PENGARUH VARIASI SUHU DAN PENAMBAHAN GRAFIT PADA KOMPOSIT Na₂FeSiO₄ TERHADAP GUGUS FUNGSI, FASA KRISTAL DAN SIFAT LISTRIK DALAM PEMBENTUKAN KATODE ION BATERAI

(Skripsi)

Oleh

Silvi Indah Kusuma Wardani



JURUSAN FISIKA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS LAMPUNG BANDAR LAMPUNG 2023

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI SUHU DAN PENAMBAHAN GRAFIT PADA KOMPOSIT Na₂FeSiO4 TERHADAP GUGUS FUNGSI, FASA KRISTAL DAN SIFAT LISTRIK DALAM PEMBENTUKAN KATODE ION BATERAI

Oleh

SILVI INDAH KUSUMA WARDANI

Studi ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh suhu sintering dan penambahan grafit pada komposit Na₂FeSiO₄ terhadap gugus fungsi, fasa kristal dan sifat listrik. Sampel Na₂FeSiO₄ berhasil disintesis menggunakan metode *sol gel* dari prekursor NaOH, Fe(NO₃)₃.9H₂O dan silika dari sekam padi. Sampel Na₂FeSiO₄ disinter pada suhu 425 °C, 450 °C, 475 °C dan 500 °C dengan waktu tahan selama 10 jam, kemudian ditambahkan grafit dan dioven selama 30 menit. Setelah itu, sampel Na₂FeSiO₄/C dikarakterisasi FTIR, XRD, Uv-Vis DRS dan LCR meter untuk mengetahui gugus fungsi, fasa kristal dan sifat listriknya. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya puncak serapan yang berasal dari ikatan Si-O, Na-O, Fe-O dan C=C. Selanjutnya, hasil karakterisasi XRD mengindikasikan adanya fasa Na₂FeSiO₄, FeSiO₃ dan grafit (C). Peningkatan suhu sintering dan penambahan grafit menyebabkan terjadinya peningkatan nilai kristalinitas pada fasa Na₂FeSiO₄ di sudut $2\theta = 20,95^{\circ}$ dan penurunan yang signifikan pada energi *band gap* yaitu 1,90 eV; 1,86 eV; 1,70 eV; dan 1,59 eV diikuti dengan peningkatan nilai konduktivitas listriknya yang berada pada orde 10⁻³-10⁻² S/m. Sehingga, komposit Na₂FeSiO₄/C pada penelitian ini dikategorikan dalam material semikonduktor.

Kata kunci: Energi *Band Gap*, Gugus Fungsi, Fasa Kristal, Konduktivitas Listrik, Silika Sekam Padi, Na₂FeSiO₄/C.

ABSTRACT

Effect of Thermal Treatment and Graphite Addition on Na₂FeSiO₄ Composites on Functional Groups, Crystal Phases, and Energy Band Gaps in Battery Ion Cathode Formation

By

SILVI INDAH KUSUMA WARDANI

This study aims to analyze the effect of temperature *sintering* and graphite addition on Na₂FeSiO₄ composites on functional groups, crystal phase, and electrical properties. Samples of Na₂FeSiO₄ were successfully synthesized using the *sol-gel* method from the precursors NaOH, Fe(NO₃)₃.9H₂O and silica from rice husks. Samples of Na₂FeSiO₄ were *sintered* at 425 °C, 450 °C, 475 °C, and 500 °C with a holding time of 10 hours then added graphite and ventilated for 30 minutes. After that, samples of Na₂FeSiO₄/C were characterized by FTIR, XRD, Uv-Vis DRS, and LCR meters to determine their functional groups, crystal phase, and electrical properties. The results of FTIR characterization showed the presence of absorption peaks derived from the bonds Si-O, Na-O, Fe-O, and C = C. Furthermore, the results of XRD characterization indicated the presence of phases Na₂FeSiO₄, FeSiO₃, and graphite (C). An increase in *sintering* temperature and the addition of graphite led to an increase in the crystallinity value in the Na₂FeSiO₄ phase at an angle of $2\theta = 20.95^{\circ}$ and a significant decrease in the *energy band gap* of 1.90 eV; 1.86 eV; 1.70 eV; and 1.59 eV followed by an increase in its electrical conductivity value which is on the order of 10^{-3} - 10^{-2} S/m. Thus, Na₂FeSiO₄/C composites in this study were categorized as semiconductor materials.

Keywords: Energy *Band Gap*, Functional Group, Crystal Phase, Electrical Conductivity, Silica Rice Husk, Na₂FeSiO₄/C.

PENGARUH VARIASI SUHU DAN PENAMBAHAN GRAFIT PADA KOMPOSIT Na₂FeSiO₄ TERHADAP GUGUS FUNGSI, FASA KRISTAL DAN SIFAT LISTRIK DALAM PEMBENTUKAN KATODE ION BATERAI

Oleh

SILVI INDAH KUSUMA WARDANI

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 2023 Judul Penelitian

PENGARUH VARIASI SUHU DAN PENAMBAHAN GRAFIT PADA KOMPOSIT Na₂FeSiO₄ TERHADAP GUGUS FUNGSI, FASA KRISTAL DAN SIFAT LISTRIK DALAM PEMBENTUKAN KATODE ION BATERAI

Nama Mahasiswa

Silvi Indah Kusuma Wardani

Nomor Pokok Mahasiswa : 1817041062

Jurusan

Fisika

Fakultas

Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Pembimbing I

Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D. NIP. 196312281986102001

Pembimbing II

ing

Agus Riyanto, S.Si., M.Sc. NIP. 198608222015041002

2. Ketua Jurusan Fisika

Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T. NIP. 198010102005011002

MENGESAHK

1. Tim Penguji

Ketua

: Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.I

Sekretaris

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

Penguji Bukan Pembimbing

: Drs. Syafriadi, M.Si.

Nu

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, S.Si., M.T. NIP. 197407052000031001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 09 Januari 2023

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 diacu dalam naskah ini sebagaimana 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 hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 09 Januari 2023



Silvi Indah Kusuma Wardani

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Silvi Indah Kusuma Wardani, dilahirkan di Jambi pada tanggal 26 Januari 2001 sebagai anak ketiga dari lima bersaudara pasangan Bapak Juhri Saputra dan Ibu Purwanti. Penulis dengan nama panggilan "Silvi" menempuh pendidikan sekolah dasar di SD Negeri 2 Kesuma Jaya pada tahun

2006-2011 dan di SD Negeri 2 Sinar Banten pada tahun 2012. Melanjutkan pendidikan menengah pertama di SMP Negeri 2 Bangun Rejo pada tahun 2012-2015 dan melanjutkan pendidikan menengah atas di SMA Kesuma Bhakti Bekri pada tahun 2015-2018.

Penulis terdaftar sebagai mahasiswi di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung pada tahun 2018 melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN). Selama menjalankan pendidikan di kampus Unila, penulis juga berpartisipasi aktif dalam organisasi mahasiswa sebagai anggota bidang Saintek Himafi tahun 2019. Penulis rutin menulis proposal Karya Ilmiah Mahasiswa (PKM) pada semester genap dan berpartisipasi dalam perlombaan Pekan Ilmiah Mahasiswa Nasional (PIMNAS). Penulis menyelesaikan Praktek Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Fisika Dasar Universitas Lampung, pada awal tahun 2021. Dalam bidang kepenulisan ilmiah, penulis memiliki pengalaman menulis laporan PKL dengan judul "Analisis Pemanfaatan Laboratorium Fisika Dasar Sebagai Sarana Kegiatan Praktikum di Lingkungan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung". Penulis pernah mengikuti kegiatan Karya Wisata Ilmiah (KWI) yang diadakan oleh Fakultas MIPA di Desa Way Bungur, Lampung Timur pada tahun 2018. Penulis juga melakukan pengabdian masyarakat dengan mengikuti program Kuliah Kerja Nyata (KKN) unila periode II tahun 2021 di Desa Sri Basuki, Kecamatan Kalirejo, Lampung Tengah.

ΜΟΤΤΟ

"Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan, sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan"

(Q.S Al-Insyirah: 5-6)

"Anyone who has never made a mistake has never tried anything new" (Albert Einstein)

"Tidak masalah jika kamu berjalan dengan lambat, asalkan kamu tidak pernah berhenti"

(Confucius)

"Belajarlah berdiri dengan kedua kakimu sendiri. Semua orang punya masalahnya masing-masing, maka kamu tidak bisa mengharapkan orang lain untuk menyelesaikan masalahmu"

(Penulis)

PERSEMBAHAN

Dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWJ, kupersembahkan karya ini kepada:

Orang Tuaku

Ayahanda Juhrí Saputra, Ibunda Purwantí, Ibu Sukínem dan Bunda Supíyah

(Yang selalu memberikan doa dan dukungan dalam setiap proses keberhasilanku dan tak lupa kakak, adik serta keluarga besar yang selalu memberi semangat dalam menyelesaikan skripsi ini)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis haturkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberi hikmat, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **"Pengaruh Variasi Suhu dan Penambahan Grafit pada Komposit Na₂FeSiO₄ terhadap Gugus Fungsi, Fasa Kristal dan Sifat Listrik dalam Pembentukan Katode Ion Baterai"** yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada bidang Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa dalam penyajian skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak demi perbaikan dan penyempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi rujukan untuk penelitian selanjutnya agar lebih sempurna dan dapat memperkaya ilmu pengetahuan.

