

Kata Kunci : Energi *band gap*, gugus fungsi, konduktivitas listrik, Na₂FeSiO₄, silika sekam padi, struktur kristal, grafit, CMC.

ABSTRACT

EFFECT OF VARIATIONS IN THE COMPOSITION OF GRAPHITE AND POLYANION $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ SILICA-BASED RICE HUSKS AT A SINTERING TEMPERATURE OF $800\text{ }^\circ\text{C}$ ON THE CRYSTAL PHASE AND ELECTRICAL PROPERTIES IN THE FORMATION OF CATHODES OF SODIUM ION BATTERIES (SIBs)

By

SUTIARNO

The Synthesis of Sodium-ion Batteries (SIBs) cathodes from graphite and $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ materials based on rice husks was successfully carried out. Silica in this study was obtained from rice husks extracted using the sol-gel method. Then, the extracted silica was mixed with NaOH, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ bound by $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ to form The $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ compound by using sol-gel method. Then, the $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ compound was sintered at a temperature of $800\text{ }^\circ\text{C}$ with a lasting time of 10 hours. After that, $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ and graphite compounds were varied in composition that bound by a polymer in the form of CMC. The dissolved with N-Methylpyrrolidine and dried at $T=120\text{ }^\circ\text{C}$ for = 1 hour. The resulting cathode sample was analyzed using FTIR, XRD, UV-Vis DRS, and LCR Meter. The Compound $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ in the sample was characterized by the presence of the Na-O, Fe-O, and Si-O groups, and in line with the addition of graphite to the sample there was a shift of the C = C group in the area of the wave number $1580\text{-}1595\text{ cm}^{-1}$. Then, the results of phase analysis show that there were 4 phase crystals formed, namely $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, Na_2SiO_3 , SiO_2 and graphite. In line with the addition of graphite to the sample, there was an increase in the value of the graphite phase intensity at $2\theta=26.56^\circ$ on the diffractogram. A large amount of graphite composition in the sample managed to reduce the energy value of the band gap with a successive test result value of 2.25; 1.84; 1.70; and 1.69 eV. Then, based on the test results, the electrical conductivity value in the cathode sample was included in the semiconductor material with a test value of up to 10^{-2} S/m .

Keywords : Band gap energy, functional groups, electrical conductivity, $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, graphite, CMC, rice husk silica, crystal structure.

**PENGARUH VARIASI KOMPOSISI GRAFIT DAN *POLYANION* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$
BERBASIS SILIKA SEKAM PADI PADA SUHU *SINTERING* $800\text{ }^\circ\text{C}$
TERHADAP FASA KRISTAL DAN SIFAT LISTRIK DALAM
PEMBENTUKAN KATODE *SODIUM ION BATTERIES* (SIBs)**

Oleh

SUTIARNO

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS

Pada

Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung



JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022

Judul Skripsi : **Pengaruh Variasi Komposisi Grafit dan Polyanion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ Berbasis Silika Sekam Padi pada Suhu *Sintering* 800 °C terhadap Fasa Kristal dan Sifat Listrik dalam Pembentukan Katode *Sodium Ion Batteries* (SIBs)**

Nama Mahasiswa : SUTIARNO

Nomor Pokok Mahasiswa : 1717041034

Program Studi : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



1. Komisi Pembimbing

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Drs. Syafriadi, M.Si.
NIP. 19610821 199203 1 002

Agus Riyanto, S.Si, M.Sc.
NIP. 19860822 201504 1 002

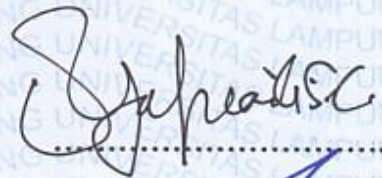
2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

Gurum Ahmad Fauzi, S.Si., M.T.
NIP. 19801010 200501 1 002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

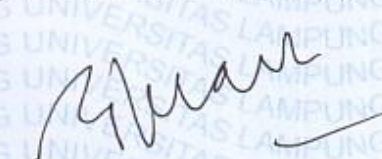
Ketua : Drs. Syafriadi, M.Si.



Sekretaris : Agus Riyanto, S.Si., M.Sc.



Penguji Bukan Pembimbing : Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Supto Dwi Yuwono, M.T.
NIP. 197407052000031001



Tanggal Lulus Ujian : 11 Juli 2022

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain dan sepengetahuan saya tidak ada karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis yang diacu dalam naskah ini sebagaimana yang telah disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila ada pernyataan saya yang tidak benar, maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukuman yang berlaku .

Bandar Lampung, 29 Juli 2022



Sutiarno
NPM.1717041034

DAFTAR RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Sutiarno dilahirkan di Tanggamus pada tanggal 31 Agustus 1998 sebagai anak kedua dari tiga bersaudara. Penulis lahir dari pasangan Bapak Warsudi dan Ibu Sumarni yang tinggal di daerah Sumur Tujuh, Kecamatan Wonosobo, Kabupaten Tanggamus. Penulis menempuh pendidikan Sekolah Dasar di SDN 1 Sumur Tujuh pada tahun 2005-2014, dan melanjutkan pendidikan menengah pertama di MTSN 1 Tanggamus pada tahun 2011-2014. Lalu, pendidikan tingkat menengah di SMAN 1 Kota Agung pada Tahun 2014-2017. Penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung pada tahun 2017 melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi (SBMPTN). Selama menjalankan pendidikan di Universitas Lampung, penulis aktif dalam berorganisasi seperti menjadi Ketua Umum Rois FMIPA Unila 2019 dan Menjadi Ketua Komisi III DPM FMIPA Unila 2020. Penulis juga pernah berprestasi dalam ajang lomba karya tulis ilmiah yaitu sebagai Juara 3 Lomba Karya Tulis Alquran (LKTI-A) Mahasiswa Tingkat Nasional FPPI-FKIP Unila 2019, Juara Harapan 1 Lomba Essai Tingkat Nasional DINAMIKA XI Jurusan Fisika FMIPA Unila 2021. Penulis Juga pernah meraih dana hibah penelitian Kemendikbud-Ristek 2021 dalam Program Kreativitas Mahasiswa (PKM) Ke-34.

Penulis juga pernah meraih 2 kali penghargaan oleh dekan FMIPA Unila di Tahun 2019 dan 2021 sebagai mahasiswa berprestasi. Penulis juga pernah menjadi presenter Poster Ilmiah di Seminar Nasional Bersama FMIPA Unila 2021. Dalam bidang penulisan, penulis telah menerbitkan 2 artikel ilmiah dengan judul “Pengaruh Penambahan Tepung Umbi Porang dan Variasi Konsentrasi *Flavonoid* Kulit Nanas dalam Pembuatan *Biofoam*” dan “Pengaruh Variasi Ion Ag^+ Terhadap Pembentukan *Biofoam* Antibakteri Berbasis Pati Singkong Dan Serat Batang Jagung”. Selain itu, penulis juga pernah menulis laporan PKL di PT. Bukit Asam Tbk, pada awal tahun 2020 dengan judul “Hasil Pengujian Kadar Sulfur Batubara pada Sampel Bangko Barat (BB) 49 dan ACIRS G-8-2019 di PT Bukit Asam Tbk, Provinsi Lampung”. Penulis juga pernah mengikuti program magang di Laboratorium PT. Bukit Asam Tbk dan menjadi *Research Assistant* (RA) di Balai Penelitian Teknologi Mineral Badan Riset dan Inovasi Nasional (BPTM BRIN) tahun 2020 dengan *project* “sintesis Biodiesel dengan variasi katalis”. Selama menempuh pendidikan di tahun 2017-2021, Penulis memperoleh beasiswa Bidikmisi dari Kemendikbud-Ristek. Kemudian, di tahun 2020 penulis melaksanakan pengabdian kepada masyarakat dalam program Kuliah Kerja Nyata (KKN) unila Periode II tahun 2019 di Desa Sumur Tujuh, Kecamatan Wonosobo, Tanggamus.

MOTTO

“Menjadi pribadi yang terus belajar, berkembang, berinovasi, berkarya, dan bermanfaat untuk orang lain”

Setiap perjalanan hidup adalah karya yang akan dibaca dan dikenang oleh keluargamu, maka buatlah karya yang terbaik untuk menjadi referensi generasi mu di masa depan”

“Barangsiapa menuntut ilmu supaya dapat menyaingi para cendikiawan, supaya dihormati dan untuk menarik simpati orang banyak, maka dia akan dicampakkan oleh Allah ke dalam neraka jahannam”.

(H.R Imam Ibnu Majah)

PERSEMBAHAN

Puji Syukur saya panjatkan kehadirat Allah Subhana wa ta'ala atas segala nikmatnya kepada saya dan karya ini saya persembahkan kepada:

Orang Tuaku

Ayahanda Warsudi dan Ibunda Sumarni

(Orang tua yang selalu memberi dukungan berupa doa, kasih sayang, dan materi untuk pendidikan ku. Saya ucapkan terimakasih juga kepada adik dan kakak saya atas segala dukungan dan doa dalam segala langkahku).

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah subhana wa ta'ala atas segala kenikmatan iman, kenikmatan islam, dan kenikmatan kesehatan jasmani maupun rohani sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi Komposisi Grafit dan *Polyanion* Na₂FeSiO₄ Berbasis Silika Sekam Padi pada Suhu *Sintering* 800⁰ terhadap Fasa Kristal dan Sifat Listrik dalam Pembentukan Katode *Sodium Ion Batteries* (SIBs)”** yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada bidang Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Dalam menyusun karya ilmiah ini penulis sadar bahwa terdapat banyak kekurangan dalam proses penyusunan. Maka, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak untuk selalu melakukan proses penyempurnaan dalam penulisan. Diharapkan dengan adanya penelitian dan penyusunan karya ilmiah ini dapat menjadi rujukan sebagai informasi ilmiah dan memotivasi untuk melakukan penelitian yang lebih baik lagi.

Bandar Lampung, 29 Juli 2022

Sutiarno

SANWACANA

Puji syukur atas kehadiran Allah subhana wata'ala atas segala kenikmatan yang telah dilimpahkan kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi Komposisi Grafit dan *Polyanion* Na₂FeSiO₄ Berbasis Silika Sekam Padi pada Suhu *Sintering* 800 °C terhadap Fasa Kristal dan Sifat Listrik dalam Pembentukan Katode *Sodium Ion Batteries* (SIBs)”**. Skripsi tersebut dibuat penulis untuk menjadi syarat dalam memperoleh gelar Sarjana Sains di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung. Dalam proses penyusunan skripsi tersebut penulis banyak dibantu oleh banyak pihak baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada :

1. Drs. Syafriadi, S.Si., M.Si. Selaku pembimbing utama yang telah memberikan banyak saran dan mengajarkan cara penulisan yang baik dan benar selama proses penulisan skripsi ini;
2. Agus Riyanto, S.Si., M.Sc. Selaku dosen pembimbing kedua dan selaku mentor penulis di kampus yang mengajarkan banyak penulisan, berpikir ilmiah, dan menjadi saintis yang beretika dengan segala pengalaman, motivasi, dan ilmu dari beliau;

3. Drs. Pulung Karo Karo, M.Si. Selaku Dosen Pembahas yang telah memberikan saran dan masukan dalam penulisan skripsi agar menjadi lebih baik lagi;
4. Bapak Warsudi dan Ibu Sumarni atas segala dukungan doa, nasehat, dan materil sehingga penulis mampu menyelesaikan pendidikan di Universitas Lampung;
5. Kepada mendiang Prof. Simon Sembiring, Ph.D. dan Prof. Drs. Posman Manurung, Ph.D. Selaku dosen pembimbing Akademik yang telah memberikan masukan dan saran saat penulis menempuh pendidikan di Universitas Lampung;
6. Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T. Selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung;
7. Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si. Selaku Sekretaris Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung;
8. Bapak dan ibu dosen di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung atas segala pengalaman dan ilmu yang telah diberikan kepada penulis selama menempuh pendidikan di Universitas Lampung;
9. Pariaman, Galang, Silvi, Wulan, Nindia, Tiara, Chandra, Sayyidah yang terlibat dalam penelitian $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan *Biofoam*;
10. Sumarji dan Ahmad Angga Firdaus selaku kakak dan adik penulis yang telah memberi dukungan dan semangat; dan
11. Serta seluruh tim seperjuangan Fisika angkatan 2017. Doa terbaik buat kalian semua.

Serta seluruh pihak yang terlibat yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu. Semoga kebaikan dan kebermanfaatan setiap langkah mereka semua yang telah membantu penulisan skripsi ini.

Bandar Lampung, 29 Juli 2022

Sutiarno

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iii
HALAMAN PENGESAHAN	v
PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
MOTTO	ix
PERSEMBAHAN	x
KATA PENGANTAR	xi
SANWACANA	xii
DAFTAR ISI	xiv
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR TABEL	xviii
I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	4
1.3. Tujuan Penelitian	5

1.4. Batasan Masalah	5
1.5. Manfaat Penelitian	7
II. TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1. <i>Sodium Ion Batteries</i> (SIBs)	8
2.2. Silika	9
2.3. Natrium Hidroksida (NaOH)	15
2.4. <i>Polyanion</i> Na ₂ FeSiO ₄	16
2.5. Grafit	20
2.6. <i>Carboxymethyl Cellulose</i> (CMC)	22
2.7. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FT-IR)	24
2.8. Konduktivitas Listrik	26
2.9. <i>Ultraviolet Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (Uv-Vis DRS)	28
2.10. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	30
III. METODOLOGI PENELITIAN	36
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	36
3.2. Alat dan Bahan	36
3.3. Prosedur Penelitian	38
3.3.1. Preparasi Sekam Padi	38
3.3.2. Ekstraksi Silika Sekam Padi	38
3.3.3. Sintesis Na ₂ FeSiO ₄	39
3.3.4. <i>Sintering</i>	40
3.3.5. Sintesis Katode dan Peletisasi	40
3.4. Karakterisasi	41
3.4.1. Analisis Gugus Fungsi	41
3.4.2. Analisis Fasa Kristal	42
3.4.3. Analisis Energi <i>Band Gap</i>	42
3.4.4. Analisis Konduktivitas Listrik	42
3.5. Diagram Alir Percobaan	43

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	46
4.1. Pengaruh Variasi Komposisi Na ₂ FeSiO ₄ dan Grafit terhadap Gugus Fungsi, Struktur Kristal, Energi <i>Band Gap</i> , dan Konduktivitas Listrik	46
4.1.1. Pengaruh Variasi Komposisi Na ₂ FeSiO ₄ dan Grafit terhadap Gugus Fungsi	46
4.1.2. Pengaruh Variasi Komposisi Na ₂ FeSiO ₄ dan Grafit terhadap Fasa Kristal	50
4.1.3. Pengaruh Variasi Komposisi Na ₂ FeSiO ₄ dan Grafit terhadap Energi <i>Band Gap</i> dan Konduktivitas Listrik.....	54
4.2. Pengaruh Variasi Komposisi Na ₂ FeSiO ₄ dan Grafit terhadap Hubungan antara Gugus Fungsi, Struktur Kristal, Energi <i>Band Gap</i> , dan Konduktivitas Listrik.....	60
4.2.1. Hubungan antara Gugus Fungsi dan Fasa Kristal akibat Pengaruh Variasi Komposisi Na ₂ FeSiO ₄ dan Grafit.....	60
4.2.2. Hubungan antara Fasa Kristal dengan Energi <i>Band Gap</i> dan Konduktivitas Listrik akibat Pengaruh Variasi Komposisi Na ₂ FeSiO ₄ dan Grafit.....	61
4.2.3 Hubungan antara Gugus Fungsi dengan Energi <i>Band Gap</i> dan Konduktivitas Listrik akibat Pengaruh Variasi Komposisi Na ₂ FeSiO ₄ dan Grafit.....	62
V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	63
5.1 Kesimpulan.....	63
5.2. Saran	64

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

2.1. Tetrahedral Silika	10
2.2. Struktur Silika <i>Amorf</i>	13
2.3. Struktur Kristal NaOH	15
2.4. Struktur Unit Sel Na ₂ FeSiO ₄	18
2.5. Struktur <i>Polymorf</i> Kristal Na ₂ FeSiO ₄	18
2.6. Struktur Kristal Grafit	21
2.7. Struktur CMC	22
2.8. Kurva Perbandingan Proses Charge/Discharge elektrode Li ₄ Ti ₅ O ₁₂ dengan <i>Binder</i> PVDF, Na-CMC, dan NaAlg	23
2.9. Skema Prinsip Kerja FT-IR	25
2.10. Skema Instrumentasi LCR Meter	27
2.11. Skema Instrumentasi Uv-Vis DRS	30
2.12. Skema Difraksi Sinar-X	31
2.13. Difraksi Sinar-X yang Dihamburkan Oleh Atom-Atom Kristal yang Berjarak <i>d</i>	32
2.14. Tampilan Umum <i>QualX</i>	34
2.15. Tampilan data POW_COD	35
3.1. Diagram Alir Ekstraksi Silika Sekam Padi	43
3.2. Diagram Alir Sintesis Na ₂ FeSiO ₄	44
3.3. Diagram Alir Preparasi Pembentukan Sampel Katode	45
4.1. Grafik FT-IR Katode Berbasis Na ₂ FeSiO ₄ dan Grafit	47
4.2. Difaktrogram XRD Sampel Katode Berbasis Na ₂ FeSiO ₄ dan Grafit	51