Bandar Lampung, 09 Januari 2023

Silvi Indah Kusuma Wardani

SANWACANA

Puji syukur penulis haturkan kehadirat Allah SWT yang telah memberi kesehatan, hikmat, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **"Pengaruh Variasi Suhu dan Penambahan Grafit pada Komposit Na₂FeSiO₄ terhadap Gugus Fungsi, Fasa Kristal dan Sifat Listrik dalam Pembentukan Katode Ion Baterai".** Terwujudnya skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Dengan segala kerendahan hati dan rasa hormat, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

- 1. Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D. selaku pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan, saran dan nasihat dalam penelitian dan penulisan skripsi ini;
- Agus Riyanto, S.Si., M.Sc. selaku pembimbing kedua yang telah memberikan bimbingan, pengalaman baru, bantuan dan motivasi selama perkuliahan dan penyelesaian skripsi;
- Drs. Syafriadi, M.Si. selaku pembahas yang telah memberi saran serta pemahaman baru dalam penulisan skripsi;
- 4. Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T. selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Unila;
- Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si. selaku sekretaris Jurusan Fisika FMIPA Unila;

- 6. Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus., M.Si. selaku pembimbing akademik yang telah memberi motivasi dan nasihat hingga penyelesaian skripsi;
- Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Fisika atas ilmu yang telah diberikan selama penulis menempuh bangku perkuliahan;
- Kedua orang tuaku Bapak Juhri Saputra dan Ibu Purwanti, Ibu Sukinem serta Bunda Supiyah dan keluarga besar yang selalu memberikan cinta kasih, dukungan dan doa untuk penulis;
- Teman seperjuangan penelitian Nindya Aisah Indriyani, Wulan Warohma dan Sutiarno yang selalu memberikan arahan dalam perbaikan, penyelesaian dan saling meyemangati dikala putus asa;
- 10. Juana Santika, Desy Setianingsih, Intan Widyaningrum, Nindia Agustin, Ahmad Saiful Munir, Grace Pricilya Michiko, Monica Karnailia, dan Odih atas segala bantuan dalam penyelesaian tugas akhir dan selalu ada disaat senang maupun sedih. Semoga Allah SWT membalas dengan hal yang lebih baik;
- Serta teman-teman seperjuangan Fisika 2018. Semoga Allah SWT membalas kebaikan dengan hal yang lebih baik.

Serta berbagai pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu. Semoga Allah SWT memberikan imbalan berlipat dan memudahkan langkah semua pihak yang telah membantu penulis menyelesaikan skripsi ini. Aamiin.

Bandar Lampung, 09 Januari 2023

Silvi Indah Kusuma Wardani

DAFTAR ISI

	Halaman		
ABSTRAK	Ki		
ABSTRAC	CTii		
HALAMA	N JUDULiii		
HALAMA	N PESETUJUANiv		
HALAMA	N PENGESAHANv		
PERNYAT	ΓΑΑΝvi		
RIWAYAT	Γ HIDUPvii		
мотто	ix		
PERSEMI	BAHANx		
KATA PE	NGANTARxi		
SANWACANAxii			
DAFTAR]	DAFTAR ISI xiii		
DAFTAR	GAMBAR xvi		
DAFTAR '	TABELxvii		
I. PEN	DAHULUAN		
1.1 1.2 1.3 1.4 1.5	Latar Belakang1Rumusan Masalah6Tujuan Penelitian7Batasan Penelitian7Manfaat Penelitian7		

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1	Silika Sekam Padi	8
2.2	Senyawa Polianion Na ₂ FeSiO ₄	9
2.3	Grafit (Graphite)	12
2.4	Carboxymethyl Cellulose (CMC)	14
2.5	Fourier Transform Infrared (FTIR)	15
2.6	X-Ray Diffraction (XRD)	17
2.7	Energi Band Gap	22
2.8	Konduktivitas Listrik	24

III. METODE PENELITIAN

3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	26
3.2	Alat dan Bahan	26
3.3	Prosedur Penelitian	28
	3.3.1 Preparasi Sekam Padi	28
	3.3.2 Ekstraksi Silika Sekam Padi	28
	3.3.3 Sintesis Na ₂ FeSiO ₄	29
	3.3.4 Sintering dan Pembuatan Bahan Katode	30
	3.3.5 Karakterisasi	30
	3.3.5.1 Analisis Struktur Kristal	30
	3.3.5.2 Analisis Gugus Fungsi	31
	3.3.5.3 Analisis Konduktivitas Listrik	31
	3.3.5.4 Analisis Energi Band Gap	31
3.4	Diagram Alir	32

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Pengaruh Variasi Suhu Sintering dan Penambahan Grafit		
	Terhadap Gugus Fungsi, Struktur Kristal, Energi Band		
	Gap dan Konduktivitas Listrik Na2FeSiO4	35	
	4.1.1. Pengaruh Variasi Suhu Sintering dengan Penambahan		
	Grafit Terhadap Gugus Fungsi	35	
	4.1.2. Pengaruh Variasi Suhu Sintering dan Penambahan		
	Grafit Terhadap Struktur Kristal Katode Na ₂ FeSiO ₄	38	
	4.1.3. Pengaruh Variasi Suhu Sintering dan Penambahan		
	Grafit Terhadap Energi Band Gap	43	
	4.1.4. Pengaruh Variasi Suhu Sintering dan Penambahan		
	Grafit Terhadap Konduktivitas Listrik	45	
VE			
KES	SIMPULAN		
51	Vasimenular	10	

5.1	Kesimpulan	48
5.2	Saran	49

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

V.

DAFTAR GAMBAR

Combon 21	Halan	nan
Gambar 2.1.	Struktur molekur Na ₂ FeSiO ₄	10
Gambar 2.2.	Polimorf struktur kristal Na ₂ FeSiO ₄ (a) Pn (2 f.u), (b) Pn (4f.u),	
	(c) Pbn21, (d) Pna21, (e) P21/c, dan (f) C2221	11
Gambar 2.3.	Struktur kristal graphite	13
Gambar 2.4.	Skema Prinsip Kerja FTIR	17
Gambar 2.5.	Sinar-X yang dihamburkan oleh atom-atom kristal yang	
	berjarak d	18
Gambar 2.6.	Tampilan umum Qual X	20
Gambar 2.7.	Tampilan data POW COD	21
Gambar 3.1.	Diagram Alir Ekstraksi Silika Dari Sekam Padi	32
Gambar 3.2.	Diagram alir sintesis Na ₂ FeSiO ₄	32
Gambar 3.3.	Diagram alir pembuatan komposit katode Na ₂ FeSiO ₄ /C	34
Gambar 4.1.	Spektrum FTIR Sampel Na ₂ FeSiO ₄ /C. (a)NFS/C425, (b)NFS/C450,(c)NFS/C475, (d)NFS/C500	36
Gambar 4.2.	Difraktogram XRD Na ₂ FeSiO ₄ /C. (a) NFS/C425, (b) NFS/C450, (c) NFS/C475 dan (d) NFS/C500	39
Gambar 4.3.	Hasil <i>refinement</i> data XRD Na ₂ FeSiO ₄ /C. (a) NFS/C425, (b) NFS/C450, (c) NFS/C475 dan (d) NFS/C500	41
Gambar 4.4.	Plot Tauc analisis energi band gap	43
Gambar 4.5.	Data pengujian konduktivitas listrik katode dengan rentang	
	frekuensi 1-10.000 (Hz)	46
Gambar 4.6.	Data pengujian konduktivitas listrik katode dengan rentang frekuensi 50-60 (Hz)	46

DAFTAR TABEL

	На	laman
Tabel 2.1.	Data interpretasi spektrum IR pada senyawa CMC	14
Tabel 3.1.	Alat-alat penelitian	27
Tabel 3.2.	Bahan-bahan Penelitian	27
Tabel 3.3.	Alat-alat Karakterisasi	28
Tabel 4.1.	Data Hasil Interpretasi Spektrum IR	37
Tabel 4.2.	Persentase Parameter Kesesuaian Refinement Data XRD	
	Na ₂ FeSiO ₄ /C	40
Tabel 4.3.	Persentase Fasa Dalam Persen Berat (%wt)	40
Tabel 4.4.	Parameter Sel Na ₂ FeSiO ₄ Pada Berbagai Suhu Sintering	
Tabel 4.5.	Parameter Sel FeSiO ₃ Pada Berbagai Suhu Sintering	
Tabel 4.6.	Parameter Sel Grafit (C) Pada Berbagai Suhu Sintering	42
Tabel 4.7.	Nilai Energi Band Gap Pada Sampel Katode	45

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pertumbuhan jumlah kendaraan bermotor setiap tahun semakin meningkat. Hal tersebut akan berdampak pada konsumsi bahan bakar fosil yang berlebihan dan pencemaran lingkungan. Oleh karena itu, perlu kendaraan bermotor yang lebih ramah lingkungan seperti kendaraan berbasis listrik (KBL) (Iskandar, 2021). Mobil listrik merupakan salah satu sarana transportasi yang bisa memenuhi kebutuhan mobilitas masyarakat namun tetap ramah lingkungan karena tidak memiliki polusi atau emisi gas buang. Dampak negatif dari polusi atau emisi gas buang yang dihasilkan dari pembakaran mesin mobil konvensional antara lain terhadap kesehatan dan kesejahteraan manusia serta lingkungan hidup (Aziz *et al.*, 2020). Kendaraan listrik pasti memerlukan baterai sebagai sumber tenaga penggerak komponen-komponen listrik dan sebagai pemasok energi ke seluruh komponen yang ada pada kendaraan listrik.

Baterai merupakan sebuah sel listrik dimana didalamnya berlangsung proses elektrokimia yang *reversible* dengan efesiensinya tinggi, yang dimaksud reaksi elektrokimia *reversible* adalah didalam baterai dapat berlangsung proses pengubahan tenaga kimia menjadi tenaga listrik (proses pengosongan) dan sebaliknya dari tenaga listrik menjadi tenaga kimia (proses pengisian) dengan cara proses regenerasi dari elektrode-elektrode yang digunakan yaitu dengan melewatkan arus listrik dalam arah polaritas yang berlawanan dalam sel (Thowil and Ayu, 2015). Salah satu komponen yang terdapat pada baterai yaitu katode (elektrode positif) yang merupakan komponen terpenting karena performa pada baterai ditentukan oleh komponen tersebut. Beberapa karakteristik yang harus dipenuhi suatu material yang digunakan sebagai katode antara lain material tersebut terdiri dari ion yang mudah melakukan reaksi reduksi dan oksidasi dan memiliki konduktivitas yang tinggi (Xu *et al.*, 2012). Reaksi reduksi pada katode mempengaruhi berapa banyak ion yang bergerak menuju anode sehingga dapat menyimpan arus pada saat proses pengisian (*charging*) (Pollet *et al.*, 2012; Takahashi *et al.*, 2002). Diantara banyaknya bahan katode yang tersedia, senyawa tipe polianion (A_xMYO_4 dengan A=Ag, Li, Na; M=Co, Fe, Mn; X=1, 2; Y=Ge, F, P, Si) merupakan material yang banyak dipilih sebagai material katode. Material polianion ini dipilih karena memiliki konduktivitas ionik yang tinggi (Yang *et al.*, 2014). Salah satu contohnya yaitu polianion Li₂FeSiO₄ (Gong *et al.*, 2008).

Katode Li₂FeSiO₄ termasuk dalam bahan polianion ortosilikat Li_xMSiO₄ (M = Mn, Fe, Co, Ni) yang merupakan senyawa bahan elektrode positif (Wu, Zhu and Hou, 2009). Senyawa ini memiliki struktur kristal, ikatan kimia, dan stabilitas termal seperti LiFePO₄ (Larsson *et al.*, 2006). Pada baterai lithium ion memiliki prinsip *reversible* antara anode dan katode. Selama proses pengisian, ion-ion lithium keluar dari elektrode negatif dan masuk ke dalam elektrode positif melalui elektrolit. Pada bagian katode mengalami oksidasi dan anode mengalami reduksi selama proses pengisian (Wakihara, 2001). Secara teori katode Li₂FeSiO₄ memiliki kapasitas hingga 330 mAhg⁻¹ (Nytén *et al.*, 2005); Larsson *et al.*, 2006). Baterai

rechargeable berbasis lithium telah mendominasi kehidupan modern pada perangkat elektronik portabel terutama saat ini. Baterai lithium memiliki kinerja yang baik, namun lithium memiliki ketersediaan terbatas dan cadangan distribusi yang tidak merata, maka diperlukan alternatif pengganti lithium sebagai bahan baku baterai (Lu, J. and Yamada, 2016). Saat ini bahan yang sedang dikembangkan sebagai pengganti lithium adalah sodium (Duncan *et al.*, 2011).

Alasan pengembangan bahan sodium sebagai pengganti katode pada baterai lithium karena ketersediaan unsur sodium sangat melimpah di bumi (Cheng et al., 2011; Palomares et al., 2012; Panigrahi et al., 2017). Baterai ion sodium dianggap sebagai alternatif menarik pengganti baterai ion lithium, karena biaya yang murah, masa pakai baterai sangat panjang, dan katode dari ion sodium ramah lingkungan atau tidak beracun (Fernández-Ropero, 2016; Renman et al., 2018). Berdasarkan hal tersebut, lithium pada Li₂FeSiO₄ dapat digantikan dengan sodium (Na) hingga menjadi Na₂FeSiO₄. Bahan berbasis sodium pada polianion Na₂FeSiO₄ memungkinkan terjadinya pertukaran dua elektron tiap satuan formula (Bianchini, Fjellvåg and Vajeeston, 2017) dan dapat menghasilkan kapasitas secara teori sekitar 278 mAhg⁻¹ (Ye, et al., 2016; Guo, et al., 2017). Meskipun secara teori Na₂FeSiO₄ memiliki kapasitas lebih rendah dari Li2FeSiO4, namun, Na2FeSiO4 memiliki konduktivitas ionik lebih baik dibandingkan Li₂FeSiO₄, memiliki bentuk poliamorf yang cenderung membentuk struktur dengan kerangka (3D) FeO4 dan SiO4 tetrahedral, dan sifat mekanik yang lebih baik sehingga menghasilkan kinerja elektrokimia lebih tinggi (Bianchini et al., 2017; Zhu et al., 2018).

Sintesis Na₂FeSiO₄ dapat dilakukan menggunakan metode *sol-gel*, karena biaya sintesis rendah, menghasilkan ukuran partikel yang optimum karena

kapasitasnya yang stabil dan memiliki tingkat homogenitas yang tinggi (Franger *et al.*, 2003; Kim *et al.*, 2008; Neacşu *et al.*, 2016). Prekursor yang telah banyak digunakan adalah FeC₂O₄.H₂O (Kaliyappan and Chen, 2018), CH₃COONa dan *tetra ethyl ortosilicat* (Si(OC₂H₅)₄ atau biasa disebut TEOS) sebagai sumber silika (Guan *et al.*, 2017), untuk menghasilkan silika dari bahan tersebut membutuhkan biaya yang relatif mahal (Pode, 2016). Oleh sebab itu, TEOS dapat diganti menggunakan bahan-bahan organik seperti silika organik yang terdapat pada sekam padi (Dahliana *et al.*, 2013; Todkar *et al.*, 2016; Permatasari *et al.*, 2016). Selain ketersediaannya yang melimpah, sekam padi menghasilkan silika dengan kemurnian hingga 99% (Bakar *et al.*, 2009). Selain itu, silika yang dihasilkan dari sekam padi memiliki beberapa kelebihan, seperti butiran halus atau amorf sehingga bersifat lebih reaktif (Soepardi *et al.*, 1982). Dari keunggulan tersebut, silika dari sekam padi sangat potensial digunakan sebagai prekursor dalam sintesis Na₂FeSiO₄.

Amalia (2019) telah berhasil memanfaatkan silika sekam padi sebagai bahan baku pembuatan material Na₂FeSiO₄. Sampel disintesis menggunakan metode *sol-gel* dari prekusor NaOH, Fe(NO₃)₃.9H₂O, silika yang berasal dari sekam padi, dan C₆H₈O₇.H₂O dengan perbandingan mol 2:1:1:1. Menurut hasil penelitian tersebut, fasa kristalin Na₂FeSiO₄ mulai terbentuk pada suhu 500 °C dan meningkat komposisinya pada suhu tinggi. Peningkatan komposisi Na₂FeSiO₄ di dalam sampel itu, diikuti dengan peningkatan nilai *band gap* nya dan berbanding terbalik dengan nilai konduktivitasnya dan pada suhu 500 °C diperoleh kemurnian 80,67% fasa Na₂FeSiO₄. Sari (2020) telah melakukan sintesis Na₂FeSiO₄ dengan suhu 425 °C, 450 °C dan 475 °C. Mendapatkan hasil nilai konduktivitas listrik tertinggi pada suhu 425 °C sebesar 4,3461×10⁻⁵ S/m sehingga sampel mengalami peningkatan disekitar orde 10⁻⁵ S/m dan menurunnya nilai energi *band gap* pada suhu 425 °C sebesar 1,92 eV. Berdasarkan hasil penelitian tersebut nilai konduktivitas listrik yang diperoleh sudah cukup baik untuk dijadikan sebagai bahan katode, namun masih perlu ditingkatkan lagi dengan cara menambahkan bahan aditif yaitu berupa grafit yang berfungsi untuk meningkatkan nilai konduktivitas listriknya dengan nilai konduktivitas yang mencapai 10⁶ S/m (Chung, 2002).

Material katode *lithium ferro phospat carbon composite* (LFP/C) telah berhasil disintesis oleh Mauliana., (2015) menggunakan metode *solid state reaction* dengan memanfaatkan batuan besi tanah laut sebagai sumber bahan dasar Fe. Material katoda LFP dibuat dengan menggunakan bahan dasar (Li₂CO₃), Fe₃O₄, dan (NH₄)₂HPO₄ dengan perbandingan 3:6:2 serta ditambahkan asam sitrat 5% *wt* sebagai sumber grafit dan variasi suhu pada 400 °C, 500 °C, 600 °C, dan 700 °C. Hasilnya menunjukkan bahwa sampel yang dikalsinasi pada suhu 500 °C menghasilkan nilai konduktivitas listrik sebesar 5,676×10⁻⁵ S/m, nilai yang diperoleh ini lebih tinggi dibandingkan material LFP tanpa grafit yang memiliki nilai konduktivitas yang listrik sebesar 10⁻¹¹ S/m.

Berdasarkan penelitian Amalia dan Sari serta didukung penelitian lain yang menunjukkan bahwa penambahan bahan grafit pada material dapat meningkatkan nilai konduktivitas dan menurunkan nilai *band gap* maka, akan dilakukan penelitian pembuatan katode Na₂FeSiO₄ berbasis silika sekam padi dengan penambahan material grafit (*graphite*) sebagai bahan aditif yang berfungsi untuk meningkatkan nilai konduktivitas listrik dari katode yang dihasilkan dengan variasi suhu *sintering* 425 °C, 450 °C, 475 °C, dan 500 °C. Kemudian akan dicampurkan dengan polimer *carboxy methyl cellulose* (CMC) sebagai pengikatnya dan selanjutnya dilarutkan dalam pelarut organik berupa *N-methyl-2- Pyrolidine* (NMP) dengan perbandingan pelarut dan sampel yaitu 1:0,5 (*wt%*). Sampel yang akan dihasilkan berupa serbuk untuk dikarakterisasi gugus fungsinya menggunakan FTIR, fasa kristal yang diidentifikasi menggunakan XRD serta dilengkapi analisis kualitatif dengan program QualX dan analisis kuantitatif dengan program *rietica*, energi *band gap* diidentifikasi menggunakan analisis UV-Vis DRS kemudian di estimasi nilainya dengan persamaan Kubelka-Munk dan dibentuk pelet untuk di identifikasi konduktivitas listriknya menggunakan LCR meter.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

- Bagaimana pengaruh variasi suhu *sintering* dan penambahan grafit pada komposit Na₂FeSiO₄ terhadap gugus fungsi dan fasa kristal?
- 2. Bagaimana korelasi antara gugus fungsi dan fasa kristal terhadap nilai *band gap* dan konduktivitas listrik?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

- Mengetahui pengaruh variasi suhu *sintering* dan penambahan grafit pada komposit Na₂FeSiO₄ terhadap gugus fungsi dan fasa kristal; dan
- Mengetahui korelasi antara gugus fungsi dan fasa Kristal terhadap nilai *band* gap dan konduktivitas listrik.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

- 1. Sampel di*sintering* pada suhu 425 °C, 450 °C, 475 °C, dan 500 °C dengan kenaikan suhu 3 °C/menit dimulai dari suhu ruang dan waktu tahan 10 jam/suhu;
- 2. Menggunakan silika dari sekam padi yang di ekstraksi dengan metode sol gel;
- 3. Mensintesis Na₂FeSiO₄ menggunakan metode *refluks*;
- 4. Pelarut yang digunakan adalah NaOH, Fe(NO₃)₃ dan HNO₃; dan
- Komposisi pembuatan komposit katode bahan Na₂FeSiO₄ (70%), grafit (20%) dan CMC (10%).