4.3. Tampilan Pencocokan data <i>experiment</i> dengan <i>Database</i> di <i>Software</i> <i>QualX</i> Senyawa $\text{Na}_2\text{CaSiO}_4$	52
4.4. Tampilan Pencocokan data <i>experiment</i> dengan <i>Database</i> di <i>Software</i> <i>QualX</i> Senyawa Na_2SiO_3	52
4.5. Tampilan Pencocokan data <i>experiment</i> dengan <i>Database</i> di <i>Software</i> <i>QualX</i> Senyawa SiO_2	53
4.6. Tampilan Pencocokan data <i>experiment</i> dengan <i>Database</i> di <i>Software</i> <i>QualX</i> Senyawa Grafit.....	53
4.7. Plot <i>Tauc</i> Energi <i>Band Gap</i>	55
4.8. Data Pengujian Konduktivitas Listrik pada Frekuensi 1-10.000 Hz.....	57
4.9. Data Pengujian Konduktivitas Listrik Katode pada Frekuensi 50-60 Hz.....	57

DAFTAR TABEL

2.1. Sifat Fisik Silika.....	10
2.2. Bentuk Kristal Silika.....	11
2.3. Komposisi Silika Sekam Padi	12
2.4. Komposisi Kimia Abu Sekam Padi	12
2.5. Sifat Fisik dari NaOH.....	16
2.6. Data Interpretasi Spektrum IR pada Senyawa CMC.....	23
3.1. Bahan-bahan Penelitian.....	37
3.2. Alat-alat Penelitian.....	37
3.3. Alat Uji Karakterisasi Penelitian.....	38
3.4. Variasi Komposisi Sampel.....	41
4.1. Data Hasil Interpretasi Spektrum IR.....	50
4.3. Nilai Energi <i>Band Gap</i> pada Sampel Katode.....	56

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Baterai adalah perangkat penyimpanan yang mengubah energi kimia menjadi energi listrik yang tersusun oleh material aktif melalui proses elektrokimia yaitu oksidasi-reduksi. Proses elektrokimia pada baterai terjadi secara *reversible* yang memiliki efisiensi yang tinggi. Baterai tersusun atas beberapa bagian seperti katode, anode, elektrolit, dan separator (Linden *et al.*, 1995). Salah satu komponen yang menentukan kualitas baterai adalah katode. Katode dikembangkan sedemikian rupa sehingga dapat memenuhi permintaan seperti kerapatan energi yang tinggi, biaya yang lebih murah, dan ramah lingkungan (Chen *et al.*, 2019).

Bahan katode yang paling banyak digunakan dan dikembangkan saat ini adalah senyawa *polyanion* (A_xMYO_4 dengan $A=Li, Na$; $M=Co, Fe, Mn$; $X=1,2$; $Y=Ge, F, P, Si$). Alasan pengembangan bahan *polyanion* ini adalah material tersebut memiliki konduktivitas ionik yang tinggi (Yang *et al.*, 2014). Salah satu bahan *polyanion* yang paling banyak dikembangkan adalah *Lithium Ion Batteries* (LIBs). Katode ini mempunyai pengaruh besar dalam perubahan dalam dunia modern. Salah satu jenis Li-ion baterai yang masih terus dikembangkan saat ini adalah Li_2FeSiO_4

yang termasuk jenis orthosilikat. Silika (SiO_2) digunakan sebagai penopang struktur sehingga memiliki kestabilan termal yang baik. Menurut Yang *et al* (2014), material tersebut dapat menghasilkan kapasitas mencapai 330 mAhg^{-1} dan memiliki stabilitas kimia yang baik (Wu *et al.*, 2009). Namun, katode ini juga memiliki banyak kekurangan seperti keterbatasan bahan baku Li dan harga yang mahal, serta material sulit mentransfer dua elektron pada reaksi redoks $\text{Fe}^{3+} \parallel \text{Fe}^{4+}$, sehingga membutuhkan tegangan operasi yang tinggi (Domplabo *et al.*, 2010; zhang *al.*, 2012). Akibat dari kelemahan yang ada pada katode ini, maka peneliti mencoba untuk mengembangkan untuk mencari material yang memiliki kualitas lebih baik dari $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$.

Material katode yang masih terus dikembangkan saat ini adalah *Sodium-Ion Batteries* (SIBs). Material ini dipilih karena ketersediaan bahan baku berupa *sodium* (Na) yang melimpah, memiliki kemiripan karakter kimia dengan LIBs, ramah lingkungan, dan biaya yang murah. Posisi Na pada periodik unsur terletak di bawah Li yang memiliki sifat kimia yang hampir sama seperti muatan ionik, keelektronegatifan, dan reaksi elektrokimia. Salah satu komponen yang mulai dikenalkan dalam pembuatan material katode SIBs adalah *orthosilicate* ($\text{A}_2\text{M SiO}_4$ dengan $\text{A} = \text{Li, Na}$, $\text{M} = \text{Fe, Mn}$) (Li *et al*, 2016). Menurut Guan *et al* (2017), katode SIBs jenis tersebut yang terus dikembangkan saat ini terdiri dari 2 tipe yaitu melibatkan transisi oksida logam dan komponen *polyanion*. Jenis katode SIBs yang telah dibuat adalah $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang mampu melepaskan 2 ion Na^+ saat reaksi reduksi setiap unit formula (Bianchini *et al* .,2017). Kelebihan lain dari *polyanion* tersebut adalah konduktivitas ionik lebih tinggi dari pada $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$ dan memiliki sifat mekanik yang lebih baik (Zhu *et al* ., 2018).

Sintesis katode dari $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ pernah dilakukan oleh Guan *et al* (2017) berupa tipe katode koin. Senyawa tersebut dicampurkan dengan karbon (*Super-P*) sebagai material aditif dan *carboxymethylcellulose* (CMC) sebagai *binder* dengan perbandingan rasio berat 70:20:10 (*wt%*) yang dilarutkan dalam *N-methyl-2-pyrrolidone* (NMP). Hasilnya yaitu terdapat katode dengan fase murni $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ memiliki energi spesifik $181,0 \text{ mAhg}^{-1}$ pada rapat arus $27,6 \text{ mA/g}$ dengan efisiensi coulombic $\sim 100\%$, dan kapasitas penyimpanan 88% setelah 100 siklus. Hal tersebut disebabkan oleh morfologi jaringan ketika ditambahkan karbon dan stabilitas fase yang luar biasa. Namun, pengembangan penelitian katode $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ saat ini masih menggunakan sumber silika yang digunakan berasal dari TEOS. Menurut Agung *et al* (2013), bahan tersebut memiliki kekurangan yaitu tidak ramah lingkungan dan biaya lebih mahal. Sehingga diperlukan silika untuk bahan prekursor katode $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang dapat diperoleh dengan cara yang lebih mudah, biaya relatif murah, dan jumlah bahan baku yang lebih besar.

Amalia (2019), telah berhasil menyintesis bahan material $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan memanfaatkan silika dari sekam padi. Sampel tersebut, disintesis dengan metode sol-gel dari prekursor NaOH $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, silika dari sekam padi, dan $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan 2:1:1:1 (*wt%*). Untuk mendapatkan kemurnian fase kristalin dari $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, ia menggunakan metode *sintering* pada suhu $800 \text{ }^\circ\text{C}$. Pada penelitian tersebut dijelaskan bahwa tingkat kemurnian fase kristal $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ mencapai $88,88\%$, nilai konduktivitas listrik yaitu $5,49 \times 10^{-5} - 5,54 \times 10^{-5} \text{ S/m}$. Material tersebut dalam aplikasinya sebagai bahan katode, maka diperlukan bahan aditif yaitu berupa karbon yang berfungsi untuk meningkatkan nilai konduktivitas listrik dari produk

katode yang dihasilkan. Material karbon dipilih sebagai bahan aditif karena memiliki nilai konduktivitas listrik yang tinggi seperti grafit dengan nilai konduktivitas mencapai $\sim 10^4$ S/m (Chung, 2002).

Berdasarkan dari penelitian yang dilakukan oleh Guan *et al* (2017), Amalia (2019), dan potensi grafit sebagai material aditif maka dilakukan penelitian sintesis katode dari senyawa komposit $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ berbasis silika dari sekam padi. Pada penelitian ini akan digunakan senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan suhu *sintering* 800 °C yang akan dicampur dengan yang akan diikat oleh polimer berupa *carboxylmetil cellulose* (CMC). Sampel akan divariasikan sampel A ((90:0:10) wt%), sampel B ((80:10:10) wt%), sampel C ((75:15:10) wt%), sampel D ((70:20:10) wt%) yang dilarutkan ke dalam pelarut organik berupa *N-methyl Pyrolidine* (NMP) dengan perbandingan pelarut dengan padatan sampel tersebut 1: 0,5 (w/v). Sampel yang dihasilkan dibentuk serbuk untuk dikarakterisasikan dan dibentuk *pellet* untuk diuji.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi komposisi *polyanion* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan *grafit* terhadap energi *band gap*, konduktivitas listrik, gugus fungsi, dan struktur kristal dalam pembentukan katode SIBs?
2. Bagaimana korelasi antara variasi komposisi *polyanion* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan *grafit* terhadap energi *band gap*, konduktivitas listrik, gugus fungsi, dan struktur kristal dalam pembentukan katode SIBs?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh komposisi *polyanion* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan grafit terhadap gugus fungsi, struktur kristal, energi *band gap*, dan konduktivitas listrik dalam pembentukan katode SIBs?
2. Mengetahui korelasi antara variasi komposisi *polyanion* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan grafit terhadap gugus fungsi, struktur kristal, energi *band gap*, dan konduktivitas listrik dalam pembentukan katode SIBs?

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. NaOH (*analysis*), HNO_3 (*analysis*), grafit (*analysis*), CMC (*analysis*), *N-methyl Pyrolidine* (NMP) (*analysis*), *Iron (III) nitrate nanohydrate* (*analysis*);
2. Ekstraksi silika dari sekam padi menggunakan teknik *solgel* dengan 10% NaOH dan 1,5% HNO_3 ;
3. Sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ menggunakan metode *refluks*;
4. Sampel struktur komposisi komposit $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ *disinter* pada suhu 800 °C dengan kenaikan suhu 3 °C/menit dimulai suhu ruang dan waktu tahan 10 jam;
5. Variasi komposisi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, grafit, dan CMC berturut-turut adalah sampel A ((90:0:10) *wt%*), sampel B ((80:10:10) *wt%*), sampel C ((75:15:10)*wt%*), sampel D ((70:20:10) *wt%*) yang dilarutkan ke dalam pelarut organik berupa *N-*

methyl Pyrolidine (NMP) dengan perbandingan pelarut dengan padatan sampel tersebut 1: 0,5 (b/v);

6. Karakterisasi struktur kristal pada sampel katode digunakan XRD (*MiniFlex*) HyPix-400 MF (2D HPAD) *detector* pada rentang sudut 2θ dari 3° hingga 90° yang di *coupling* dengan aplikasi *Qual-X* dan metode *reitveld*;
7. Pengujian konduktivitas listrik pada sampel katode digunakan LCR meter KW pada frekuensi 1 Hz hingga 100 kHz;
8. Analisis gugus fungsi pada sampel katode digunakan FT-IR rentang panjang gelombang $650 - 4000 \text{ cm}^{-1}$;
9. Analisis energi *band gap* pada sampel katode digunakan Uv-Vis DRS SPECORD 210 PLUS - 223F1936C dengan rentang panjang gelombang 185 – 1100 nm;
10. Penelitian dilakukan pada bulan 19 Desember 2021- 19 Januari 2021;
11. Pembentukan dan pengujian konduktivitas listrik sampel katode dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung;
12. Karakterisasi XRD sampel katode dilakukan di PT Green Lab, Bandung; dan
13. Pengujian Uv-Vis DRS di Laboratorium Kimia Analitik Universitas Negeri Padang.

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat yang akan diperoleh dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh perlakuan komposisi katode *battery* berbahan grafit, polimer, dan komposit *polyanion* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ berbasis silika sekam padi meliputi fasa kristal, gugus Fungsi, energi *band gap*, dan konduktivitas listrik.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. *Sodium Ion Batteries* (SIBs)

Sodium Ion Battery (SIB) adalah perangkat penyimpanan terbarukan yang lebih ramah lingkungan dan ketersediaan yang melimpah sebagai pengganti dari *Lithium-Ion Batteries* (LIBs). Reaksi *Sodium Ion Batteries* (SIBs) memiliki sifat elektrokimia yang sama dengan *Lithium-Ion Batteries* (LIBs) dan mempunyai siklus hidup yang panjang (Fang *et al.*, 2016). Hal tersebut sangat dipengaruhi oleh elektrode di dalam SIBs yang digunakan. Kunci dalam keberhasilan dalam membuat elektrode baterai adalah kapasitas penyimpanan dan tegangan yang tinggi. Usaha dalam mengembangkan SIBs sebagai bahan elektrode baterai khususnya pada sintesis katode terus dikembangkan. Jenis katode berbasis *Sodium-Ion Battery* (SIBs) seperti *ferrocyanides* (Fang *et al.*, 2018), senyawa *polyanion*, dan oksida logam transisi (Han *et al.*, 2015).

Salah satu jenis katode *Sodium-Ion Batteries* (SIBs) yang masih dikembangkan sampai saat ini adalah senyawa *polyanion*. Katode tersebut memiliki kerangka 3 dimensi yang disusun dari ikatan kovalen yang sangat kuat sehingga memiliki stabilitas struktur yang tinggi. Katode ini juga memiliki koefisien difusi Na^+ yang tinggi, volume ekspansi rendah, dan transisi fasa lebih sedikit saat penyisipan

dan ekstraksi Na^+ (Fang *et al.*, 2017). Hal tersebut membuat katode tipe ini terus dikembangkan dan memiliki prospek yang baik di masa depan. Katode tersebut memiliki struktur material *polyhedral* MO_x [M = Fe, Mn, Co, V, Ti, Cr] dan kelompok anion $(\text{XO}_4)^{n-}$ [X= B, P, S, Si] yang dihubungkan oleh sudut atau berbagi tepi yang teratur (You *et al.*, 2018; Ni *et al.*, 2017). Kombinasi antara substitusi logam transisi dan senyawa anion digunakan untuk meningkatkan potensial *redox* dan nilai keelektronegatifan pada katode *polyanion* tersebut. Logam transisi berupa $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ banyak digunakan karena memiliki kemampuan untuk melakukan reaksi *redox* pada tegangan yang rendah, biaya yang murah, merupakan unsur yang ramah lingkungan (Fang *et al.*, 2018). Kemudian, senyawa anion berupa $[\text{SiO}_4]^{4-}$ memiliki nilai keelektronegatifan lebih rendah dari pada senyawa anion $[\text{CO}_3]^{2-} < [\text{PO}_4]^{3-} < \text{F}^- < [\text{P}_2\text{O}_7]^{4-} < [\text{SO}_4]^{2-}$ (Huangxu *et al.*, 2020; Tereshchenko *et al.*, 2018).

2.2. Silika

Senyawa silika memiliki rumus molekul berupa SiO_2 (*Silicon dioxide*). Senyawa tersebut banyak terdapat mineral alam seperti kuarsa, granit, dan felspar (Bragman *et al.*, 2006). Kemudian silika juga dapat diperoleh dari bahan nabati seperti sekam padi, tongkol jagung, dan daun bambu (Monalisa, 2013). Silika memiliki karakteristik secara fisik seperti pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Sifat Fisik Silika (Surdia dan Saito, 2000)

Nama IUPAC	Silikon dioksida
Rumus Molekul	SiO ₂
Berat Jenis (g/cm ³)	2,6
Bentuk	Padat
Titik Cair	1610
Titik Didih	2230
Koordinasi Geometri	<i>Tetrahedral</i>

Silika merupakan senyawa hasil polimerisasi asam silikat yang tersusun rantai satuan SiO₄. Silika memiliki sisi tetrahedral dengan empat oksigen terikat pada secara tetrahedral dengan empat atom oksigen terikat dengan Si berada pada di pusat atom yang terikat secara kovalen (Van dkk, 1992). Untuk mengetahui lebih jelas tentang ikatan tetrahedral silika dapat dilihat di Gambar 2.1.

**Gambar 2.1.** *Tetrahedral* Silika (Anonim, 2013)

Struktur kristal silika memiliki beberapa bentuk seperti *quartz*, *crystabolute*, dan *trydimite*. Kristal silika *quartz* akan terbentuk dengan pembakaran silika pada suhu 570 - 870 °C dan mengalami perubahan struktur apabila dibakar pada suhu 870 - 1470 °C menjadi bentuk kristal *crystabolute*, dan *trydimite*. Kemudian, bila silika dibakar pada suhu 1723 °C maka akan terbentuk silika cair (Smallman *et al.*, 1999).