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah informasi mengenai pengaruh perlakuan termal terhadap fasa kristal, gugus fungsi, energi *band gap*, dan konduktivitas listrik material Na₂FeSiO₄ setelah ditambahkan grafit. Informasi tersebut dapat digunakan sebagai dasar pengembangan prototipe baterai Na₂FeSiO₄/C dan sebagai acuan untuk penelitian selanjutnya. Selain itu, penelitian ini juga diharapkan dapat mengurangi limbah sekam padi yang tidak dimanfaatkan.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Silika Sekam Padi

Indonesia merupakan negara agraris dan hasil pertanian terpenting adalah beras. Indonesia menargetkan produksi sebesar 75,13 juta ton gabah kering giling (GKG) pada tahun 2016. Peningkatan produksi secara konstan menyebabkan peningkatan produk sampingan. Salah satu hasil sampingnya adalah sekam padi, dan penggilingan padi dapat menghasilkan sekitar 65% beras, 20% sekam padi (GKG), 8-12 dedak, ± 5% menir atau bagian beras yang hancur (Le *et al.*, 2013). Selama ini sekam padi belum dimanfaatkan dengan baik dan terbatas pada bahan campuran dalam produksi bahan bakar. Abu sekam padi memiliki kandungan silika yang relatif tinggi, yaitu kemurnian 93% (Harsono *et al.*, 2002). Proses pembakaran yang terkontrol pada suhu tinggi (500-600 °C) menghasilkan abu sekam padi kaya silika yang dapat digunakan dalam berbagai proses kimia (Putro and Prasetyoko, 2007).

Silika atau senyawa silikon dioksida (SiO₂) banyak digunakan sebagai *adsorben, desiccant*, media filter, dan senyawa katalis. Silikon dioksida adalah sumber utama kaca industri, keramik dan bahan tahan api serta merupakan sumber penting untuk produksi larutan silikat, silikon dan paduan (Zhou and Zhang, 2014)

Silika sekam padi memiliki partikel silika sekam padi yang lebih halus, sangat reaktif, mudah didapat dengan biaya yang relatif murah, serta didukung oleh ketersediaan bahan baku yang melimpah dan terbarukan dibandingkan dengan silika mineral.

Sembiring and Karo Karo (2007) melakukan ekstraksi menggunakan pelarut KOH 5% dengan perbandingan pelarut dan sekam padi sebesar 1:10. Larutan asam yang digunakan adalah HCl dengan konsentrasi 10%. Silika hasil ekstraksi kemudian di *sintering* dengan suhu yang bervariasi. Beberapa peneliti menyimpulkan bahwa sekam padi merupakan sumber dari silika amorf yang berkualitas tinggi (James and Subba, 1986), dengan kemurnian tinggi yaitu 95,35%; 87% - 97%; dan 95% - 100% (Suka *et al.*,2008). Selain itu, silika yang berasal dari sekam padi memiliki kestabilan termal baik dengan karakteristik yang dapat dimodifikasi melalui perlakuan termal.

2.2 Senyawa Polianion Na₂FeSiO₄

Na₂FeSiO₄ termasuk dalam bahan polianion jenis Na₂MSiO₄ (M = Fe, Mn, Co, Ni) (Guo *et al*, 2017). Struktur Na₂FeSiO₄ sangat stabil karena tersusun dari molekul-molekul yang berikatan membentuk struktur tetrahedra seperti pada Gambar 2.1 dan bersifat sangat kaku (*stiff*) (Bianchini *et al.*, 2017; Ali *et al.*, 2018). Sejauh ini, belum ada hasil riset yang menunjukkan secara pasti bentuk struktur kristal Na₂FeSiO₄. Namun, beberapa hasil komputasi menunjukkan bahwa Na₂FeSiO₄ memiliki bentuk struktur kristal polimorfik (Wu *et al.*, 2016; Zhao *et al.*, 2015) seperti monoklinik, ortorombik, dan kubus (Guo *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2016; Li *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2016; Li *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2017; Li *et al.*

al.,2016) serta dianggap isostruktur dengan polianion serupa seperti Na₂MnSiO₄, Na₂CaSiO₄, dan Na₂ZnSiO4 (Kee *et al.*, 2016; Li *et al.*, 2016).



Gambar 2.1 Struktur Unit Sel Na₂FeSiO₄ (Zhao *et al.*, 2015).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Kee *et al.* (2016), Na₂FeSiO₄ memiliki struktur menyerupai senyawa prototipe Na₂ZnSiO₄ dengan grup ruang kristal *P1n1* dan sesuai dengan struktur monoklinik *Pn* pada Na₂MnSiO₄ (Chen *et al.*, 2014). Penelitian Kaliyappan and Chen (2018) menunjukkan hasil struktur kristal yang sama. Struktur monoklinik *Pn* dapat terbentuk pada suhu antara 800 °C hingga 900 °C (Treacher *et al.*, 2013). Penelitian lain yang dilakukan oleh Guan *et al.*, (2017) memperoleh hasil bahwa Na₂FeSiO₄ memiliki struktur triklinik setelah diberi perlakuan termal pada suhu 600 °C selama 8 jam.

Hasil studi komputasi oleh Yu *et al.*, (2018) menunjukkan bahwa Na₂FeSiO₄ memiliki 6 polimorf 3 dimensi seperti pada Gambar 2.2 dengan Na berwarna kuning, Fe berwarna coklat, Si berwarna biru, dan O berwarna merah. Polimorfpolimorf tersebut adalah *Pn* (2 f.u), *Pn* (4 f.u), *Pbn*2₁, *Pna*2₁, *P*2_{1/c}, dan C222₁ dengan *Pn*(2 f.u), *Pna*2₁, dan *P*2_{1/c} merupakan struktur yang paling stabil. Selain memiliki struktur yang stabil, Bianchini *et al.*, (2017) memperkirakan bahwa Na₂FeSiO₄ memiliki energi *band gap* cukup rendah dan dikategorikan sebagai semikonduktor.





Gambar 2.2 Polimorf struktur kristal Na₂FeSiO₄ (a) Pn (2 f.u), (b) Pn (4f.u), (c)Pbn21, (d) Pna21, (e) P21/c, dan (f) C2221 (Yu *et al.*,2018).

Kee *et al.*, (2016); Gao *et al.*, (2015) telah berhasil mensintesis Na₂FeSiO₄ dengan menggunakan metode *solvothermal* menunjukkan aktivitas elektrokimia yang *reversibel*. Pada prinsipnya, ion natrium Na₂MSiO₄ dimana (M = Fe, Mn, Co) dapat diekstraksi dalam proses pengisian atau pengosongan sehingga memiliki kapasitas teoritis tinggi 275 mAhg⁻¹, kapasitas Na₂MSiO₄ hampir sama dengan Li₂MSiO₄ dimana (M = Fe, Mn, Co) sebesar 330 mAhg⁻¹ (Duncan *et al.*, 2011; Chen *et al.*, 2014). Na₂FeSiO₄ memiliki memiliki struktur polimorf paling stabil dengan energi 23 ~ 103 MeV. Senyawa Na₂FeSiO₄ digunakan sebagai bahan katode untuk baterai ion natrium karena memiliki struktur kubik tetrahedral dengan kapasitas reversibel 106 mAhg⁻¹ dan kapasitas retensi 96% pada 5 mAhg⁻¹.

Na₂FeSiO₄ berhasil disintesis oleh Riyanto et al., (2020) menggunakan metode sol-gel. Sampel dibuat dari NaOH, Fe(NO3)3.9H2O, silika sekam padi, dan C₆H₈O₇.H₂O sebagai prekursor. Sampel diperlakukan secara termal pada kisaran suhu 800 °C dengan waktu penahanan 10 jam. Gugus fungsi dari masing-masing sampel diidentifikasi menggunakan spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR), dan fasenya diidentifikasi menggunakan difraksi sinar-x (XRD) ditambah dengan analisis kualitatif dan kuantitatif. Sedangkan band gap dan konduktivitas listrik masing-masing sampel dikarakterisasi menggunakan UV-Vis DRS dan LCR meter. Spektrum FTIR mengidentifikasi gugus fungsi Na-O, Fe-O, dan Si-O, yang berasosiasi dengan struktur tetrahedral NaO4, FeO4, dan SiO4. Analisis XRD menunjukkan bahwa sampel didominasi oleh Na2FeSiO, diikuti oleh FeSiO3 dan SiO₂. Persentase berat (*wt* %) dan volume sel satuan fase Na₂FeSiO₄ cenderung meningkat dengan meningkatnya suhu dan perubahan dalam pengaruh celah pita dan konduktivitas listriknya. Nilai celah pita cenderung menurun dengan meningkatnya suhu, berbanding terbalik dengan berat dan volume sel satuan, namun konduktivitas listriknya berlawanan dengan nilai celah pitanya.

2.3 Grafit (Graphite)

Grafit adalah elemen keenam dari tabel periodik dengan tingkat keadaan dasar $3P^0$ dan konfigurasi elektron $1s^2 2s^2 2p^2$, yang di hibridisasi untuk membentuk sp^1 , sp^2 dan sp^3 ikatan kimia antar atom. Hibridisasi orbital pada tipe sp^2 memberi ikatan σ dengan panjang 1.42 Å dan membentuk sudut ikatan 120° dengan membentuk lembaran segi enam. Kisi dalam kristal grafit saling berikata satu sama lain dengan

gaya vander wals dengan besar energi 0,2 eV/atom (Kwiecinska and Petersen, 2004).