Untuk lebih jelas mengenai karakteristik masing-masing bentuk kristal tersebut dapat dilihat pada Tabel 2.2

Tabel 2.2. Bentuk Kristal Silika (Smallman and Bishop, 2000)

Bentuk	Rentang Stabilitas (°C)	Modifikasi
Kuarsa	<870	β -(heksagonal) α -(trigonal)
Tridimit	870-1470	β -(heksagonal) α -(ortorombik)
Kristobalit	1470-1723	β -(Kubik) α -(tetragonal)

Salah satu bahan alam yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber silika adalah sekam padi. Bahan tersebut sangat melimpah di Indonesia seiring dengan melimpahnya komoditas pertanian padi yang dihasilkan setiap tahunnya. Menurut Badan Pusat Statistik (2020), diperkirakan produksi padi di Indonesia mencapai 55,16 juta ton gabah kering giling (GKG). Jumlah produksi tersebut, mengalami kenaikan sebanyak 556,51 ribu ton atau 1,02 % dibandingkan tahun 2019. Produksi padi dapat menghasilkan 72% beras, 5-8% dedak (bekatul), dan 20-20% limbah sekam (Warsito dkk, 2006). Pemanfaatan sekam padi di Indonesia masih sangat terbatas seperti hanya digunakan sebagai bahan bakar dalam sintesis batu merah dan bahkan hanya dibuang saja. Hal tersebut, membuat para peneliti mencoba untuk memanfaatkan kandungan sekam padi menjadi sebuah produk yang berguna bagi manusia. Menurut Ismail dan Waliuddints (1996), sekam padi mengandung 50% selulosa, 25-30% lignin, dan 15-20 % silika. Sedangkan menurut Haryadi (2006), kandungan sekam padi mengandung beberapa senyawa kimia seperti yang disajikan pada Tabel 2.3. kandungan sekam padi yang banyak di kembangkan adalah abu sekam padi.

Abu sekam padi merupakan material *pozzolan* yang halus hasil dari sisa pembakaran sekam padi. Material tersebut dapat dimanfaatkan sebagai bahan untuk meningkatkan kuat tekan, durabilitas, serta memberikan dampak positif terhadap lingkungan. Menurut Houston (1972), abu sekam padi memiliki kandungan senyawa kimia seperti pada Tabel 2.4

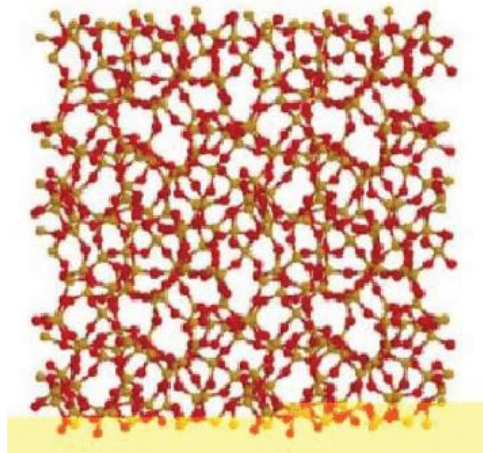
Tabel 2.3 Komposisi Kimia Sekam Padi (Haryadi, 2006)

Komponen	Berat (%)
Kandungan air	9,02
Protein Kasar	3,27
Lemak	1,18
Karbohidrat	33,71
Serat Kasar	35,68
Abu	17,71

Tabel 2.4. Komposisi Kimia Abu Sekam Padi (Houston, 1972).

Komponen	Berat Kering (%)
SiO ₂	86,9 – 97,3
K ₂ O	0,58 – 2,5
Na ₂ O	0,00 – 1,75
CaO	0,20 – 1,50
MgO	0,12 – 1,96
Fe ₂ O ₃	0,00 – 0,54
P ₂ O ₅	0,20 – 2,84
SO ₃	0,10 – 1,13
Cl	0,00 – 0,42

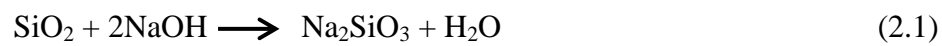
Tabel 2.4 terlihat bahwa abu sekam padi sangat kaya akan silika (SiO₂) dengan kandungan mencapai 86,9 – 97,3% dan memiliki struktur amorf. Struktur tersebut dapat diilustrasikan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.2. Struktur Silika *Amorf* (Astsatryan, 2018).

Struktur silika pada Gambar 2.2 terlihat bahwa silika *amorf* memiliki ikatan acak dan terhubung secara kovalen. Ikatan tersebut saling mendistribusikan muatan elektron terluar antara Si dan O (Astsatryan, 2018). Silika dari abu sekam padi dapat dihasilkan melalui pembakaran dengan suhu terkontrol pada suhu tinggi (500-600 °C) (Amaria, 2012). Kemudian silika sekam padi akan bertransformasi menjadi fase kristal kristabolit dan tridimit pada suhu 1050 °C (Sembiring dan Karo Karo, 2007). Karakteristik lain dari silika sekam padi adalah material yang memiliki kestabilan termal yang baik dan dapat dimodifikasi melalui perlakuan termal. Untuk mendapatkan silika dari sekam padi membutuhkan metode yang sederhana dan biaya yang relatif murah. Metode yang digunakan untuk ekstraksi silika pada sekam padi adalah ekstraksi alkalis (Daifullah *et al.*, 2004; Kalapathy *et al.*, 2000; Simanjuntak *et al.*, 2016) dan metode pengabuan (Della *et al.*, 2002; Della *et al.*, 2002; Siriluk and Yuttapong, 2005; Yalcin and Sevinc, 2001).

Metode ekstraksi silika menggunakan senyawa alkali seperti KOH, NaOH, asam klorida, asam asetat, dan asam oksalat yang berfungsi untuk mengendapkan silika (Sembiring dan Karo Karo, 2007). Perlakuan dengan senyawa alkali tersebut akan menghilangkan pengotor zat organik seperti mineral-mineral yang terkandung dalam sekam padi (Chakraverti, 1998). Pengotor tersebut harus dihilangkan karena dapat menghambat dalam pembentukan silika amorf pada ekstraksi silika sekam padi (Chandrasekhar, 2003; Umeda, 2008). Silika sekam padi apabila diekstrak menggunakan NaOH akan menghasilkan larutan sodium silikat seperti Persamaan 2.1 Larutan tersebut bila ditambahkan dengan larutan HNO₃ akan memisahkan kalium sehingga akan terbentuk endapan SiO₂ sesuai dengan Persamaan 2.2.



$$\Delta G = -1427 \text{ kJ/mol} \text{ (Ghosh and Bhattacharjee, 2013)}$$



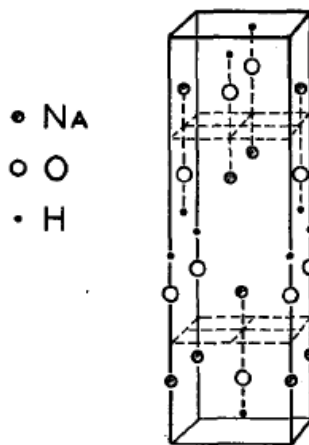
$$\Delta G = -128,32 \text{ kJ/mol} \text{ (Ghosh and Bhattacharjee, 2013)}$$

Menurut penelitian Sembiring dan Karo Karo (2017), silika hasil ekstraksi tersebut memiliki struktur silika amorf. Kemudian, apabila silika di-*sinter* pada suhu 750 °C maka strukturnya berubah menjadi kristal. Selanjutnya, bila silika di-*sinter* pada suhu 1050 °C akan diperoleh silika dengan struktur kristal *crystalobalite* dan *trydimite* . Metode ekstraksi silika pada sekam padi selanjutnya adalah metode pengabuan. Metode tersebut dilakukan dengan pembakaran sekam padi pada suhu kisaran 500 - 800 °C. Semakin tinggi suhu pembakaran maka akan menghasilkan

silika dengan jumlah yang lebih besar dengan tingkat kemurnian yang lebih tinggi (Putro, 2004 dan Ummah *et al.*, 2010)

2.3 Natrium Hidroksida (NaOH)

Natrium Hidroksida (NaOH) atau lebih dikenal dengan soda api adalah senyawa kimia yang memiliki bentuk kristal *orthorombic* dengan belahan kristal (*cleavage*) berada pada bidang (001). Struktur tersebut pertama kali dikenalkan oleh Ernst yang berhasil membuat kristal NaOH dan ditinjau menggunakan *X-ray*. Tinjauan tersebut berhasil menentukan posisi atom Na dan O dan atom H, dimana atom H berikatan dipole dengan O di dalam struktur kristal yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. Ikatan molekul O-H dalam struktur kristal memiliki jarak sebesar 3,4 Å. Struktur NaOH memiliki lapisan yang hampir mirip dengan susunan NaCl dengan jarak antarlapisan tersebut sebesar $\frac{a}{2}$ dalam arah sumbu x (Busing, 1954). Kemudian, sifat fisika dari NaOH dapat dilihat pada Tabel 2.3



Gambar 2.3. Struktur Kristal NaOH (Busing, 1954).

Tabel 2.5 Sifat Fisik dari NaOH (Gutam *et al.*, 2015)

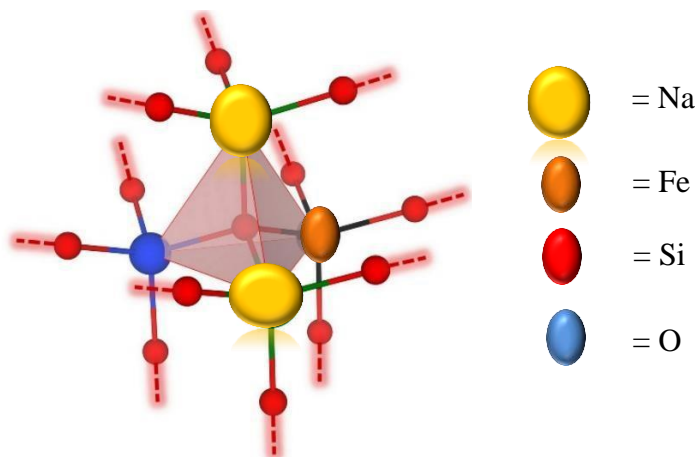
No	Sifat	Nilai
1	Penampakan/warna	<i>Pellets/</i> Putih
2	Titik Didih	102 °C untuk 40% larutan cair
3	Berat Molekul	39,997 g/mol
4	Gravitasi Spesifik	1,5

Sodium Hidroksida jika ditinjau secara kimia dikenal dengan alkali dan soda kaustik yang merupakan senyawa anorganik dengan formula NaOH. Senyawa tersebut terdiri dari kation sodium Na^+ dan anion hidroksida OH^- . Sodium hidroksida memiliki kelarutan yang tinggi terhadap air, menyerap air dalam ruangan lembab, dan menyerap CO_2 dalam udara (Ahmadi dan Sayedin, 2019). Dalam bentuk kristal padat, sodium hidroksida adalah kristal padat takberwarna yang meleleh pada suhu 318 °C tanpa terurai. Bahan tersebut memiliki kelarutan air yang tinggi dengan menghasilkan reaksi eksotermik yang tinggi saat proses peleburan. Namun memiliki kelarutan yang rendah dalam ethanol dan methanol, dan tidak larut sama sekali dalam larutan eter serta larutan nonpolar lainnya (Thacker *and* Kastner, 2010).

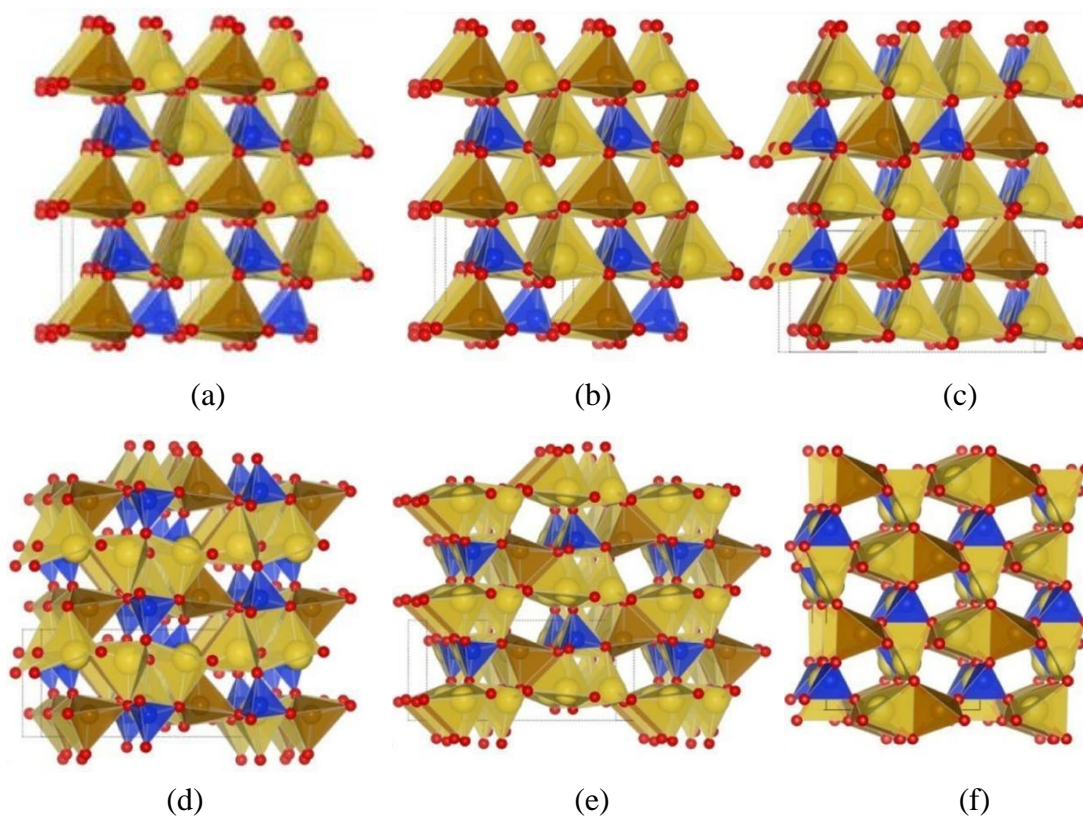
2.4 *Polyanion* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$

$\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ adalah *polyanion* yang termasuk ke dalam *orthosilicates* Na_2MSiO_4 memiliki dua elektron pada reaksi elektrokimia dan kemungkinan mempunyai kapasitas tinggi yang digunakan sebagai katode (Guan *et al.*, 2017). Menurut hasil komputasi menunjukan bahwa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ mempunyai bentuk kristal *polymorphic* (Wu *et al.*, 2016; Zhao *et al.*, 2015) seperti monoklinik, ortorombik

(Guo *et al.*, 2017), dan kubus (Guan *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2016). Sedangkan berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Yu *et al* (2018), mendeskripsikan bahwa *polyanion* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki 6 *polymorf* berbentuk 3 dimensi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7 dengan Na berwarna kuning, Fe berwarna coklat, Si berwarna biru, dan O berwarna merah. *Polymorf* ini memiliki grup ruang *Pn* (2 *f.u*), *Pn* (4 *f.u*), *Pbn21*, *Pna21*, *P21/c*, dan *C2221* dengan *Pn* (2 *f.u*) *Pna21*, *P21/c* merupakan struktur yang paling stabil, menurut Biancini *et al* (2017), $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ termasuk ke dalam semi konduktor karena memiliki energi *band gap* yang cukup rendah yaitu 10^{-5} S/m hingga 10^{-4} S/m. Hal tersebut dipengaruhi oleh adanya perbedaan nilai energi *band gap* pada tiap-tiap group kisi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Sebagai contoh, *polimorf Pna21* mempunyai energi *band gap* 1,42 eV, *P21/c* memiliki energi *band gap* 2,51 eV, dan *C2221* memiliki energi *band gap* 2,47 eV. Menurut Riyanto *et al* (2020), menyatakan bahwa fase senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ tersebut, mulai terbentuk pada suhu 500 °C. Jumlah fase tersebut bertambah seiring dengan meningkatnya suhu *sintering*. Besarnya suhu *sintering* tersebut tidak menyebabkan perubahan strukturnya, namun berdampak pada perubahan parameter selnya. Ukuran partikel senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ semakin pendek akan berdampak pada nilai dari *band gap* nya. Nilai energi *band gap* berbanding terbalik dengan parameter selnya berada dalam rentang nilai cukup rendah yaitu 2,21 eV hingga 2,58 eV. Senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dalam satuan unit sel memiliki struktur tetrahedral tiga dimensi dari FeO_4 dan SiO_4 seperti pada Gambar 2.4 (Bianchini *et al.*, 2017; Ali *et al.*, 2018).



Gambar 2.4 Struktur Unit Sel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ (Bianchini *et al.*, 2017; Ali *et al.*, 2018)



Gambar 2.5 Polymorf Struktur Kristal $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ (a) *Pn* (2 f.u) (b) *Pn* (4f.u) (c) *Pbn21* (d) *Pna21* (e) *P21/c* (f) *C2221* (Yu *et al.*, 2018).

Sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dapat disintesis dengan beberapa metode seperti padatan, sol-gel, dan *solvothermal*. Untuk menyintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ membutuhkan bahan prekursor yang digunakan sebagai agen peng kelat (*chelating agent*) seperti asam sitrat, asam *adipic*, dan asam absorbat. Penelitian Kee *et al.* (2016) telah melakukan sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ menggunakan metode *solvothermal*. Metode tersebut dilakukan dengan menggunakan bejana induksi tertutup yang terdiri dari dekomposisi atau reaksi kimia antar prekursor dalam pelarut dengan suhu diatas titik didih nya (Demazeau, 2010), dan dapat berlangsung pada suhu rendah (Feng *et al.*, 2018). Sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ juga dapat menggunakan $\text{CH}_3\text{COOH} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4$ (TEOS), $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, dan asam askorbat sebagai prekursor. Untuk melarutkan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ tersebut menggunakan larutan etilen glikol dan etanol. Kemudian larutan prekursor yang telah dibuat dimasukan ke dalam *autoclave* pada suhu 230 °C. Hasil dari metode *solvothermal* diperoleh $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan Na_2SiO_3 dan Fe_3O_4 sebagai impuritas dan matérial yang dihasilkan berupa kristal tunggal.

Metode sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ selanjutnya adalah metode padatan, dimana reaksi prekursor padatan setelah pencampuran dengan peng gerusan atau *ball-milling*. Untuk mempercepat reaksi maka diperlukan suhu dengan temperatur tinggi tetapi menghasilkan homogenitas rendah (Cornilsen, 2003). Menurut penelitian yang dilakukan oleh Kaliyappan *and* Chen (2018), *polyanion* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dapat diperoleh fasa murni logam ortosilikat tanpa impuritas dengan menggunakan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, SiO_2 , FeC_2O_4 , dan asam *adipic* sebagai prekursor. Stokiometri prekursor dicampur menggunakan mortar dan pastel selama 30 menit. Kemudian, campuran tersebut di-*sintering* menggunakan suhu 700 °C selama 3 jam.

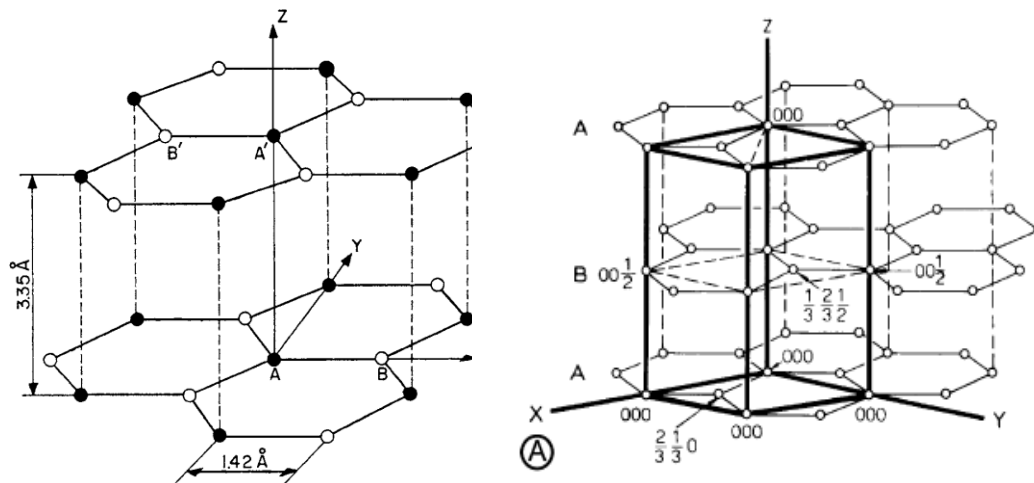
Metode berikutnya yang dapat digunakan dalam sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ adalah metode *solgel*. Metode tersebut berbasis pada hidrolisis dan kondensasi molekul-molekul prekursor (Jittiarporn *et al.*, 2017). Agen hidrolisis digunakan sebagai bahan untuk mengubah sol menjadi gel, kemudian alkohol sebagai pelarut, dan asam atau basa sebagai katalis (Sakka, 2013). Metode *solgel* banyak diminati karena menggunakan suhu yang relatif rendah (Schubert, 2003), dan ukuran serta homogenitas partikel dapat terkontrol (Ningsih, 2015).

2.5. Grafit

Grafit adalah material karbon yang memiliki bentuk kristal dan *polymorphic* dan memiliki distribusi susunan elektron yaitu $1s^2 2s^2 2p^2$. Setiap atom karbon di dalam struktur kristal nya dihibridasi secara trigonal yang membentuk ikatan σ dan ikatan π . Hibridisasi orbital pada tipe sp^2 memberi ikatan σ dengan panjang 1.42 Å dan membentuk sudut ikatan 120° dengan membentuk lembaran segi enam. Grafit memiliki struktur dengan kisi *heterodesmic* yang memiliki struktur 6 cincin dengan ujung segitiga yang saling berdekatan. Kisi dalam kristal grafit saling berikatan satu sama lain dengan gaya Vander Wals dengan besar energi 0,2 eV/atom (Kwieceńska dan Petersen, 2004).

Model struktur grafit pernah diusulkan oleh Hull (1917) dan dideskripsikan oleh bernal (1924) yang berpendapat bahwa keberadaan kisi kristal berbentuk heksagonal basal dengan 9 tipe. Pada struktur kristal heksagonalnya mengandung 4 inti atom di dalam koordinat (000), $(00(1/2))$, $((2/3)(1/3)0)$ dan $((1/2)(2/3)(1/2))$.

Dengan susunan kisi nya ABABAB secara berturut-turut. Berdasarkan analisis struktur kristal menggunakan *X-Ray Diffraction* grafit dicirikan dengan bidang kristal pantulan yang tajam (hkl) yaitu (101), (110), (112), dan (114) dalam orde tiga dimensi (McCartney dan Ergun, 1965; Kwiecinska,1980). Dalam sel satuan hexagonal ada 4 atom yang diberikan simbol A', A, B, dan B' (Wyckoff, 1963) dengan dimensi $c = 6,71 \text{ \AA}$ dan $a = 2,46 \text{ \AA}$ dengan atom A' dan B' menempati bidang yang sama dan bidang A dan B menempati bidang lapisan tengah pada kristal dengan jarak $3,35 \text{ \AA}$ yang dapat di dilihat seperti Gambar 2.6



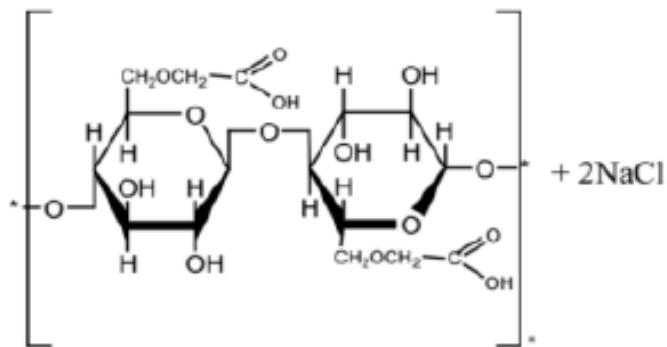
Gambar 2.6 Struktur Kristal Grafit (Wyckoff, 1963; Chung, 2002)

Grafit memiliki 4 elektron valensi yang diperoleh hasil hibridisasi yang akan berikatan dengan molekul lain yang lebih kuat dari ikatan kovalen C-C tunggal.

Dari masing-masing elektron valensi dari 4 atom karbon yang terkandung di dalam grafit ini berarti ada 16 pita energi dimana terdapat 12 pita- σ dan 4 pita- π . Kondisi tersebut membuat grafit memiliki konduktivitas listrik yang tinggi yaitu mencapai $\sim 10^4 \text{ S.cm}^{-1}$ (Chung, 2002).

2.6 Carboxymethyl cellulose (CMC)

Carboxymethyl cellulose (CMC) adalah material turunan selulosa yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang yang berfungsi sebagai polimer pengikat. Sintesis selulosa melalui beberapa tahap yaitu Alkalisasi, netralisasi, karboksimetilisasi yang akan membentuk struktur/gugus fungsi seperti Gambar 2.7. Tahap alkalisasi merupakan reaksi antara selulosa dengan NaOH (alkali), yang dilanjutkan dengan proses reaksi karboksimetilasi antara alkali selulosa dengan sodium monokloroasetat (Wijayani *et al.*, 2005). Berikut adalah reaksi proses alkalisasi dan karboksimetilisasi dapat dilihat Persamaan 2.3



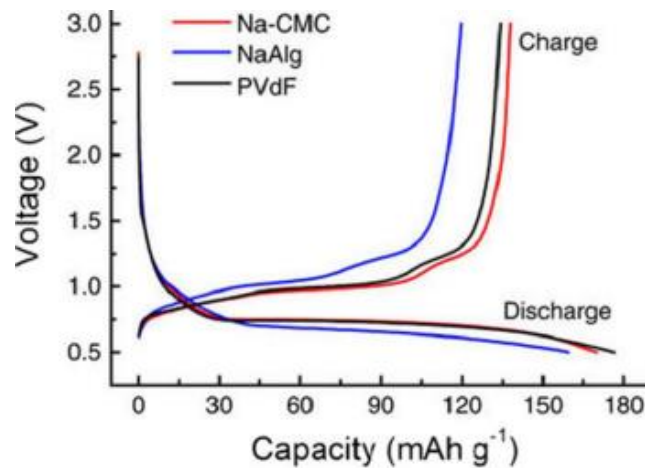
Gambar 2.7 Struktur CMC (Nugraheni *et al.*, 2018)

Proses alkalisasi tersebut bertujuan untuk mengaktifkan gugus OH pada struktur selulosa. Berdasarkan Analisis FTIR karakteristik gugus fungsi CMC dapat dilihat pada Tabel 2.6

Tabel 2.6. Data Interpretasi Spektrum IR pada Senyawa CMC (Safitri dkk., 2017)

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})
O-H	3700-3100
C=O	1604
C-H	2950
-CH ₂	1419
-O-	1049

Carboxymethyl Cellulose (CMC) adalah bahan polimer yang dapat digunakan sebagai *binder* dalam sintesis elektrode baterai salah satunya adalah SIBs. Hal tersebut, terlihat dari kurva hasil pengujian *charge/discharge* elektrode $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ dengan *binder* Na-CMC memiliki kapasitas penyimpanan lebih besar dari pada PVDF dan NaAlg. Nilai kapasitansi pada saat proses *charge* $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ dengan *binder* Na-CMC memiliki kapasitas penyimpanan lebih dari 145 mAhg^{-1} (Sun *et al.*, 2013; Fang *et al.*, 2018). Kurva tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.8

**Gambar 2.8** Kurva Perbandingan Proses *Charge/Discharge* Elektrode $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ dengan *Binder* PVDF, Na-CMC, dan NaAlg (Sun *et al.*, 2013)

2.7 *Fourier Transform Infrared (FT-IR)*

FT-IR adalah salah satu teknik analisis *spectroscopy* dengan menggunakan sinar inframerah dari spektrum elektromagnetik, sehingga akan menghasilkan spektrum yang akan mewakili senyawanya. Sebagian besar material akan diukur spektrum penyerapan serta emisi yang dipancarkan oleh sinar infrared dari spektrum elektromagnetik nya. Pada analisis kualitatif dan kuantitatif, teknik FT-IR ini dapat menunjukkan semua karakteristik penyerapan atau emisi pada wilayah spektra inframerah (Baksik *et al.*, 2007). Metode analisis ini digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada bilangan gelombang $13.000-10\text{ cm}^{-1}$ dan $4000-400\text{ cm}^{-1}$. Penyerapan radiasi oleh sampel dapat terjadi apabila frekuensi radiasi inframerah sesuai dengan frekuensi vibrasi alami dari molekul di dalam sampel (Ojeda *and* Dittrich, 2012). Penyerapan ini akan menimbulkan pergerakan vibrasi akibat perubahan kuantum energi (Duygu *et al.*, 2009). Besarnya energi vibrasi yang dihasilkan akan dipengaruhi oleh kuat ikatan antara atomnya. Besarnya nilainya energi yang dibutuhkan untuk ber vibrasi berbanding terbalik dengan ikatan antar atom (Ojeda *and* Dittrich, 2012). Besarnya energi vibrasi secara sistematis Persamaan 2.4

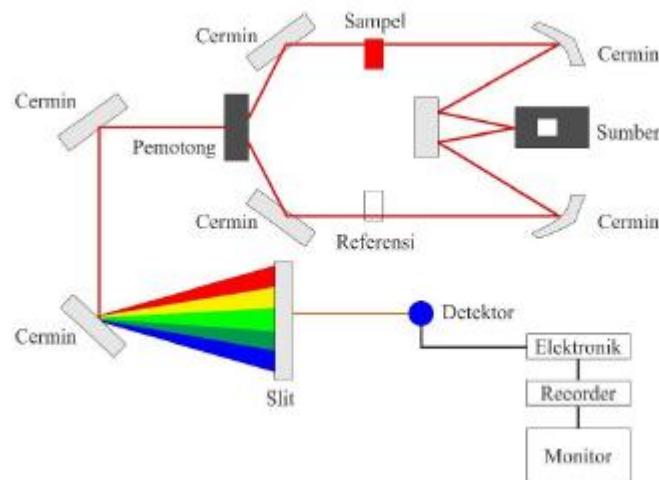
$$E = h\nu \quad (2.4)$$

Dengan E energi (J), h adalah konstanta Planck ($6,626 \times 10^{-34}\text{ Js}^{-1}$), dan ν adalah frekuensi vibrasi (Hz) (Coates, 2000). Atom yang saling berikatan dalam molekul disimbolkan dengan titik masa yang dihubungkan dengan sebuah gas, sehingga besarnya frekuensi vibrasi dapat dinyatakan dalam Persamaan 2.5

$$v = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k(m_1+m_2)}{m_1m_2}} \quad (2.5).$$

v adalah frekuensi vibrasi (cm^{-1}), c adalah kecepatan cahaya ($3 \times 10^{10} \text{ cm/s}$), m_1 adalah massa atom 1 (g), m_2 adalah masa atom 2 (g), dan k adalah konstanta gaya ikat antara atom (g/s^2). Besarnya frekuensi ini bergantung pada kuat ikatan antara atomnya (Berthomieu *and* Heinerwadel, 2009).

Prinsip dasar dari analisis FT-IR yaitu dengan melewatkan infrared ke celah sampel, dimana celah tersebut digunakan untuk mengontrol jumlah energi yang diberikan pada sampel. Infrared yang radiasi kan ke sampel akan mengalami beberapa keadaan seperti diserap dan ditransmisikan Kemudian hanya sinar infrared yang ditranmisikanlah yang dapat terdeteksi oleh detektor dan sinyal yang terukur kemudian dikirim ke komputer seperti Gambar 2.6 (Nicolet, 2001).



Gambar 2.9 Skema Prinsip Kerja FT-IR (Nicolet, 2001).

Beberapa kelebihan analisis ini adalah dapat digunakan pada semua frekuensi dari sumber cahaya secara simultan, sensitivitas FT-IR adalah 80- 200 kali lebih tinggi dari instrumentasi dispersi standar karena resolusinya lebih tinggi (Razi, 2012). Kemudian sensitivitas metode ini lebih besar dari pada cara dispersi karena radiasi yang masuk ke dalam sistem detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah (*slitless*) (Giwangkara, 2012). Kelebihan lain dari segi optik memiliki mekanisme lebih sederhana dengan sedikit komponen yang bergerak dibandingkan dengan *spectroscopy* yang lainnya. Dengan kelebihan tersebut analisis ini dapat mengidentifikasi material yang belum diketahui, serta dapat menentukan kualitas dan jumlah komponen pada sampel (Hamdila, 2012).

2.8 Konduktivitas Listrik

Definisi dari konduktivitas merupakan kemampuan satu bahan dalam menghantarkan arus listrik. Hal tersebut dipengaruhi oleh keberadaan anion, kation, serta elektron dalam material logam. Kemampuan suatu bahan ini dapat menghantarkan listrik di klasifikasi kan menjadi isolator, semikonduktor, dan Konduktor. Masing-masing jenis bahan tersebut memiliki nilai konduktivitas yang berbeda-beda. Bahan konduktor memiliki nilai konduktivitas dari 10^2 S/m, isolator memiliki konduktivitas di bawah 10^{-7} S/m, dan semikonduktor memiliki nilai konduktivitas 10^{-7} S/m (Bloor, 1989).

Pengukuran nilai konduktivitas listrik dapat diketahui menggunakan peralatan instrumentasi yaitu LCR meter. Alat tersebut dapat mengidentifikasi nilai induktansi

(L), kapasitansi (C), dan resistensi (R) dari suatu komponen. Prinsip kerja dari alat ini yaitu dengan mengukur impedansi yang kemudian akan diukur secara internal dan dikonversi di layar penampil pengukuran yang dikonversi ke kapasitansi atau nilai induktansi yang sesuai. *Software* tersebut menggunakan frekuensi sebagai sumbernya (Elleithy and Sobh, 2012). Pada pengukuran ini sampel akan diukur nilai resistensi sehingga dari nilai resistensi tersebut, ketebalan sampel dan luas penampang akan dapat diketahui. Untuk lebih jelas terkait skema instrumentasi pada pengujian LCR Meter dapat dilihat pada Gambar 2.10



Gambar 2.10 Skema Instrumentasi LCR Meter (Rabih *et al.*, 2015)

Persamaan konduktivitas listrik tersebut dapat dihitung pada Persamaan 2.6

$$\sigma = G \frac{l}{A} \quad (2.6)$$

Dengan satuan dari konduktivitas listrik (S/m), l adalah ketebalan sampel (m), G adalah konduktansi (*Siemens*), dan A adalah *cross section* permukaan sampel (m²) (Yunasfi *et al.*, 2011).