Model struktural grafit diusulkan oleh Hull (1997) dan dijelaskan oleh Bernal (1924), yang mengklaim keberadaan kisi kristal basal heksagonal dengan 9 tipe. Struktur kristal heksagonal memiliki koordinat (000), (00(1/2)), ((2/3)(1/3) 0), dan ((1/2)(2/3)(1/2)). Dengan menggunakan penempatan posisi ABABAB secara berurutan. Berdasarkan analisis struktur kristal dengan difraksi sinar-X, grafit berada pada orde tiga dimensi yaitu (101), (110), (112), dan (114) (Cartney and 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 Å dan a = 2,46 Å dengan atom A' dan B' menempati bidang yang sama dan bidang A dan B menempati bidang lapisan tengah pada kristal dengan jarak 3,35 Å yang dapat di dilihat seperti Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur kristal graphite (Chung, 2002).

Grafit memiliki empat elektron valensi yang diperoleh pada orbital hybrid (hibridasi) yang mengikat molekul lain yang lebih kuat dari ikatan kovalen C-C tunggal. Dari masing-masing 4 elektron valensi atom grafit yang terdapat pada grafit, berarti terdapat 16 pita energi yaitu 12 pita- σ dan 4 pita- π . Kondisi ini memberikan grafit konduktivitas listrik yang tinggi, yaitu 10⁶ S/m (Chung, 2002).

2.4 Carboxymethyl Cellulose (CMC)

Carboxymethyl Cellulose (CMC) banyak digunakan pada berbagai industri seperti: detergen, cat, keramik, tekstil, kertas dan makanan. Fungsi CMC disini adalah sebagai pengental, penstabil emulsi atau suspensi dan bahan pengikat (Wijayani, 2005). Menurut Ferdiansyah *et al.*, (2016) CMC juga dimanfaatkan sebagai *stabilizer, thickener, adhesive* dan *emulsifier*. Karboksimetil selulosa merupakan turunan dari selulosa yang dikarboksimetilasi adalah eter polimer linier dengan gugus karboksimetilasi (-CH₂- COOH) yang terikat pada beberapa gugus OH dari monomer glukopiranosa. Berdasarkan Analisis FTIR karakteristik gugus fungsi CMC dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
О-Н	3700-3100
C=O	1604
C-H	2950
$-CH_2$	1419
-O-	1049

Tabel 2.1. Data interpretasi spektrum IR pada senyawa CMC (Safitri et al., 2017)

CMC disintesis melalui dua tahap yaitu alkalisasi dan karboksimetilasi. Kedua tahap ini dapat berlangsung dalam bentuk padatan dan dalam media air atau pelarut organik. Alkalisasi dilakukan sebelum karboksimetilasi dengan menggunakan NaOH. Proses ini bertujuan untuk mengaktifkan gugus-gugus OH pada molekul selulosa (Wijayani *et al*, 2005). Proses karboksimetilasi dapat dilakukan dengan menggunakan reagen natrium monokloroasetat, pada proses ini gugus –OH pada selulosa digantikan oleh ClCH₂COONa (Pitaloka *et al*, 2015). Proses

karboksimetilasi merupakan proses eterifikasi. Pada tahap ini terjadi pelekatan gugus karboksilat pada struktur selulosa. Sehingga gugus karboksilat pada asam trikloroasetat juga dapat digunakan. Setelah proses sintesis selesai, CMC yang terbentuk selanjutnya dimurnikan.

2.5 Fourier Transform Infrared (FTIR)

Spektroskopi merupakan suatu teknik eksperimental yang relatif mudah untuk mendapatkan spektrum dari sampel dalam bentuk cairan, padat ataupun gas yang akan diuji (Stuart, 2004). Seperti teknik spektroskopi lainnya, teknik ini dapat digunakan untuk mengukur spektrum penyerapan dan emisi sebagian besar material. Teknik FTIR memiliki kelebihan yaitu semua komponen yang menunjukkan karakterisitik penyerapan atau emisi pada wilayah spektra inframerah dapat dianalisis secara kuantatif maupun kualitatif (Bacsik *et al.*, 2007). FTIR merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada bilangan gelombang 13.000-10 cm⁻¹. Ketika frekuensi radiasi inframerah sesuai dengan frekuensi vibrasi alami dari molekul dalam sampel, radiasi akan diserap. Penyerapan radiasi memicu pergerakan vibrasi akibat perubahan kuanta energi (Duygu *et al.*, 2009). Besarnya energi vibrasi dipengaruhi oleh kuat ikatan antar atomnya. Semakin lemah ikatan antar atom, semakin kecil energi yang dibutuhkan untuk bervibrasi (Ojeda and Dittrich, 2012).

$$E = hv \tag{2.1}$$

dengan energi (J), *h* adalah konstanta Planck (61,62 × 10^{-34} Js⁻¹), dan *v* adalah frekuensi vibrasi (Hz) (Coates, 2000). Dengan atom yang saling berikatan dalam

molekul disimbolkan dengan titik masa yang dihubungkan dengan sebuah gas, sehingga besarnya frekuensi vibrasi dapat dinyatakan dalam Persamaan 2.2

$$v = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k \left(m_1 + m_2\right)}{m_1 m_2}} \tag{2.2}$$

dengan v adalah frekuensi vibrasi (cm⁻¹), c adalah kecepatan cahaya (3×10⁻¹⁰ cm/s), m_1 adalah massa atom 1 (g), m_2 adalah masa atom 2 (g), dan k adalah gaya konstanta gaya ikat antara atom (g/s²). Besarnya frekuensi ini bergantung pada kuat ikatan antara atomnya (Berthomieu and Heinerwadel, 2009).

Prinsip kerja FTIR secara umum dapat ditunjukkan pada Gambar 2.4 Interferometer dapat mengubah cahaya IR yang polikromatik menghasilkan beberapa berkas cahaya membentuk sinyal interferogram. Gelombang tersebut dilewatkan pada sampel dan ditangkap oleh detektor yang terhubung ke komputer sehingga dihasilkan gambaran spektrum sampel yang diuji. Spektrum tersebut menunjukkan hubungan antara intensitas serapan sampel dan bilangan gelombang (Sabrina, 2011; Suseno dan Firdausi, 2008).



Gambar 2.4 Skema Prinsip Kerja FTIR (Suseno and Firdausi, 2008).

Sistem optik spektrofotometer FTIR yaitu menggunakan prinsip kerja interferometer. Cahaya yang jatuh pada pemisah berkas (*beam splitter*) akan ditransmisikan sebagian gelombang menuju cermin tetap m_1 dan sebagian lagi dipantulkan menuju cermin M₂. Kedua berkas tergabung kembali di *beam splitter* kemudian dipancarkan ke sampel dan diterima oleh detektor.

2.6 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD adalah teknik non-destruktif yang kuat untuk mengkarakterisasi bahan kristal. Ini memberikan informasi tentang struktur, fase, orientasi kristal (tekstur), dan parameter struktural lainnya, seperti ukuran butir rata-rata, kristalinitas, regangan, dan cacat kristal. Indentifikasi struktur dan fasa kristal suatu sampel dapat dilakukan menggunakan metode difraksi sinar-X. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik yang mirip dengan sinar tampak, tetapi panjang gelombangnya lebih pendek. Panjang gelombang sinar-X berkisar antara 0,5 - 2,5 dalam satuan angstrom (Å) (10^{-10} m) (Cullity, 1977). Suatu tabung sinar-X harus mempunyai suatu sumber elektron, tegangan tinggi, dan logam sasaran. Selanjutnya elektron-elektron yang saling tumbukan ini mengalami pengurangan kecepatan dengan cepat dan energinya berubah menjadi foton.

Prinsip kerja analisis XRD adalah ketika sinar-X tersebut menembak sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel (Beiser, 1963). Hamburan yang terdifraksi inilah yang akan dideteksi oleh XRD. Proses terjadinya pembelokkan sinar-X pada hukum Bragg didasarkan pada atom-atom suatu bahan yang didifraksikan pada panjang gelombang (λ) dan sudut (2 θ). Jika sinar datang mengenai bidang yang tersusun secara paralel dan berjarak d satu sama lain maka terdapat kemungkinan bahwa sinar-sinar datang akan dipantulkan kembali oleh bidang dan saling berinterferensi secara konstruktif sehingga menyebabkan terjadinya difraksi.



Gambar 2.5 Sinar-X yang dihamburkan oleh atom-atom kristal yang berjarak d (Richman, 1967).

Setiap material tersusun atas bidang-bidang kristalografi, gejala difraksi pada Gambar 2.5 menunjukan sinar datang yang menumbuk pada titik bidang pertama dan dihamburkan oleh atom D. Sinar datang yang kedua menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom B, sinar ini menempuh jarak AB + BC bila dua sinar tersebut paralel dan satu fasa (saling menguatkan). Dalam hal ini, fasa suatu bahan berupa fasa murni dan fasa kristal dapat ditentukan setelah diamati dengan menggunkan difraktometer serbuk. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola difraktogram mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. 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 θ , sehingga diperoleh Persamaan 2.3 dan Persamaan 2.4

$$\lambda = d\sin\theta + d\sin\theta \tag{2.3}$$

$$\lambda = 2d\sin\theta \tag{2.4}$$

sinar 1 dan 2 akan menjadi fasa jika beda lintasan sama dengan jumlah dengan panjang gelombang, sehingga diperoleh Persamaan 2.5

$$n\lambda = 2d\sin\theta \tag{2.5}$$

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 Å. Sehingga kristal tidak dapat didifraksikan sinar *ultraviolet* dengan panjang gelombang kirakira 500 Å (Cullity, 1978).