Nilai konduktivitas ini berbanding terbalik dengan nilai energi *band gap* (Sawick *et al.*, 2015).

2.9 *Ultraviolet Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (Uv-Vis DRS)*

Spektrofotometri UV-Vis adalah teknik analisis *spectroscopy* yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190 – 380 nm) dan sinar tampak (380 – 780 nm) dengan memakai alat spektrofotometer. Spektrofotometri ini melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis sehingga spektrofotometri UV-Vis DRS ini lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan dengan kualitatif (Mulya dan Suharman, 1995). Spektreflektansi UV-Vis DRS dapat digunakan untuk menghitung energi *band gap*. Energi *band gap* merupakan salah satu karakteristik yang digunakan untuk menentukan apakah suatu material bersifat semikonduktor atau non semikonduktor. Energi *band gap* sendiri pada dasarnya adalah interval energi dengan keadaan elektronik sangat rendah antara pita valensi dan pita konduksi yang masing-masing memiliki kerapatan energi yang tinggi (Borg *and* Dienes, 1992).

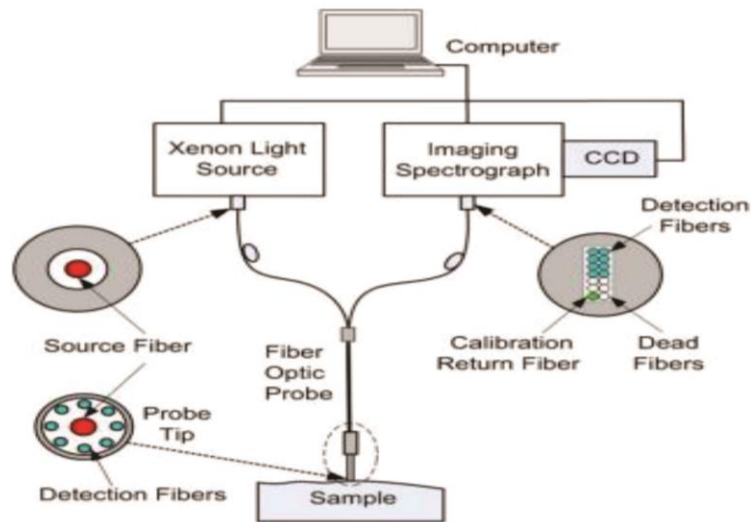
Prinsip analisis menggunakan UV-Vis yaitu jika suatu material disinari dengan gelombang elektromagnetik maka foton akan diserap oleh elektron dalam material tersebut. Setelah menyerap foton, elektron tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Jika energi foton yang diberikan kurang dari lebar celah pita energi maka elektron tidak akan tereksitasi ke pita valensi. Elektron tetap berada pada pita konduksi dan tidak menyerap foton. Elektron yang tereksitasi ke pita konduksi akan menyerap foton apabila energi foton lebih besar dibandingkan lebar celah pita energi.

Hal tersebut menyebabkan terjadinya absorpsi gelombang oleh material. Lebar celah pita energi semikonduktor biasanya lebih dari 1 eV. Besar energi tersebut sesuai dengan panjang gelombang dari cahaya tampak ke ultraviolet (Abdullah *and* Khairurrijal, 2009). Untuk memperoleh besarnya nilai energi *band gap*, data reflektansi diolah menggunakan teorema Kubelka-Munk pada Persamaan (2.7) dan Tauc pada Persamaan (2.8)

$$F(R_{\infty}) = \frac{K}{S} = \frac{(1-R_{\infty})^2}{2R_{\infty}} \quad (2.7)$$

$$[F(R_{\infty})hv]^2 = A(hv - E_g) \quad (2.8)$$

dengan $F(R_{\infty})$ adalah fungsi Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorpsi (m^2/kg), S adalah koefisien hamburan (m^2/kg), R_{∞} adalah pemantulan difus, h adalah konstanta Plank ($6,6 \times 10^{-34} m^2 kg/s$), A adalah konstanta proporsionalitas (J), v adalah frekuensi (Hz), dan E_g adalah energi *band gap* (eV) (Abdullahi *et al.*, 2016). Besarnya nilai energi *band gap* diperoleh dengan menarik garis lurus dari *plotting* $[F(R_{\infty})hv]^2$ terhadap hv (Morales *et al.*, 2007). Untuk mengetahui lebih jelasnya mengenai instrumentasi Uv-Vis DRS dapat dilihat pada Gambar 2.11



Gambar 2.11 Sistem Instrumentasi Uv- Vis DRS (Yu *et al.*, 2011)

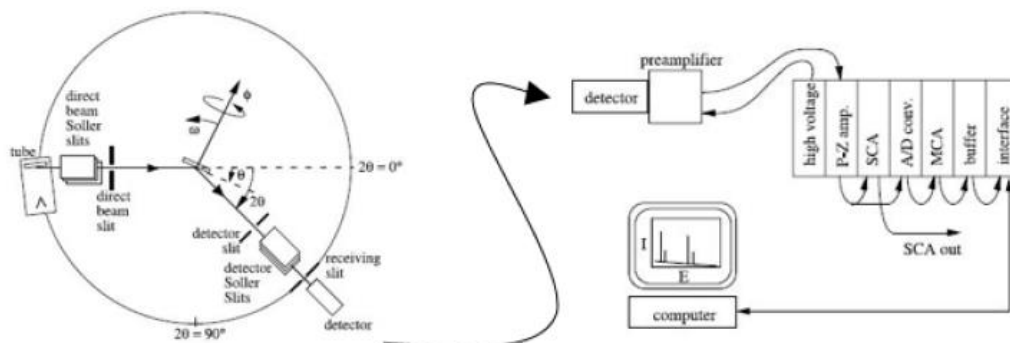
Skema sistem instrumentasi Uv- Vis DRS pada Gambar 2.12 terlihat bahwa lampu xenon digunakan sebagai sumber cahaya dan *fiber optic probe* digunakan sebagai penerus cahaya dan pengumpul cahaya yang dipantulkan secara hamburan dari jaringan sampel. Cahaya hasil refleksi kemudian diteruskan oleh *fiber optic probe* dan pencitraan spektrometer dengan kamera 2-D *Charge Coupled Decide* (CCD). Selanjutnya data *spectrograph* yang didapatkan diolah ke dalam komputer menjadi data kuantitatif (Yu *et al.*, 2011).

2.10 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) adalah cahaya elektromagnetik yang dipancarkan secara periodik dengan jarak tertentu pada sebuah sampel yang menghasilkan interferensi konstruktif pada sudut tertentu. Difraksi tersebut dihasilkan oleh atom dalam kristal yang tersusun secara periodik. Kemudian, sinar yang terdifraksikan oleh unit-unit kristal yang nantinya akan menentukan susunan atom/partikel pada

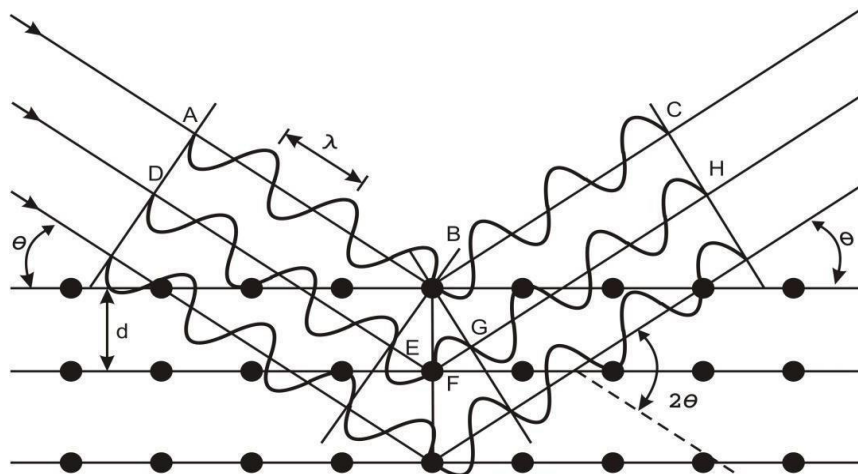
bentuk padatan (Dann, 2002). Beberapa informasi yang akan diperoleh melalui analisis XRD ini meliputi parameter kisi, tipe struktur, berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Smallman, 1999).

Mekanisme kerja dari analisis XRD adalah sinar-X yang dihasilkan dari tabung sinar-X akibat adanya tumbukan dari elektron yang bergerak sangat cepat sampai mengenai logam sasaran. Elektron tersebut membawa energi foton yang dapat mengionisasi sebagian elektron di kulit K (1s), sehingga elektron yang berada pada kulit terluar akan mengisi orbital 1s dengan memancarkan sejumlah energi yang disebut sinar-X. Radiasi yang dihasilkan dari kulit K menuju orbital lain disebut sinar-X deret K, dimana tereksitasi nya kulit K menuju L dinamakan K₁. Kemudian K₂ tereksitasi nya elektron ke kulit M dan seterusnya (Ewing, 1985). Sinar-X yang direaksi kan dengan material selain terdifraksi kan juga sinar yang teradsorpsi dan ditransmisikan. Pada proses analisis XRD hanya sinar-X yang difraksi kan inilah yang dapat terdeteksi oleh detektor XRD. Untuk lebih jelas terkait bagaimana skema peralatan XRD bekerja dapat dilihat pada Gambar 2.12



Gambar 2.12 Skema Difraksi Sinar – X (Flutz, 2013)

Material yang mendifraksikan sinar-X dapat digunakan untuk mengidentifikasi fasa produk dan tingkat Kristianitas berdasarkan intensitas tertinggi. Fasa produk yang memiliki nilai yang berbeda akan saling menghilangkan, sedangkan fasa yang memiliki nilai sama akan saling menguatkan. Fenomena tersebut dikenal dengan berkas difraksi yang telah dirumuskan dalam hukum Bragg (Abdullah dan Khairurrijal, 2009). Untuk memahami pendekatan Bragg dalam mengidentifikasi difraksi sinar-X yang dikenakan pada sampel dapat dilihat pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Sinar-X yang Dihamburkan oleh Atom-atom Kristal yang Berjarak d (Richman, 1967)

Material tersusun atas bidang kristalografi yang berbeda-beda, gejala difraksi terjadi pada ketika sinar datang menumbuk bidang pertama dihamburkan oleh atom D. kemudian sinar kedua menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom B, sinar tersebut menempuh jarak $AB + BC$ bila dua sinar tersebut paralel dan satu fasa (saling menguatkan). Fasa murni atau fase kristal dapat ditentukan menggunakan difraktometer serbuk. Kekuatan intensitas pembiasan besarnya akan berbanding lurus

dengan semakin banyaknya bidang kristal yang terdapat dalam sampel. Bidang kristal dalam sumbu tiga dimensi memiliki orientasi tertentu yang diwakili oleh puncak-puncak yang muncul dalam Difraktogram (Fuente *et al.*, 2016). Pada Gambar 2.13 terlihat bahwa $AB + BC$ memiliki nilai panjang gelombang yang sama, begitu juga $DF + FH$. Selisih dari nilai panjang gelombang dari panjang gelombang pertama dan panjang gelombang kedua. $\Delta = (DF + FH) - (AB + BC)$. Jika dari titik B ditarik garis ke DF dan FH, diberi tanda E dan G, maka nilai $DE = AB$, $GH = BC$. Perbedaan dua gelombang yaitu $\Delta = EF + FG$. Nilai panjang gelombang (λ) EF sama dengan panjang gelombang (λ) yaitu sebesar $d \sin \theta$, sehingga diperoleh Persamaan 2.9 dan Persamaan 2.10.

$$\lambda = d \sin \theta + d \sin \theta \quad (2.9)$$

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.10)$$

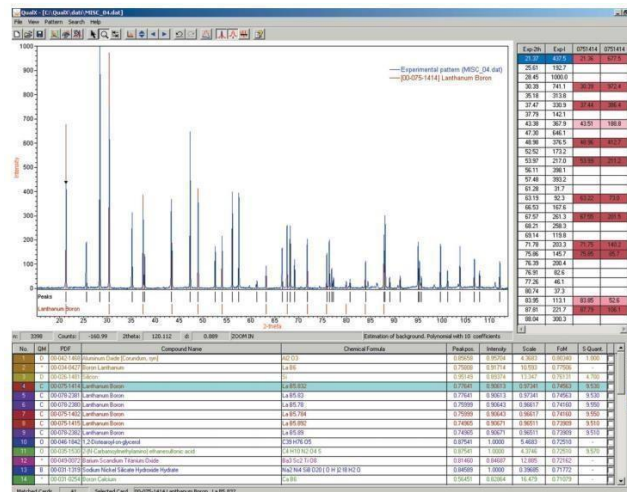
Sinar 1 dan 2 akan menjadi fasa jika beda lintasan sama dengan jumlah dengan panjang gelombang, sehingga diperoleh Persamaan 2.3

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.11)$$

dengan λ = panjang gelombang (m), d = jarak kisi (m), dan θ = sudut difraksi. Persamaan inilah yang biasa dikenal dengan hukum Bragg, yang ditulis oleh W.L. Bragg. Pada kebanyakan kristal memiliki nilai d berada dalam orde 3\AA . Sehingga kristal tidak dapat didifraksikan sinar *ultraviolet* dengan panjang gelombang kira-kira 500\AA (Cullity, 1978).

Menganalisis data kualitatif dari XRD maka digunakan perangkat seperti

QualX. Database yang sudah diinput di perangkat lunak *QualX*, kemudian akan dicocokkan dengan data hasil analisis dari eksperimen (Altomare *et al.*, 2008). Informasi berupa struktur kristal, rumus kimia, group ruang, parameter sel, dan panjang gelombang difraksi dari *Crystallography Open Database (COD)* akan disediakan oleh *database. Database* digunakan untuk menentukan rentang data eksperimental beserta puncak-puncaknya, struktur kristal, dan parameter selnya (Altomare *et al.*, 2015). Secara umum tampilan dari *Qual-X* ditunjukkan pada Gambar 2.14, sedangkan tampilan data POW_COD ditunjukkan pada Gambar 2. 15



Gambar 2.14 Tampilan Umum *QualX* (Altomare *et al.*, 2008).

00-900-8877

COD CIF File http://www.crystallography.net/information_card.php?cif=9008877

Name
Mineral Name Zincite
Formula O Zn
Quality C (calculated pattern)
I/c 740

Reference Wyckoff, R. W. G., Crystal Structures, 1 (1963)

Space Group P 63 m c (186)
Crystal system Hexagonal
Cell parameters a=3.2495 Å c=5.2069 Å
Cell volume 47.62 Å³
Wavelength 1.54056 Å
 $\mu(\text{Cu K}\alpha)$ 276.827 cm⁻¹
Calc. Density 5.675 g cm⁻³

Diffraction data				
2theta	d[Å]	Int.	hkl	mult
31.7717	2.8141	467.96	1 0 0	6
34.4200	2.6034	286.65	0 0 2	2
36.2554	2.4757	1000.00	1 0 1	12
47.5387	1.9111	163.34	1 0 2	12
56.6023	1.6247	292.59	2 -1 0	6
62.8538	1.4773	297.86	1 0 3	12
66.3809	1.4071	40.88	2 0 0	6
67.9487	1.3784	193.87	2 -1 2	12
69.0895	1.3584	126.57	2 0 1	12
72.5625	1.3017	22.08	0 0 4	2
76.9609	1.2379	31.51	2 0 2	12
81.3777	1.1815	22.70	1 0 4	12
89.6170	1.0930	87.66	2 0 3	12
92.8079	1.0636	26.73	3 -1 0	12
95.3200	1.0421	93.71	3 -1 1	24
98.6158	1.0159	54.27	2 -1 4	12

Remarks
Diffraction pattern calculated by EXPO from COD database CIF file
I/c calculated by EXPO

Gambar 2.15 Tampilan Data POW_COD (Altomare *et al.*, 2015).

Mengidentifikasi kesesuaian antara data base dengan data hasil eksperimen maka menggunakan akan perangkat lunak *rietica*. Perangkat lunak tersebut akan diperoleh data terkait posisi, tinggi, bentuk, dan lebar puncak difraksi (Mccusker *et al.*, 2001).

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung (FMIPA UNILA) pada bulan 19 Desember 2021- 19 Januari 2022. -(XRD) dilakukan di PT *GreenLab* Bandung, *sintering* dan FT-IR di Unit Pelayanan Terpadu (UPT LTSIT) Universitas Lampung, dan Uv-Vis DRS di Laboratorium Kimia Analitik Universitas Negeri Padang, dan LCR di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung (FMIPA UNILA).

3.2 Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ditunjukkan pada Tabel 3.1 sedangkan alat-alat yang digunakan ditunjukkan pada Tabel 3.2 dan Tabel 3.3

Tabel 3.1 Bahan-bahan Penelitian

No	Bahan	Fungsi
1	Sekam Padi	Sumber silika
2	KOH 90%	Melarutkan silika pada sekam padi
3	Akuades	Melarutkan prekursor
4	HNO ₃ 68 %	Mengubah pH agar sol silika berbuah menjadi silika gel
5	Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O 99%	Sumber Fe
6	NaOH 90 %	Sumber Na dan pelarut serbuk silika
7	Asam Sitrat Monohidrat	Agen perekat Senyawa
8	Grafit	Meningkatkan konduktivitas

Tabel 3.2 Alat-alat Penelitian

No	Nama Alat	Fungsi
1	Gelas Beker	Menampung larutan
2	Spatula	Mengaduk campuran Prekursor
3	Gelas Ukur	Mengukur volume larutan
4	<i>Hotplate Magnetic Stirrer</i>	Mengaduk larutan agar homogen dan memanaskan larutan
5	<i>Mortar dan pestle</i>	Menghaluskan serbuk material
6	Kondensor Refluks	Sumber Na dan pelarut serbuk silika
7	Labu Refluks	Agen perekat prekursor
8	Kertas pH	Mengukur pH larutan
9	Termometer	Mengukur suhu larutan
10	<i>Oven</i>	Mengeringkan <i>gel</i>
11	Kompor Listrik	Memanaskan larutan KOH dan sekam padi
12	Timbangan Digital	Menimbang masa material
13	Labu Erlenmeyer	Menampung ion silika
14	Corong	Membantu larutan dan sol silika mudah dan masuk ke dalam labu Erlenmeyer
15	Aluminium Foil	Tempat gel silika yang hendak dikeringkan
16	Plastik <i>Wrap</i>	Menutup sampel
17	Kertas Saring	Menyaring sol dan gel silika
18	Ayakan 200 Mesh	Menyaring serbuk silika
19	Air	Pendingin uap pada kondensor refluks
20	<i>Carboxymethyl Cellulose (CMC)</i>	Polimer pengikat prekursor
21	<i>Alat pressing</i>	Untuk mencetak sampel

Tabel 3.3. Alat Uji Karakterisasi Penelitian

No	Nama Alat	Fungsi
1	XRD	Analisis struktur kristal
2	iS10 FT-IR <i>Spectrometer</i>	Analisis gugus fungsi
3	LCR	Analisis konduktivitas
4	Uv-Vis DRS	Analisis energi band gap

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur yang dilakukan pada penelitian ini meliputi preparasi sekam sekam padi, ekstraksi silika dari sekam padi, sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, *sintering*, sintesis katode, pencetakan menjadi *pellet*, dan karakterisasi.

3.3.1 Preparasi Sekam Padi

Preparasi sekam padi terlebih dahulu dilakukan dengan membersihkan sekam padi dari kotoran. Kemudian, sekam padi dicuci hingga bersih dan direndam selama 1 jam. Selanjutnya, sekam padi diambil yang tenggelam dan direndam kembali menggunakan air panas selama 6 jam. Setelah itu, sekam padi ditiriskan, dan dijemur hingga kering.

3.3.2 Ekstraksi Silika Sekam Padi

Serbuk silika diperoleh dari sekam padi menggunakan metode alkalis mengacu pada metode yang telah dilakukan oleh Sembiring dan Karo (2007) dan Suka dkk (2008). Sebanyak 50 g sekam padi ditambahkan ke dalam 500 ml larutan NaOH 5 % dan dipanaskan selama 30 menit hingga terbentuk sol silika berwarna coklat pekat. Sol didiamkan selama 24 jam sebelum dicuci menggunakan

kertas saring. Setelah itu, larutan HNO₃ 10 % ditambahkan secara perlahan-lahan ke dalam sol tersebut hingga pH larutan bernilai 7 dan terbentuk silika gel. Silika gel didiamkan selama 24 jam sebelum dicuci menggunakan akuades. Selanjutnya, silika gel yang telah dicuci hingga bersih dikeringkan menggunakan oven pada suhu 10 °C hingga terbentuk silika padatan. Silika padatan ini kemudian digerus agar menjadi serbuk silika menggunakan mortar dan alu. Serbuk silika yang telah dihaluskan selanjutnya diayak menggunakan ayakan 200 *mesh*.

3.3.3 Sintesis Na₂FeSiO₄

Sintesis Na₂FeSiO₄ dilakukan menggunakan metode sol gel mengacu pada metode yang telah dilakukan oleh Ayunis (2019). Sampel dibuat dari NaOH 99%, Fe(NO₃)₃.9H₂O 99%, SiO₂ dari sekam padi, dan C₆H₈O₇.H₂O 100% dengan perbandingan mol 2:1:1:1 sesuai dengan reaksi kimia pada Persamaan 3.1 dan 3.2.



$$\Delta G = -1427 \text{ kJ/mol} \text{ (Ghosh and Bhattacharjee, 2013)}$$



$$\Delta G = +1765,364 \text{ kJ/mol} \text{ (Ghosh and Bhattacharjee, 2013)}$$

Pertama-tama, 0,4 g NaOH; 2,02 g Fe(NO₃)₃.9H₂O; dan 2 g C₆H₈O₇.H₂O masing-masing dilarutkan dalam 10 ml, 25 ml, dan 20 ml akuades. Sebanyak 0,2 g SiO₂ kemudian ditambahkan ke dalam larutan NaOH dan diaduk sambil dipanaskan pada

suhu 60 °C selama 30 menit hingga SiO₂ larut. Larutan Fe(NO₃)₃·9H₂O kemudian ditambahkan ke dalam larutan tersebut secara perlahan. Setelah itu, ditambahkan larutan C₆H₈O₇·H₂O hingga pH larutan bernilai 1. Campuran larutan kemudian dimasukkan dalam sistem refluks pada suhu 80 °C selama 5 jam dengan terus diaduk menggunakan *hotplate magnetic stirrer* sambil dipanaskan hingga terbentuk larutan berwarna kekuning-kuningan. Larutan tersebut kemudian dikeluarkan dari sistem refluks dan dipindahkan ke gelas beker untuk terus diaduk sambil dipanaskan dengan *hotplate magnetic stirrer* pada suhu 75 °C agar seluruh pelarut menguap sehingga membentuk gel. Gel ini kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu 130 °C hingga kering. Selanjutnya, gel yang sudah kering digerus menggunakan mortar dan alu hingga berbentuk serbuk untuk kemudian *disinter*.

3.3.4 Sintering

Sintering dilakukan pada suhu 800 °C dengan kenaikan 3 °C tiap menit dan waktu tahan selama 10 jam. Sampel yang telah *disinter* selanjutnya digerus menggunakan mortar dan alu. Kemudian, sampel diayak dengan ayakan 200 *mesh*.

3.3.5 Sintesis Bahan Komposit Katode dan Pelletisasi

Elektrode koin dipreparasi menggunakan bahan Na₂FeSiO₄, Grafit, dan *carboxymetilcelullose* (CMC) dengan rasio seperti Tabel 3.4.

Tabel 3.4 Variasi Komposisi Sampel

No	Nama Sampel	Na ₂ FeSiO ₄ (wt%)	Grafit (wt %)	CMC (wt%)
1	A	90	0	10
2	B	80	10	10
3	C	75	15	10
4	D	70	20	10

Bahan-bahan yang ditunjukkan pada Tabel 3.5, kemudian dibuat *slurry* yang di larutkan menggunakan *N-Methyl-2-pyrrolidone* (NMP). Selanjutnya *slurry* tersebut dikeringkan pada suhu 120 °C di dalam oven selama 1 jam. Sampel yang telah kering dihaluskan menggunakan mortar untuk keperluan karakterisasi XRD, FT-IR, Uv-Vis DRS, dan sebagian dikompaksi dengan tekanan 78.400 KPa hingga membentuk *pellet* untuk pengujian LCR.

3.4 Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan meliputi struktur kristal, gugus fungsi, konduktivitas listrik, dan energi *band gap*.

3.4.1 Analisis Gugus Fungsi

Analisis gugus fungsi Na₂FeSiO₄ menggunakan iS10 FT-IR *spectrometer* dengan rentang panjang gelombang 4000-400 cm⁻¹. Preparasi sampel ini yaitu dengan menggerus serbuk sampel dengan kalium bromida (KBr) kemudian dicetak hingga berbentuk *pellet*. Hasil analisis dengan membandingkan hasil terhadap tabel bilangan gelombang dan gugus fungsi FT-IR serta hasil penelitian terdahulu.

3.4.2 Analisis Fasa Kristal

Struktur $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang telah disintesis dikarakterisasikan menggunakan XRD Pert Powder PW 30/40 dengan radiasi Cu-K α yang dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA. *Step size* yang digunakan adalah $0,02^\circ$ tiap menit pada rentang 2θ mulai dari 5° hingga 100° . Data difraksi yang diperoleh dari hasil penelitian dianalisis menggunakan metode pencocokan (*search match*) pada perangkat lunak *QualX* versi 2.24. untuk mendapatkan data kristalografi yang sesuai.

3.4.3 Analisis Energi *Band Gap*

Reflektansi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dianalisis menggunakan spektrometer Uv-Vis DRS Shimidzu UV-2450 pada rentang panjang gelombang 200 – 800 nm. Analisis energi *band gap* kemudian dilakukan dengan mengolah data reflektansi difusi melalui teorema Kubelka-Munk pada Persamaan 2.8 dan persamaan *Tauc* pada Persamaan 2.9.

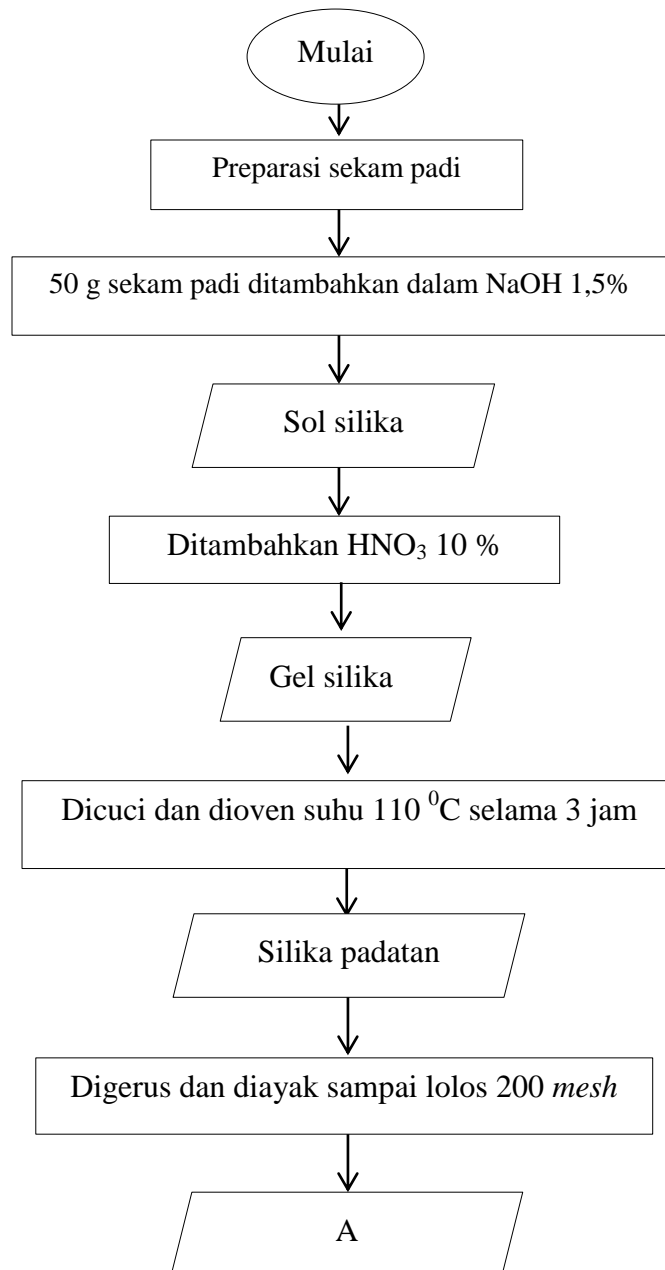
3.4.4 Analisis Konduktivitas Listrik

Konduktivitas listrik $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ diukur menggunakan LCR meter HIOKI 3520-52 pada rentang frekuensi 1 Hz hingga 100 kHz dengan arus AC dan dapat dihitung dengan Persamaan 2.4.

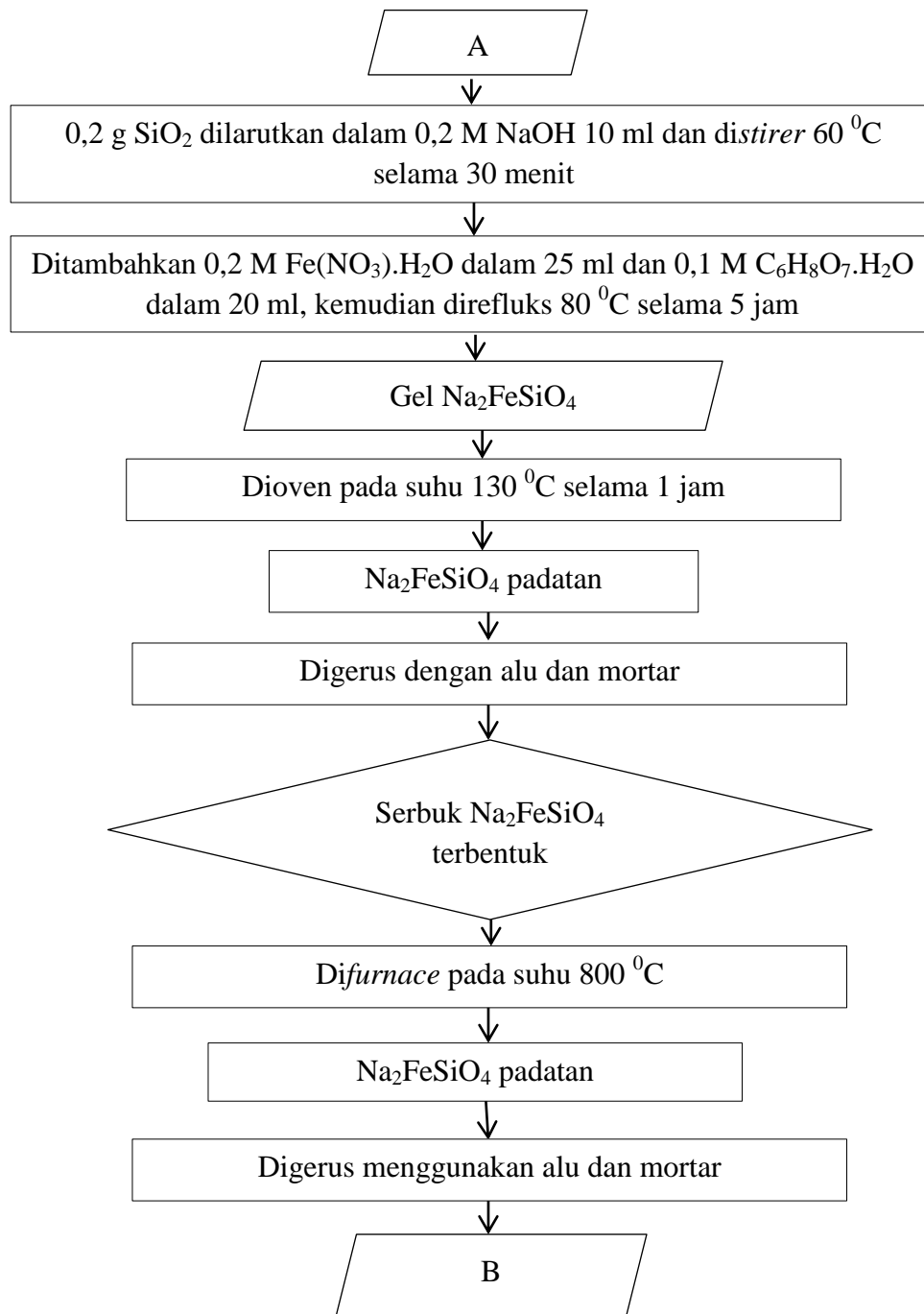
3.5 Diagram Alir

Diagram alir penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.1 dan Gambar 3.2 dan