QualX merupakan perangkat lunak komputer yang digunakan untuk mengidentifikasi analisis data kualitatif XRD dengan cara mencocokkan data yang diperoleh dari hasil eksperimen dengan database yang telah ada (Altomare *et al.*, 2008). Database yang digunakan untuk melakukan pencocokkan hasil eksperimen XRD berasal dari *Crystallography Open Database* (COD) yang berisi informasi mengenai rumus kimia, grup ruang, struktur kristal, parameter sel, dan panjang gelombang difraksi (Grazulis *et al.*, 2009). Tampilan umum QualX ditunjukkan pada Gambar 2.6 dan tampilan POW_COD ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.6 Tampilan umum QualX (Altomare et al., 2008).

¥			Card Info			
6 Q 1						
		1	00-900-8877			-
COD CIF File	http://ww	w.crystallograp	hy.net/information_o	card.php?cif=90	08877	
Mineral Name	Zincite					
Formula	O Zn					
Quality	C (calcula	ted pattern)				
1/Ic	7.40					
Reference	Wyckoff, I	R. W. G., Crystal	Structures, 1 (1963	1		
Space Group	P 63 m c	(186)				
Crystal system	Hexagon	N. NAMES A				
Cell parameters	a=3.2495	A c=5.2069 Å				
Cell volume	47.62 A 3					
wavelength	1.54056 A					
Calc Deputts	2/0.027 0	-1 -				
Car, Density	3.6/3 g c	m-3				
10.00		D	iffraction data	1000	100	
2the	eta	d[A]	Int.	hkl	mult	
31.77	/1/	28141	467.96	100	6	
34.42	200	2.6034	286.65	002	2	
36.25	54	2,4757	1000.00	101	12	
47,53	387	19111	163.34	102	12	
56.60	023	1.6247	292.59	2 -1 0	6	
62.85	538	1,4773	297.86	103	12	
66.38	809	1.4071	40.88	200	6	
67.94	487	1.3784	193.87	2 -1 2	12	
69.05	195	1.3584	126.57	201	12	
72.54	525	1.3017	22.08	004	2	
76.96	509	1.2379	31.51	202	12	
81.37	777	11815	22.70	104	12	
89.61	170	1,0930	87.68	203	12	
92.80	379	1.0636	26.73	3 -1 0	12	
95 33	200	1.0421	93.71	3 -1 1	24	
98.61	158	1.0159	54.27	2 -1 4	12	
			Remarks			
Diffracti	on pattern	calculated by 8	EXPO from COD da	tabase CIF file		
L/Ic calo	uted by FY	PO		and an one		
ers same	and of the					

Gambar 2.7 Tampilan data POW COD (Altomare., 2015).

Secara umum hasil pengukuran data kuantitatif XRD adalah dalam bentuk spektrum yang mengandung informasi mengenai struktur melalui ukuran partikel, simetri atom, bentuk kristal atau amorph, orientasi bahan seperti tegangan, vibrasi thermal, dan cacat kristal (Sembiring and Simanjuntak, 2015). Semua informasi tersebut tercakup dalam posisi, tinggi, bentuk, dan lebar puncak difraksi (Louër and Mittemeijer, 2001). Untuk mengetahui informasi tersebut diperlukan analisis lebih lanjut dengan menggunakan metode rietveld. Metode rietveld adalah analisis secara detail mengenai struktur dan komposisi sampel prokristalin secara objektif dengan meminimalkan selisih antara data intensitas perhitungan dengan data intensitas pengamatan melalui pola difraksi (Hunter and Howard, 1997; Kisi, 1994). Rietica digunakan untuk refinement struktur menggunakan metode Rietveld. Untuk memperoleh kesesuaian antara data pengamatan dan perhitungan, parameter yang di *refine* pada rietica adalah *background*, parameter sel, faktor skala, grup ruang, dan preferred oriented dari masing-masing atom. Dalam proses penghalusan ditentukan oleh indeks GoF (Goodness of Fitting) atau χ . Indeks tersebut dipengaruhi oleh besarnya nilai kecocokan indeks R pada Rp, Rwp dan Rexp. Rp merupakan kecocokan profil indeks R. R_{wp} merupakan indeks kecocokan bobot dari R, dan R_{exp} merupakan nilai indeks R yang diharapkan dalam penococokan. Dalam proses penghalusan tersebut refinement dapat diterima jika nilai $\chi < 4$ (Young, 1993; Kisi, 1994).

2.7 Energi Band Gap

Energi *band gap* merupakan rentang energi antara pita valensi dan pita konduksi dalam bahan semikonduktor atau isolator yang terdiri dari dua bahan semikonduktor yaitu *direct band gap* dan *indirect band gap*. *Direct band gap* merupakan transisi celah pita yang berlangsung pada saat energi berubah tetapi momentumnya kekal, hal ini terbentuk pada saat titik energi terendah dari pita konduksi dan titik energi tertinggi dari pita valensi yang memiliki nilai yang sama pada ruang k. Sedangkan *indirect band gap* merupakan transisi celah pita dimana energi dan momentumnya tidak berubah dan terbentuk antara titik energi terendah pita konduksi dan titik energi tertinggi pita valensi yang memiliki nilai berbeda pada ruang k. Pada dasarnya energi band gap adalah interval energi dengan keadaan elektronik yang sangat rendah antara pita valensi dan pita konduksi yang masingmasing memiliki kerapatan tinggi (Borg and Dienes, 1992). Penentuan energi band gap bertujuan untuk mengetahui besarnya energi yang dibutuhkan elektron untuk berpindah dari pita valensi ke pita konduksi. Terdapat dua jenis energi band gap yaitu optical band gap dan electrical band gap yang memiliki perbedaan, seperti pada optical band gap merupakan ambang batas penyerepan foton sedangkan electrical band gap yaitu ambang untuk menciptakan pasangan lubang elektron yang terikat satu sama lain. Dihampir semua semikonduktor anorganik seperti silikon, gallium arsenide, dan lain-lain hanya ada sedikit interaksi antara elektron dan hole, oleh karena itu celah pita optical dan electrical pada dasarnya identik dan perbedaan diantaranya diabaikan. Namun, dalam beberapa sistem, termasuk semikonduktor organik dan nanotube grafit berdinding tunggal perbedaannya terlihat signifikan.

Energi *band gap* dikarakterisasi menggunakan *Diffuse Reflectance Spectra* (UV-Vis DRS). Teknik karakterisasinya menggambarkan perilaku elektronik yang hadir dalam struktur padatan melalui spektrum serapan atau absorbansi (Lopez and Gomez, 2012). Spektrum serapan terdiri dari dua bahan yaitu, spektrum serapan

kuat dan spektrum serapan lemah. Perbedaan antara bahan serapan lemah dan kuat terkait dengan besarnya ketergantungan absorbansi. Pada bahan serapan kuat, absorbansi meningkat dengan berkurangnya ukuran partikel untuk ukuran yang lebih kecil dari panjang gelombang melalui peningkatan koefisien absorpsi. Sebaliknya, pada bahan dengan serapan lemah, peningkaan ukuran partikel di atas panjang gelombang menghasilkan peningkatan absorbansi. Absorbansi tersebut sebagai pengaruh dari adanya interaksi radiasi sinar *ultraviolet* (UV) dan sinar tampak terhadap materi. Radiasi sinar UV dan sinar tampak yang bekerja pada alat UV- Vis DRS memiliki panjang gelombang 200 – 800 nm, panjang gelombang 200 nm memiliki besar energi tertentu berdasarkan E = hv. Panjang gelombang 200 nm memiliki energi sebesar 6,2 eV dan panjang gelombang 800 nm memiliki energi sebesar 1,5 eV. Semakin besar panjang gelombang maka energinya semakin kecil (Morales *et al*, 2007; Torrent and Barron, 2008) untuk memperoleh besarnya nilai energi *band gap*, data reflektansi diolah menggunakan teorema Kubelka-Munk pada Persamaan (2.6) dan persamaan *Tauc* pada Persamaan (2.7)

$$F(R_{\infty}) = \frac{K}{S} = \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2R_{\infty}}$$
(2.6)

$$\left[F(R_{\infty})hv\right]^{2} = A\left(hv - E_{g}\right)$$
(2.7)

dengan $F(R_{\infty})$ merupakan fungsi Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorbsi (m²/kg), S adalah koefisien hamburan (m²/kg), R_{∞} adalah pemantulan difusi, h adalah konstanta Planck (6,6×10⁻³⁴ m² kg/s), A adalah konstanta proporsionalitas (Joule), v adalah frekuensi (Hz), dan E_g adalah energi band gap (eV). Besarnya nilai energi band gap diperoleh dengan menarik garis lurus dari plotting $[F(R_{\infty})hv]^2$ terhadap hv (Morales et al., 2007).

2.8 Konduktivitas Listrik

Konduktivitas listrik adalah kemampuan suatu bahan untuk menghantarkan arus listrik, tetapi faktor yang mempengaruhi konduktivitas listrik adalah konduktivitas serbuk, fraksi volume, dan sifat serbuk seperti ukuran, bentuk, luas permukaan, distribusi, dan orientasi, bubuk pengisi. Konduktivitas listrik ditentukan oleh kontak antara bubuk dalam matriks polimer. Proses pembuatan dan kondisi material komposit memainkan peran penting dalam konduktivitas karena mempengaruhi dispersi, orientasi dan jarak antara serbuk dalam matriks polimer (Kalaitzidou *et al.*, 2010). Konduktivitas listrik memiliki efek yang besar pada resistivitas suatu material. Resistivitas suatu bahan berbanding terbalik dengan konduktivitasnya. Material yang memiliki nilai resistivitas besar akan sulit menghantarkan arus listrik, sedangkan material yang memiliki resistivitas rendah, maka memiliki konduktivitas yang tinggi.