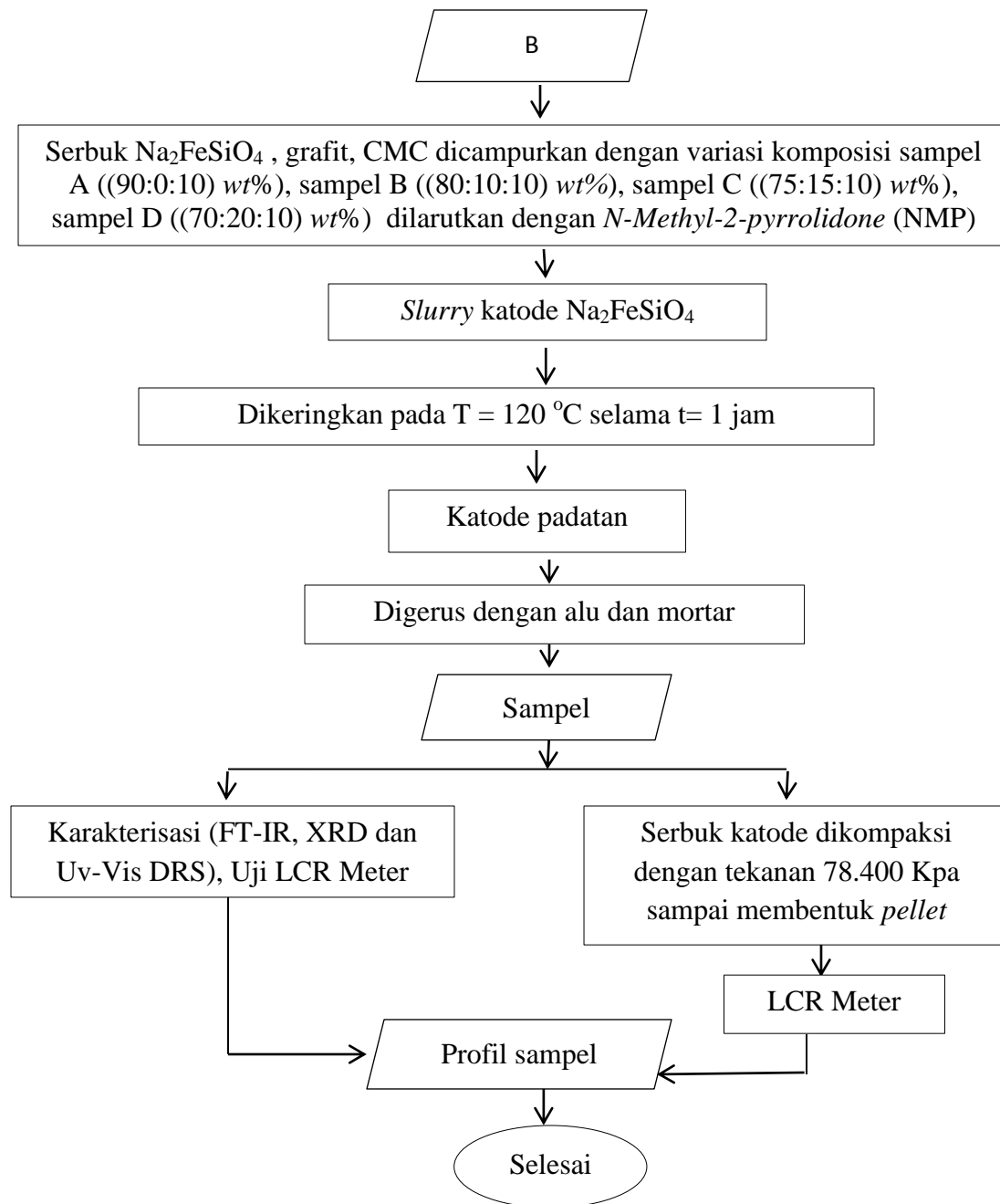
3.3



Gambar 3.1. Diagram Alir Ekstraksi Silika Sekam Padi



Gambar 3.2. Diagram Sintesis Senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$



Gambar 3.3 Diagram Alir Preparasi Pembentukan Sampel Katode

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil karakterisasi pada penelitian pembentukan katode baterai dengan variasi komposisi grafit dan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ didapatkan kesimpulan sebagai berikut:

1. a) Hasil analisis spektrum IR sampel katode menunjukkan ikatan Na-O, Fe-O, Si-O, Si-OH yang diduga berasal dari $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, dan C=C yang diduga berasal dari Grafit dan lignin.
- b) Hasil analisis fasa kristal sampel katode menunjukkan bahwa Sampel A memiliki 3 fasa kristal yaitu $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, Na_2SiO_3 dan SiO_2 . Lalu, pada Sampel B, Sampel C, Sampel D memiliki 4 fasa kristal yaitu $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, Na_2SiO_3 dan SiO_2 dan kemunculan puncak baru di $2\theta=26,56^\circ$.
- c) Penambahan komposisi grafit pada sampel katode membuat nilai energi *band gap* semakin turun, dan nilai konduktivitas semakin tinggi.

2. Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR, XRD, Uv-Vis DRS dan Uji LCR Meter diperoleh hubungan:

- a) Penambahan variasi komposisi grafit pada sampel dicirikan dengan penurunan nilai transmitansi gugus C=C dan didukung dengan semakin tingginya nilai intensitas di $2\theta=26,56^\circ$ pada difraktogram hasil karakterisasi XRD.
- b) Penambahan variasi komposisi grafit pada sampel, membuat nilai energi *band gap* semakin menurun dan nilai konduktivitas listrik pada sampel semakin tinggi. Hal tersebut didukung dengan nilai intensitas pada $2\theta=26,56^\circ$ semakin tinggi yang menandakan semakin banyaknya bidang kristal grafit pada sampel.
- c) Penambahan variasi komposisi grafit pada sampel, membuat nilai energi *band gap* semakin menurun dan nilai konduktivitas listrik pada sampel semakin tinggi. Melimpahnya senyawa grafit pada sampel didukung oleh semakin menurunnya nilai transmitansi pada gugus C=C menandakan melimpahnya gugus tersebut pada sampel.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mendapatkan produk produk prototipe katode Na-ion. Kemudian dilakukan pengujian yang lebih lanjut untuk melihat kualitas profil katode yang dihasilkan seperti sifat elektrokimia. Salah satu metode yang dapat digunakan untuk mengetahui sifat tersebut adalah *Cyclic Voltametry (CV)*, metode *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)* dan metode galvanostatik

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., & Khairurrijal, K. (2009). Review: Karakterisasi Nanomaterial. *J. Nano Saintek*, 2(1), 1–9.
- Abdullahi, S. S., Güner, S., Koseoglu, Y., Musa, I. M., Adamu, B. I., & Abdulhamid, and M. I. (2016). Simple Method For The Determination of Band Gap of a Nanopowdered Sample Using Kubelka Munk Theory. *Journal of the Nigerian Association of Mathematical Physics*, 35(August), 241–246. <https://www.researchgate.net/publication/305810656>
- Agung M, G. F., Hanafie Sy, M. R., & Mardina, P. (2013). Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi dengan Pelarut KOH. *Konversi*, 2(1), 28. <https://doi.org/10.20527/k.v2i1.125>
- Ahmadi, M., & Seyedina, S. H. (2019). Investigation of NaOH Properties, Production and Sale Mark in the World. *Journal of Multidisciplinary Engineering Science and Technology*, 6(10), 10809–10813.
- Altomare, A., Corriero, N., Cuocci, C., Falcicchio, A., Moliterni, A., & Rizzi, R. (2015). QUALX2.0: A qualitative phase analysis software using the freely available database POW-COD. *Journal of Applied Crystallography*, 48, 598–603. <https://doi.org/10.1107/S1600576715002319>
- Altomare, A., Cuocci, C., Giacobozzo, C., Moliterni, A., & Rizzi, R. (2008). QUALX: A computer program for qualitative analysis using powder diffraction data. *Journal of Applied Crystallography*, 41(4), 815–817. <https://doi.org/10.1107/S002188980801695>

- Amaria. (2012). Adsorpsi Ion Sianida Dalam Larutan Menggunakan Adsorben Hibrida Aminopropil Silika Gel Dari Sekam Padi Terimpregnasi Aluminium (Adsorption of Cyanide Ions in Solution Using a Hybrid Adsorbent Aminopropyl Silica Gel from Rice Husks of Impregnated With). *J. Manusia Dan Lingkungan*, 19(1), 56–65. <https://doi.org/10.22146/jml.18453>
- Arroyo-de Dompablo, M. E., Armand, M., Tarascon, J. M., & Amador, U. (2006). On-demand design of polyoxianionic cathode materials based on electronegativity correlations: An exploration of the Li_2MSiO_4 system (M = Fe, Mn, Co, Ni). *Electrochemistry Communications*, 8(8), 1292–1298. <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2006.06.003>
- Astsatryan, H., Abajyan, H., Narsisian, W., Da Costa, G., & Gurout, T. (2015). Dynamic voltage and frequency scaling for 3D Classical Spin Glass application. *CSIT 2015 - 10th International Conference on Computer Science and Information Technologies, March 2018*, 121–124. <https://doi.org/10.1109/CSITechnol.2015.7358263>
- Bacsik, Z., Mink, J., & Keresztury, G. (2004). FTIR spectroscopy of the atmosphere. I. Principles and methods. *Applied Spectroscopy Reviews*, 39(3), 295–363. <https://doi.org/10.1081/ASR-200030192>
- Badan Pusat Statistik. (2020). *Badan Pusat Statistik*. <https://www.bps.go.id/>
- Bernal, J. D., & A, P. R. S. L. (1924). The structure of grafit. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, 106(740), 749–773. <https://doi.org/10.1098/rspa.1924.0101>
- Bianchini, F., Fjellvåg, H., & Vajeeston, P. (2017). First-principles study of the structural stability and electrochemical properties of Na_2MSiO_4 (M = Mn, Fe, Co and Ni) polymorphs. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 19(22), 14462–14470. <https://doi.org/10.1039/c7cp01395g>
- Bloor, D. (1989). 22-Electrical Conductivity. *Comprehensive Polymer Science and Supplements*, 22, 687–705. <https://doi.org/DOI:10.1016/B978-0-08-096701-1.00059-8>
- Borg, R. J., & Dienes, G. J. (1992). *The physical chemistry of solids*. Academic Press.
- Busing, W. R. (1955). Infrared spectra and structure of NaOH and NaOD. *The Journal of Chemical Physics*, 23(5), 933–936. <https://doi.org/10.1063/1.1742150>
- Chakraverty, A., Mishra, P., & Banerjee, H. D. (1988). Investigation of combustion of raw and acid-leached rice husk for production of pure amorphous white silica. *Journal of Materials Science*, 23(1), 21–24. <https://doi.org/10.1007/BF01174029>
- Chandrasekhar, S., Satyanarayana, K. G., Pramada, P. N., Raghavan, P., & Gupta, T. N. (2003). Processing, properties and applications of reactive silica from rice

- husk - An overview. *Journal of Materials Science*, 38(15), 3159–3168. <https://doi.org/10.1023/A:1025157114800>
- Chayambuka, K., Mulder, G., Danilov, D. L., & Notten, P. H. L. (2018). Sodium-Ion Battery Materials and Electrochemical Properties Reviewed. *Advanced Energy Materials*, 8(16), 1–49. <https://doi.org/10.1002/aenm.201800079>
- Chung, D. D. L. (2002). Review: Grafit. *Journal of Materials Science*, 37(8), 1475–1489. <https://doi.org/10.1023/A:1014915307738>
- Coates, J. (2000). Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach. In R. A. Meyers (Ed.), *Encyclopedia of Analytical Chemistry* (pp. 10815–10837). <https://doi.org/10.1097/00010694-197107000-00005>
- Cornilsen, B. C. (2003). *Solid-State Chemistry. Dalam R. A. Meyers. Encyclopedia of Physical Science and Technology.* <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.034>
- Cullity, B. D. (1978). *Elements of x-ray diffraction.* Reading, MA: Addison-Wesley Publishing Company, Inc.
- Daifullah, A. A. M., Awwad, N. S., & El-Reefy, S. A. (2004). Purification of wet phosphoric acid from ferric ions using modified rice husk. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 43(2), 193–201. [https://doi.org/10.1016/S0255-2701\(03\)00014-X](https://doi.org/10.1016/S0255-2701(03)00014-X)
- Dann, S.E. (2002). Reactions and Characterization of Solid. In *Royal Society of Chemistry.* <https://doi.org/10.4172/2155-9872.1000212>
- Data Asosiasi Industri Plastik. (2019). *Penggunaan Sampah Plastik di Indonesia per Tahun.* <https://indonesia.go.id/narasi/indonesia-dalam-angka/sosial/menenggelamkan-pembuang-sampah-plastik-di-laut>.
- de la Fuente, D., Alcántara, J., Chico, B., Díaz, I., Jiménez, J. A., & Morcillo, M. (2016). Characterisation of rust surfaces formed on mild steel exposed to marine atmospheres using XRD and SEM/Micro-Raman techniques. *Corrosion Science*, 110, 253–264. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2016.04.034>
- Della, V. P., Kühn, I., & Hotza, D. (2002). Rice husk ash as an alternate source for active silica production. *Materials Letters*, 57(4), 818–821. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(02\)00879-0](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(02)00879-0)
- Demazeau, G. (2010). Solvothermal processes: Definition, key factors governing the involved chemical reactions and new trends. *Zeitschrift Fur Naturforschung - Section B Journal of Chemical Sciences*, 65(8), 999–1006. <https://doi.org/10.1515/znb-2010-0805>
- Duygu, D., Baykal, T., Açikgöz, I., & Yildiz, K. (2009). Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy for biological studies. *Gazi University Journal of Science*,

22(3), 117–121.

- Elleithy, K., & Sobh, T. (2012). Innovations and Advances in Computer, Information, Systems Sciences, and Engineering; Part 1. In *Springer* (Vol. 152). <https://doi.org/10.1007/978-1-4614-3535-8>
- Ewing, G. W. (1985). *Instrumental Methods of Chemical Analysis 5th Edition* (5th editio). McGraw-Hill College.
- Fang, C., Huang, Y., Zhang, W., Han, J., Deng, Z., Cao, Y., & Yang, H. (2016). Routes to High Energy Cathodes of Sodium-Ion Batteries. *Advanced Energy Materials*, 6(5). <https://doi.org/10.1002/aenm.201501727>
- Fang, Y., Chen, Z., Xiao, L., Ai, X., Cao, Y., & Yang, H. (2018). Recent Progress in Iron-Based Electrode Materials for Grid-Scale Sodium-Ion Batteries. *Small*, 14(9), 1–19. <https://doi.org/10.1002/sml.201703116>
- Faniyi, I. O., Fasakin, O., Olofinjana, B., Adekunle, A. S., Oluwasusi, T. V., Eleruja, M. A., & Ajayi, E. O. B. (2019). The comparative analyses of reduced graphene oxide (RGO) prepared via green, mild and chemical approaches. *SN Applied Sciences*, 1(10), 1–7. <https://doi.org/10.1007/s42452-019-1188-7>
- Fauzan, F. (2020). *Karakteristik biodegradable foam berbahan dasar pati biji alpukat, serat ijuk aren dan kitosan* [UIN Sunan Gunung Djati Bandung.]. <http://digilib.uinsgd.ac.id/id/eprint/28614>
- Feng, Z., Tang, M., & Yan, Z. (2018). 3D conductive CNTs anchored with Na₂FeSiO₄ nanocrystals as a novel cathode material for electrochemical sodium storage. *Ceramics International*, 44(17), 22019–22022. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.08.186>
- Fultz, B. & Howe, J. (2013). *Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials*. Spriner. [https://doi.org/10.1016/0950-0618\(96\)00010-4](https://doi.org/10.1016/0950-0618(96)00010-4)
- Gautam L, K T Sheethal, Prema Kumar W P, & Prathap Kumar M T. (2015). Development of High Strength Geopolymer Concrete using Low Molarity Naoh. *International Journal of Engineering Research And*, V4(07). <https://doi.org/10.17577/ijertv4is070243>
- Gelman, R. A. (1982). Characterization of carboxymethylcellulose: Distribution of substituent groups along the chain. *Journal of Applied Polymer Science*, 27(8), 2957–2964. <https://doi.org/10.1002/app.1982.070270820>
- Ghaffari, A., & Behzad, M. (2018). Facile synthesis of layered sodium disilicates as efficient and recoverable nanocatalysts for biodiesel production from rapeseed oil. *Advanced Powder Technology*, 29(5), 1265–1271. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2018.02.019>

- Ghosh, R. (2013). A Review Study on Precipitated Silica and Activated Carbon from Rice Husk. *Journal of Chemical Engineering & Process Technology*, 04(04). <https://doi.org/10.4172/2157-7048.1000156>
- Gonçalves, M. R. F., & Bergmann, C. P. (2007). Thermal insulators made with rice husk ashes: Production and correlation between properties and microstructure. *Construction and Building Materials*, 21(12), 2059–2065. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.05.057>
- Guan, W., Pan, B., Zhou, P., Mi, J., Zhang, D., Xu, J., & Jiang, Y. (2017). Article A high capacity , good safety and low cost $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ - based cathode for rechargeable sodium-ion battery A High Capacity , Good Safety and Low Cost $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ -based Cathode for Rechargeable Sodium-ion Battery Abstract :
- Han, S. C., Lim, H., Jeong, J., Ahn, D., Park, W. B., Sohn, K. S., & Pyo, M. (2015). Ca-doped Na_xCoO_2 for improved cyclability in sodium ion batteries. *Journal of Power Sources*, 277, 9–16. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2014.11.150>
- Harijati, N., Azrianingsih, R., Widiyarti, 2010. (2010). Eksplorasi Amorphophallus endemik Jawa Timur yang tinggiglukomanan dan rendah alergenisnya [Universitas Brawijaya Malang]. In *American Association of Cereal Chemists*. http://biologi.ub.ac.id/?page_id=646
- Harishpal, & Sharma, Y. (2021). Synthesis, impedance analysis and Na-ion kinetic studies of combustion derived orthorhombic Nano- $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ for Na-ion batteries cathode. *Solid State Ionics*, 370(August), 115737. <https://doi.org/10.1016/j.ssi.2021.115737>
- Harjanto, N. T. (2008). Dampak lingkungan pusat listrik tenaga fosil dan prospek pltn sebagai sumber energi listrik nasional . *Jurnal BATAN*, 1(1), 39–50.
- Hull, A. W. (1917). A New Method of X-Ray Crystal Analysis. *Powder Diffraction*, 7(1), 13–27. <https://doi.org/10.1017/S0885715600016018>
- Imraatul Husniah., A. F. G. (2020). Ekstrak Kulit Nanas Sebagai antibakteri. *Jurnal Penelitian Perawat Profesional*, 1(1), 61–70. <http://jurnal.globalhealthsciencegroup.com/index.php/JPPP/article/download/83/65>.
- Iriani. (2013). Pengembangan produk biodegradable foam berbahan baku campuran tapioka dan ampok [Library of IPB University]. In *Library of IPB University*. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2019.05.015>
- Irzaman, Erviansyah, R., Syafutra, H., Maddu, A., & Siswadi. (2010). Oksida (BFST) Menggunakan Metode Chemical Solution Deposition. *Berkala Fisika*, 13(1), 33–38.
- Jain, R., Luthra, V., Arora, M., & Gokhale, S. (2019). Infrared Spectroscopic Study