Nilai konduktivitas listrik suatu bahan dapat diketahui menggunakan LCR meter. LCR meter adalah sebuah perangkat elektronika yang digunakan untuk mengukur induktansi (L), kapasitansi (C), dan resistansi (R) dari suatu komponen. Prinsip kerja dari alat adalah dimana nilai yang sebenarnya dari beberapa jenis pengukuran tidak diukur, melainkan yang diukur adalah impedansi, impedansi diukur secara internal dan dikonversi ke layar penampil pengukuran yang dikonversikan ke kapasitansi atau nilai induktansi yang sesuai. LCR meter terhubung pada sebuah monitor dengan *software* dan menggunakan frekuensi sebagai sumbernya. Pengukuran menggunakan LCR menampilkan nilai resistansi masing-masing sampel. Berdasarkan nilai resistansi, ketebalan sampel dan luas

penampang maka dapat dihitung besar nilai konduktivitas listrik yang ditunjukkan pada Persamaan 2.8

$$\sigma = G \frac{l}{A} \tag{2.8}$$

dengan σ adalah konduktivitas listrik (S/m), *L* adalah ketebalan sampel (m), *G* adalah konduktansi (Siemens), dan *A* adalah cross section permukaan sampel (m²). Berdasarkan penelitian, besarnya nilai konduktivitas listrik erat kaitannya dengan nilai energi *band gap*. Semakin kecil energi *band gap* suatu bahan, maka konduktivitas listriknya akan semakin baik (Sawicki *et al.*, 2015).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Proses *Sintering* dilakukan di Laboratorium Fisika Dasar Universitas Lampung, pengujian struktur kristal (XRD) dilakukan di Greenlabs (Glabs) Indonesia. Pengujian ikatan gugus fungsi (FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Universitas Gadjah Mada. Pengujian nilai energi *band gap* (UV-Vis DRS) dilakukan di Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang. Sedangkan, pengujian konduktivitas listrik (LCR-meter) dilakukan di Laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju BATAN, Serpong.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini dirangkum dalam Tabel 3.1 sedangkan alat-alat yang digunakan dirangkum dalam Tabel 3.2 dan Tabel 3.3.

No	Nama Alat	Fungsi
1	Gelas Beker	Untuk menampung larutan
2	Spatula	Untuk mengaduk campuran prekursor
3	Gelas Ukur	Untukmengukur volume larutan
4	Hotplate Magnetic	Untuk mengaduk larutan agar homogen dan
	Stirrer	memanaskan larutan
5	Kondensor Refluks	Untuk tempat air mengalir sebagai pendingin
		gas yang menguap
6	Labu Refluks	Untuk tempat larutan prekursor yang hendak
		direfluks
7	Kertas pH	Untuk mengukur pH larutan
8	Termometer	Untuk mengukur suhu larutan
9	Oven	Untuk mengeringkan gel
10	Mortar dan Pestle	Untuk menghaluskan serbuk material
11	Kompor Listrik	Untuk memanaskan larutan KOH dan sekam
		padi
12	Timbangan Digital	Untuk menimbang massa material
13	Labu Erlenmeyer	Untuk menampung sol silika
14	Corong	Untuk membantu larutan dan sol silika mudah
		masuk dalam labu erlenmeyer
15	Alumunium Foil	Untuk tempat gel silika yang hendak
		dikeringkan
16	Plastik Wrap	Untuk menutup sampel
17	Kertas Saring	Untuk menyaring sol dan gel silika
18	Ayakan 200 Mesh	Untuk menyaring serbuk silika
19	Air	Untuk pendingin uap pada kondensor refluks

Tabel 3.1. Alat-alat penelitian

Tabel 3.2 Bahan-bahan Penelitian

No	Nama Bahan	Fungsi
1	Sekam Padi	Untuk sumber silika
2	Akuades	Untuk melarutkan prekursor
3	HNO ₃ 68% (<i>Rp</i>	Untuk mengubah pH agar sol silika berubah
	Chemical Product)	menjadi silika gel
4	Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O 99%	Untuk sumber Fe
	(Merck)	
5	NaOH 90% (<i>Rp</i>	Untuk sumber Na dan pelarut serbuk silika
	Chemical Product)	
6	Asam Sitrat Monohidrat	Untuk agen perekat prekursor
	100% (Merck)	
7	Carbon (graphite)	Untuk meningkatkan konduktivitas
8	Carboxyl metil celulose	
	(CMC)	Untuk pengikat prekusor

Tabel 3.3 Alat-alat Karakterisasi

No	Nama Alat	Fungsi
1	XRD X'Pert <i>Powder</i> PW 30/40	Untuk analisis struktur kristal
2	UV-VIS & DRS Shimidzu UV-2450 iS10	Untuk analisis reflektansi
3	FTIR Spectrometer	Untuk analisis gugus fungsi
4	LCR meter HIOKI 3520- 52	Untuk analisis konduktivitas dan resistansi

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur yang dilakukan pada penelitian ini meliputi preparasi sekam padi, ekstraksi silika dari sekam padi, sintesis Na₂FeSiO₄, sintering, dan karakterisasi.

3.3.1 Preparasi Sekam Padi

Preparasi sekam padi yang pertama dilakukan yaitu memisahkan 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

Berdasarkan metode yang telah dilakukan oleh Amalia (2019), serbuk silika yang digunakan diperoleh dari sekam padi dengan metode *sol-gel*. Sebanyak 50 g sekam padi ditambahkan ke dalam 500 ml larutan NaOH 1,5% dan dipanaskan selama 30 menit hingga terbentuk sol silika berwarna coklat pekat. Sol ini didiamkan selama 24 jam kemudian disaring menggunakan kertas saring whatman. 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 110 °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 Amalia (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.

$$2\text{NaOH} + \text{SiO}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{H}_2\text{O}\uparrow$$
(3.1)

 $\Delta G = -1427 \ kJ/mol$ (Ghosh and Bhattacherjee, 2013)

$$Na_{2}SiO_{3} + (FeNO_{3})_{3}.9H_{2}O \rightarrow Na_{2}FeSiO_{4} + \frac{3}{2}N_{2}\uparrow + 4O_{2}\uparrow + 9H_{2}O\uparrow$$
(3.2)

 $\Delta G = +1765,364 \ kJ$ (Ghosh and Bhattacherjee, 2013)

Pertama-tama, 0,4 g NaOH; 2,02 g Fe(NO₃)₃.9H₂O; dan 2 g C₆H₈O₇.H₂O masingmasing dilarutkan dalam 10 ml, 25 ml, dan 20 ml akuades. Sebanyak 0,3 g SiO₂ kemudian ditambahkan ke dalam laurtan 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 $C_6H_8O_7$. H_2O hingga pH larutan bernilai 1. Campuran larutan kemudian dimasukkan ke dalam sistem refluks pada suhu 80 °C selama 5 jam sampai terbentuk endapan kental seperti gel. Endapan gel tersebut dikeringkan pada suhu 130 °C hingga kering. *Gel* yang telah kering digerus menggunakan *mortar* dan *pestle* hingga terbentuk serbuk kemudian di*sintering*.

3.3.4 Sintering dan Pembuatan Bahan Katode

Sintering dilakukan pada suhu 425 °C, 450 °C, 475 °C, dan 500 °C dengan kenaikan 3 °C per menit dan waktu tahan selama 10 jam pada tiap suhu. Sampel yang telah disintering selanjutnya digerus kembali menggunakan mortar dan *pestle* kemudian diayak menggunakan mesh. Hasil yang diperoleh kemudian di preparasi dengan bahan material aktif yaitu grafit sebesar 20%, *carboxymetil celullose sodium* (CMC) sebesar 10% dan Na₂FeSiO₄ sebesar 70%. Bahan-bahan tersebut kemudian dibuat *slurry* dengan N-*Methyl*-2-*pyrrolidone* (NMP) sebagai pelarut. Selanjutnya *slurry* tersebut dikeringkan pada suhu 120 °C di dalam oven selama 10 jam. Sampel yang telah jadi kemudian dikompaksi dengan tekanan 78.400 KPa hingga membentuk pelet.

3.3.5 Karakterisasi

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

3.3.5.1 Analisis Struktur Kristal

Struktur Na₂FeSiO₄ hasil sintesis dikarakterisasi dengan X'Pert Powder PW 30/40 menggunakan radiasi 40 kV dan 30 mA Cu-Kα. Ukuran yang digunakan adalah 0,02° per menit dalam kisaran 2 dari 5° hingga 100°. Data difraksi yang diperoleh dari hasil penelitian dianalisis menggunakan metode *search match* pada *software* QualX versi 2.24. Dapatkan data kristalografi yang sesuai. Lihat karya

sebelumnya oleh Riyanto *et al.*, (2020). Data yang diperoleh diolah oleh *Rietica* untuk menentukan rasio kecocokan antara data yang dihitung dan data eksperimen.

3.3.5.2 Analisis Gugus Fungsi

Gugus fungsi Na₂FeSiO₄ dianalisis menggunakan spektrometer FTIR Nicolet Is10 pada rentang panjang gelombang 4000 - 400 cm⁻¹. Dalam analisis ini, sampel disiapkan dengan menggiling bubuk sampel dengan kalium bromida (KBr) dan membentuknya menjadi pelet. Analisis data dilakukan dengan membandingkan hasil dengan tabel bilangan gelombang dan gugus fungsi FTIR serta hasil penelitian sebelumnya.

3.3.5.3 Analisis Konduktivitas Listrik

Konduktivitas listrik Na_2FeSiO_4 diukur menggunakan LCR meter HIOKI 3520-52 pada rentang frekuensi 0,1 Hz – 100 kHz dengan arus AC dan dihitung menggunakan Persamaan (2.3).

3.3.5.4 Analisis Energi Band Gap

Reflektansi Na₂FeSiO₄ dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis dan DRS Shimidzu UV-2450 pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Analisis energi *band gap* kemudian dilakukan dengan mengolah data reflektansi difus melalui teorema Kubelka-Munk pada Persamaan (2.6) dan persamaan *Tauc* pada Persamaan (2.7).

3.4 Diagram Alir

Diagram alir pada penelitian ini dapat di lihat pada Gambar 3. 1, 3.2 dan 3.3.



Gambar 3.1 Diagram Alir Ekstraksi Silika dari Sekam Padi.



Gambar 3.2 Diagram Alir Sintesis Na₂FeSiO₄.