- of Magnetic Behavior of Dysprosium Doped Magnetite Nanoparticles. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 32(2), 325–333. <https://doi.org/10.1007/s10948-018-4717-5>
- Jinlong Yang, Xiaochun Kang, Lin Hu, X. G. and S. M., & Received. (2014). Nanocrystalline-Li₂FeSiO₄ Synthesized by Carbon Frameworks as Advanced Cathode Materials for Li-ion Batteries. *J. Mater. Chem. A*, 00–00, 1–8. <https://doi.org/10.1039/b000000x>
- Jittiarporn, P., Badilescu, S., Al Sawafta, M. N., Sikong, L., & Truong, V. Van. (2017). Electrochromic properties of sol–gel prepared hybrid transition metal oxides – A short review. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 2(3), 286–300. <https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2017.08.005>
- Kalapathy, U., Proctor, A., & Shultz, J. (2000). A simple method for production of pure silica from rice hull ash. *Fuel and Energy Abstracts*, 42(1), 45. [https://doi.org/10.1016/s0140-6701\(01\)80487-2](https://doi.org/10.1016/s0140-6701(01)80487-2)
- Kaliyappan, K., & Chen, Z. (2018). Facile solid-state synthesis of eco-friendly sodium iron silicate with exceptional sodium storage behaviour. *Electrochimica Acta*, 283, 1384–1389. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.07.034>
- Kee, Y., Dimov, N., Staykov, A., & Okada, S. (2016). Investigation of metastable Na₂FeSiO₄ as a cathode material for Na-ion secondary battery. *Materials Chemistry and Physics*, 171, 45–49. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2016.01.033>
- Kwiecińska, B. (1980). *Mineralogy of natural grafits* (p. 87). Zakład Narodowy im. Ossolińskich.
- Kwiecińska, B., & Petersen, H. I. (2004). Grafit, semi-grafit, natural coke, and natural char classification-ICCP system. *International Journal of Coal Geology*, 57(2), 99–116. <https://doi.org/10.1016/j.coal.2003.09.003>
- Li, Y., Sun, W., Liang, J., Sun, H., Di Marco, I., Ni, L., Tang, S., & Zhang, J. (2016). Understanding the electrochemical properties of A₂MSiO₄ (A = Li and Na; M = Fe, Mn, Co and Ni) and the Na doping effect on Li₂MSiO₄ from first-principles calculations. *Journal of Materials Chemistry A*, 4(44), 17455–17463. <https://doi.org/10.1039/c6ta05313k>
- Linden, D., & Reddy, T. B. (1995). Handbook of batteries. In *Choice Reviews Online* (Vol. 33, Issue 04). <https://doi.org/10.5860/choice.33-2144>
- Liu, Y. (2017). *The Development History of Cathode and Anode Materials of Lithium Ion Battery*. 76(Emim), 1399–1402. <https://doi.org/10.2991/emim-17.2017.279>
- Ma'Ruf, A., Pramudono, B., & Aryanti, N. (2017). Lignin isolation process from rice husk by alkaline hydrogen peroxide: Lignin and silica extracted. *AIP Conference*

- Proceedings*, 1823(November). <https://doi.org/10.1063/1.4978086>
- Mahadevan, T. S., & Du, J. (2018). Evaluating Water Reactivity at Silica Surfaces Using Reactive Potentials. *Journal of Physical Chemistry C*, 122(18), 9875–9885. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b12653>
- Martins, A. C., Cazetta, A. L., Pezoti, O., Souza, J. R. B., Zhang, T., Pilau, E. J., Asefa, T., & Almeida, V. C. (2017). Sol-gel synthesis of new TiO₂/activated carbon photocatalyst and its application for degradation of tetracycline. *Ceramics International*, 43(5), 4411–4418. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.12.088>
- McCartney, J.F., Ergun, S. (1965). Electron microscopy of grafit crystallites in meta-anthracite. *Nature* 205, 962 – 964.
- Mccusker, L. B., Von Dreele, R. B., Cox, D. E., Louër, D., & Scardi, P. (1999). Rietveld refinement guidelines. *Journal of Applied Crystallography*, 32(1), 36–50. <https://doi.org/10.1107/S0021889898009856>
- Monalisa, Y., Djamas,D., R. (2013). Pengaruh Variasi Suhu Annealing Terhadap Struktur Dan Ukuran Butir Silika Dari Abu Tongkol Jagung Menggunakan X-Ray Diffractometer. *Pillar Of Physics*, 102–110.
- Morales, A. E., Mora, E. S., & Pal, U. (2007). Use of diffuse reflectance spectroscopy for optical characterization of un-supported nanostructures. *Revista Mexicana de Física* S, 53(5), 18–22. http://www.researchgate.net/publication/229050010_Use_of_diffuse_reflectance_spectroscopy_for_optical_characterization_of_un-supported_nanostructures/file/79e41507ead49bb27.pdf
- Muhammad Mulja, Haji, 1948-; Suharman, 1939-. (1995). *Analisis Instrumental* (Cet. 1). Airlangga University Press.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., & Ragadhita, R. (2019). How to read and interpret ftir spectroscopy of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), 97–118. <https://doi.org/10.17509/ijost.v4i1.15806>
- Ni, Q., Bai, Y., Wu, F., & Wu, C. (2017). *Polyanion-Type Electrode Materials for Sodium-Ion Batteries*. <https://doi.org/10.1002/advs.201600275>
- Nicolet. (2001). Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry. In *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*. <http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf%5Cnhttp://dx.doi.org/10.1016/j.rse.2015.05.073>
- Ningsih, S. K. W. (2015). Synthesis and characterization of NiO nanopowder by sol-gel process. *AIP Conference Proceedings*, 1677. <https://doi.org/10.1063/1.4930731>

- Nugraheni, H. M., Mulyati, T. A., & Badriyah, L. (2018). Pemanfaatan Limbah Kulit Buah Durian Mentega Sebagai Carboxymethyl Cellulose (CMC). *Prosiding Seminar Nasional Sains, Teknologi Dan Analisis, Kediri*(2018), 115–122.
- Nwajuaku, I. I., & Okey-Onyesolu. (n.d.). Efficiency of *Cyperus esculentus* as a biofilter in treatment of domestic waste water. *Original Research Article Saudi Journal of Engineering and Technology*, 280–285. <https://doi.org/10.21276/sjeat>
- Ojeda, J. ., & Dittrich, M. (2012). Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Molecular. *Microbial Systems Biology: Methods and Protocols, Methods in Molecular Biology*, 881, 279–306. <https://doi.org/10.1007/978-1-61779-827-6>
- Putro, A. L., & Prasetyoko, D. (2007). Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika pada Sintesis Zeolit ZSM-5 Tanpa Menggunakan Templat Organik Andhi. *Akta Kimindo*, 3(1), 33–36.
- Rabih, A., Begam, K., Ibrahim, T., & Burhanudin, Z. A. (2014). Dielectric Properties of Properly Slaughtered and Non-properly Slaughtered Chicken. *Journal of Medical Research and Development*, 3(1), 107–120. <http://www.academicpub.org/jmrd/paperInfo.aspx?paperid=5102>
- Rand, B. (2009). *Grafit: Structure, properties, and manufacture*. University of Pretoria.
- Rangasamy, V. S., Thayumanasundaram, S., & Locquet, J. P. (2018). Solvothermal synthesis and electrochemical properties of $\text{Na}_2\text{CoSiO}_4$ and $\text{Na}_2\text{CoSiO}_4$ /carbon nanotube cathode materials for sodium-ion batteries. *Electrochimica Acta*, 276, 102–110. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.04.166>
- Richman, M. . (1967). *An introduction to the science of metals*. Waltham, Mass., Blaisdell Pub. Co.
- Riyanto, A., Sembiring, S., Amalia, A. R., Astika, A., & Marjunus, R. (2020). A preliminary study of phases, elemental mapping, and electrical properties on $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ derived from rice husk silica. *Journal of Physics: Conference Series*, 1572(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1572/1/012003>
- Riyanto, Agus. (2022). Effect Of Thermal Treatment On The Phase Formation And Electrical Properties Of Rice Husk Silica Based $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ Precursors. *Ceramics - Silikaty*, 66(1), 0–0. <https://doi.org/10.13168/cs.2022.0004>
- Safitri, D., Abdul Rahim, E., & Sikanna, R. (2017). Sintesis Karboksimetil Selulosa (Cmc) Dari Selulosa Kulit Durian. *Kovalen*, 3(1), 58–68.
- Sakka, S. (2013). *Sol-Gel Process and Application. Dalam S. Somiya* (Handbook o). Elsevier.
- Sawicki, B., Tomaszewicz, E., Piątkowska, M., Groń, T., Duda, H., & Górny, K.

- (2016). Correlation between the band-gap energy and the electrical conductivity in $\text{MPr}_2\text{W}_2\text{O}_{10}$ tungstates (Where M = Cd, Co, Mn). *Acta Physica Polonica A*, 129(1), A94–A96. <https://doi.org/10.12693/APhysPolA.129.A-94>
- Schubert, U. (2003). Sol-Gel Processing of Metal Compounds. *Comprehensive Coordination Chemistry II*, 7, 629–656. <https://doi.org/10.1016/B0-08-043748-6/06213-7>
- Sembiring, S., & Karo-Karo, P. (2007). Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Karakteristik Termal Dan Mikrostruktur Silika Sekam Padi. *Jurnal Sains MIPA*, 13(3), 233–239.
- Sheykhan, M., Yahyazadeh, A., & Ramezani, L. (2017). A novel cooperative Lewis acid/Brønsted base catalyst $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2\text{-APTMS-Fe(OH)}_2$: An efficient catalyst for the Biginelli reaction. *Molecular Catalysis*, 435, 166–173. <https://doi.org/10.1016/j.mcat.2017.03.032>
- Shoukat, T., & Yoo, P. J. (2018). Rheology of asphalt binder modified with 5W30 viscosity grade waste engine oil. *Applied Sciences (Switzerland)*, 8(7). <https://doi.org/10.3390/app8071194>
- Simanjuntak, W., Sembiring, S., Pandiangan, K. D., Syani, F., & Situmeang, R. T. M. (2016). The use of liquid smoke as a substitute for nitric acid for extraction of amorphous silica from rice husk through sol-gel route. *Oriental Journal of Chemistry*, 32(4), 2079–2085. <https://doi.org/10.13005/ojc/320435>
- Siriluk, C., & Yuttapong, S. (2005). Structure of Mesoporous MCM-41 Prepared from Rice Husk Ash. *Symposium A Quarterly Journal In Modern Foreign Literatures*, May, 23–27.
- Smallman, R. E., Bishop, R. J. (1999). *Modern Physic Metallurgy & Materials Engineering*.
- Sun, Y., Zhao, L., Pan, H., Lu, X., Gu, L., Hu, Y. S., Li, H., Armand, M., Ikuhara, Y., Chen, L., & Huang, X. (2013). Direct atomic-scale confirmation of three-phase storage mechanism in $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ anodes for room-temperature sodium-ion batteries. *Nature Communications*, 4(June 2014), 1810–1870. <https://doi.org/10.1038/ncomms2878>
- Tereshchenko, I. V., Aksonov, D. A., Drozhzhin, O. A., Presniakov, I. A., Sobolev, A. V., Zhugayevych, A., Striukov, D., Stevenson, K. J., Antipov, E., & Abakumov, A. M. (2018). The Role of Semilabile Oxygen Atoms for Intercalation Chemistry of the Metal-Ion Battery Polyanion Cathodes. *Journal of the American Chemical Society*, 140(11), 3994–4003. <https://doi.org/10.1021/jacs.7b12644>
- Thacker, H. L., Kastner, J. (2010). Carcass Disposal: A Comprehensive Review -

Alkaline Hydrolysis. In *Agriculture*. Kansas State University.

- Tipler, P. A. (1991). *Physics for scientists and engineers* (New York (ed.); Third edit). Worth publishers.
- Umah, D. (2010). *Kajian penambahan abu sekam padi dari berbagai suhu pengabuan terhadap plastisitas kaolin skripsi*. 1(2), 53–103.
- Umeda, J., & Katsuyoshi, K. (2008). Process optimization to prepare high-purity amorphous silica from rice husks via citric acid leaching treatment. *Transactions of JWRI*, 37(1), 13–17.
- van Blaaderen, A., & Vrij, A. (1992). Synthesis and Characterization of Colloidal Dispersions of Fluorescent, Monodisperse Silica Spheres. *Langmuir*, 8(12), 2921–2931. <https://doi.org/10.1021/la00048a013>
- Warsito, S., Sriatun, & Taslimah. (2012). Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (n-CTMABr) pada Sintesis Zeolit-Y. *Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA Universitas Diponegoro, Semarang*.
- Wijayani, A., Ummah, K., & Tjahjani, S. (2010). Characterization Of Carboxy Methyl Cellulose (CMC) From Eichornia crassipes (Mart) Solms. *Indonesian Journal of Chemistry*, 5(3), 228–231. <https://doi.org/10.22146/ijc.21795>
- Wu, S. Q., Zhu, Z. Z., Yang, Y., & Hou, Z. F. (2009). Structural stabilities, electronic structures and lithium deintercalation in Li_xMSiO_4 (M = Mn, Fe, Co, Ni): A GGA and GGA + U study. *Computational Materials Science*, 44(4), 1243–1251. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2008.08.014>
- Yalçın, N., & Sevinç, V. (2001). Studies on silica obtained from rice husk. *Ceramics International*, 27(2), 219–224. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(00\)00068-7](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(00)00068-7)
- Yefremova, S., Zharmenov, A., Sukharnikov, Y., Bunchuk, L., Kablanbekov, A., Anarbekov, K., Kulik, T., Nikolaichuk, A., & Palianytsia, B. (2019). Rice husk hydrolytic lignin transformation in carbonization process. *Molecules*, 24(17). <https://doi.org/10.3390/molecules24173075>
- You, Y., Xin, S., Asl, H. Y., Li, W., Wang, P. F., Guo, Y. G., & Manthiram, A. (2018). Insights into the Improved High-Voltage Performance of Li-Incorporated Layered Oxide Cathodes for Sodium-Ion Batteries. *Chem*, 4(9), 2124–2139. <https://doi.org/10.1016/j.chempr.2018.05.018>
- Yu, B., Fu, H. L., & Ramanujam, N. (2011). Instrument independent diffuse reflectance spectroscopy. *Journal of Biomedical Optics*, 16(1), 011010. <https://doi.org/10.1117/1.3524303>
- Yu, S., Hu, J. Q., Hussain, M. B., Wu, S. Q., Yang, Y., & Zhu, Z. Z. (2018). Structural stabilities and electrochemistry of $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ polymorphs: first-

- principles calculations. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 22(7), 2237–2245. <https://doi.org/10.1007/s10008-018-3931-1>
- Yunasfi, Y., Purwanto, S., & Madesa, T. (2011). Karakterisasi Sifat Listrik Grafit Setelah Iradiasi Dengan Sinar Gamma. *Ganendra Majalah IPTEK Nuklir*, 14(2), 76–80. <https://doi.org/10.17146/gnd.2011.14.2.34>
- Zhang, P., Hu, C. H., Wu, S. Q., Zhu, Z. Z., & Yang, Y. (2012). Structural properties and energetics of Li₂FeSiO₄ polymorphs and their delithiated products from first-principles. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 14(20), 7346–7351. <https://doi.org/10.1039/c2cp40811b>
- Zhao, X., Wu, S., Lv, X., Nguyen, M. C., Wang, C.-Z., Lin, Z., Zhu, Z.-Z., & Ho, K.-M. (2015). Exploration of tetrahedral structures in silicate cathodes using a motif-network scheme. *Scientific Reports*, 5(1), 1–9. <https://doi.org/10.1038/srep15555>
- Zhu, L., Zeng, Y. R., Wen, J., Li, L., & Cheng, T. M. (2018). Structural and electrochemical properties of Na₂FeSiO₄ polymorphs for sodium-ion batteries. *Electrochimica Acta*, 292, 190–198. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.09.170>