Gambar 3.3 Diagram Alir Pembuatan Komposit Katode Na₂FeSiO₄/C.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan pada komposit Na₂FeSiO₄/C berbasis silika sekam padi, diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

- a). Peningkatan suhu *sintering* dan penambahan grafit mempengaruhi gugus fungsi yang terlihat pada pergeseran intensitas transmitansi gugus Na-O, Fe-O dan Si-O. Suhu *sintering* tidak mempengaruhi fasa yang terbentuk, yakni terdiri dari fasa Na₂FeSiO₄, FeSiO₃, dan grafit (C). Ukuran parameter sel Na₂FeSiO₄ meningkat pada suhu 450 °C sebesar 7,4863 Å.
 - b). Peningkatan suhu *sintering* dan penambahan grafit mempengaruhi nilai energi *band gap* dalam bentuk penurunan nilai energi *band gap* yaitu sebesar 1,90 eV; 1,86 eV; 1,70 eV; dan 1,56 eV seiring dengan meningkatnya suhu *sintering*.
 - c). Peningkatan suhu *sintering* dan penambahan grafit mempengaruhi nilai konduktivitas listrik yang tidak linier. Ketidaklinieran tersebut menunjukkan kondisi yang sama dengan parameter sel dan volume unit selnya. Parameter sel dan volume unit sel fasa Na₂FeSiO₄ pada suhu 450 °C lebih tinggi dibandingkan pada suhu 425 °C, 475 °C dan 500 °C, sehingga nilai konduktivitas listrik sampel pada suhu 450 °C lebih tinggi.

2. Peningkatan suhu *sintering* dan penambahan grafit mempengaruhi intensitas transmitansi berupa pergeseran pada beberapa gugus fungsi yang terkait dengan parameter sel fasa Na₂FeSiO₄ yang mengecil. Hal tersebut diikuti dengan penurunan nilai energi *band gap* dan peningkatan nilai konduktivitas listrik yang dihasilkan dari pengujian sifat listrik. Ditinjau dari nilai konduktivitas listriknya komposit Na₂FeSiO₄/C berada pada orde 10⁻³ – 10⁻² S/m dan termasuk dalam material semikonduktor.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperlukan penelitian lebih lanjut untuk menghasilkan produk prototipe katode Na-ion dan dilakukan uji sifat elektrokimia dari material Na₂FeSiO₄/C agar dapat memberikan informasi yang lebih luas. Salah satu metode yang dapat digunakan untuk mengetahui sifat tersebut yaitu *Cyclic Voltametry* (CV).

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullahi, S.S., Guner, S., Koseoglu, Y., Musa, I.M., Adamu, B.I., and Abdulhamid, 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 (8): 241–246.
- Ali, B., Rehman, A., Ghafoor, F., Shahzad, M. I., Shah, S. K., and Abbas, S. M. 2018. Interconnected mesoporous Na₂FeSiO₄ nanospheres supported on carbon. *Journal of Power Sources*. 396 (10): 467-475.
- Altomare, A., Cuocci, C. and Giacovazzo, C. 2008. QualX : a computer program for qualitative analysis using powder diffraction data. *Journal of Application Crystalography.* 41(4): 815–817.
- Altomare, A., Corriero, N., Cuocci, C., Falcicchio, A., Moliterni, A., and Rizzi, R. 2015. QualX2.0: a qualitative phase analysis software using the freely available database POW _ COD. *Journal of Crystalgraphy*. 48 (6): 598–603.
- Amalia, A. R. 2019. Pengaruh perlakuan termal terhadap struktur kristal dan karakteristik sifat listrik pada bahan polianion Na₂FeSiO₄ berbasis silika sekam padi. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Anika, F., Djamas, D. and Ramli. 2015. Pengaruh variasi penambahan serbuk grafit dalam pasir terhadap konduktivitas listrik beton k-350. *Pillar of Physics*. 6 (1): 57–64.
- Aziz, M., Marcellino, Y., Rizki, I.A., Ikhwanuddin, S.A., Simatupang, J.W. 2020. Studi analisis perkembangan teknologi dan dukungan pemerintah indonesia terkait mobil listrik. *Tesla: Jurnal Teknik Elektro*. 22 (1): 45-55.
- Beiser, A. 1963. Konsep Fisika Modern. Erlangga. Jakarta.
- Berthomieu, C. and Hienerwadel, R. 2009. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. *Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy*. 101(8): 157–170.

- Bianchini, F., Fjellvåg, H. and Vajeeston, P. 2017. First-principles study of the structural stability and electrochemical properties of Na₂MSiO₄ (M = Mn, Fe, Co and Ni) polymorphs. *Physical Chemistry Chemical Physics*. 19(22): 14462–14470.
- Borg, R., and Dienes, G. 1992. *The Physical Chemistry of Solids*. Academic Press. Boston.
- Chung, D. D. L. 2002. Review graphite. *Journal of Materials Science*, 37 (8): 1475–1489.
- Coates, J. 2000. Interpretation of infrared spectra, a practical approach. *Encyclopedia of Analytical Chemistry*. 1 (23): 10815–10837.
- Cullity, B.D. 1978. *Element of X-Ray Diffraction Second Edition*. Addition Wesley Publishing Company. Philippines.
- Dahliana, D., Sembiring, S. and Wasinton, S. 2013. Pengaruh suhu sintering terhadap karakteristik fisis komposit Mg-O-SiO₂ berbasis silika sekam padi. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. 1(1): 1–4.
- Danielewicz, D., Kmiotek, M., and Surma-Ślusarska, B. 2019. Study of ionic liquids UV-VIS and FT-IR spectra before and after heating and spruce groundwood dissolution. *Fibres and Textiles in Eastern Europe*. 1 (133): 118-123.
- Duncan, H., Kondamreddy, A., Mercier, P. H. J., Page, Y. L., Abu-Lebdeh, Y., Couillard, M., Whitfield, P. S., And Davidson, I. J. 2011. Polymorph for Li₂MnSiO₄ and electrochemical activity as a cathode material in Li-On batteries. *Chemistry of Material*. 23 (24): 5446-5456.
- Duygu, D. Y., Baykal, T., Açikgöz, I., and Yildiz, K. 2009. Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy for biological studies. G.U. *Journal of Science*. 22 (3): 117-121.
- Franger, S., Cras, F. L., Bourbon, C., Rouault, H. 2003. Comparison between different LiFePO₄ synthesis routes and their influence on its physico-chemical properties. *Journal of Power Sources*. 119 (121): 252-257.
- Elleithy, K and Sobh, T. 2012. Innovations and Advansec in Computer, Information, System Sciences, and Engineering. Springer. New York.
- 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.
- Ghosh, R. and Bhattacherjee, S. 2013. A Review study on precipitated silica and activated carbon from rice husk. *Journal Chemical Engineering and*

Process Technology. 4 (4): 1-7.

- Gong, Z., Li, Y., He, G., and Lie, J. 2008. Nanostructured Li₂FeSiO₄ electrode material synthesized through hydrothermal-assisted sol-gel process. *Electrochemical and Solid State Letters*. 11 (5): 60-63.
- Grazulis, S., Chateiger, D., Downs, R. T., Yokochi, A. F. T., Quirós, M., Lutterotti, L., Manakova, E., Butkus, J., Moeckg, P., and Le Bailh, A. 2009. Crystallography open database an open access collection of crystal structures. *Journal of Applied Crystalography*. 42 (1): 726–729.
- Hunter, B., and Howard, C. 1997. A Computer Program for Rietveld Analysis of X-Ray and Neutron Powder Diffraction Patterns. Australian Nuclear Science and Technology Organization. Australia.
- Iskandar, H., and Yulanto, D. 2021. Studi analisis perkembangan teknologi kendaraan listrik hibrida. *Journal of Automotive Technology Vocational*. 2 (1): 31–44.
- 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.
- Jiang, X., Li, S., Xiang, G., Li, Q., He, L., and Gu, K. 2016. Determination of the acid values of edible oils via FT-IR spectroscopy based on the OAH stretching band. *Food Chemistry*. 212: 585–589.
- Kalaitzidou, K., Fukushima, H. and Drzal, L. T. 2010. A route for polymer nanocomposites with engineered electrical conductivity and percolation threshold. *Materials*. 3 (2): 1089–1103.
- Kaliyappan, K. and Chen, Z. 2018. Facile solid-state synthesis of eco-friendly sodium iron silicate with exceptional sodium storage behaviour. *Electrochimica Acta*. 283: 1384–1389.
- Kasavajjula, C. Wang, and P. E. Arce. 2008. Discharge model for LiFePO₄ accounting for the solid solution range. *Journal Electrochem*.155: 866-A874.
- Kee, Y., Dimov, N., Staykov, A., and Okada, S. 2016. Investigation of metastable Na₂FeSiO₄ as a cathode material for Na-ion. *Materials Chemistry and Physics*. 171: 45-49.
- Keeling J. L., Raven M. D and Gates W. P. 2000. Geology and characterization of two hydrothermal nontronites from weathered metamorphic rocks at uley graphite mine. *Clays and Clay Minerals* 48: 537–548.
- Kisi, E. 1994. Rietveld analysis of powder diffraction patterns. *Material Forum*. 18: 135-153.

- Larsson, P., Ahuja, R., and Thomas, J. 2006. An ab initio study of the Li-ion battery cathode material Li₂FeSiO₄. *Electrochemistry Communications*. 8 (5): 797–800.
- Le, V. H., Thuc, C. N., & Thuc, H. H. 2013. Synthesis of silica nanoparticles from Vietnamese rice husk by sol-gel method. *Nanoscale Research Letters*. 8: 58 58.
- Lee, J. H., Kwon, J. H., Lee, J. W., Lee, H.C., Jeong, H.S., Byoung-In. 2017. Preparation of high purity silica originated from rice husks by chemically removing metallic impurities. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 50: 79–85.
- Li, J., Daniel, C., Mohanty, D., Nagpure, S., and Wood, D. L., 2016. The state of understanding of the lithium-ionbattery graphite solid electrolyte interphase (SEI) and its relationship to formation cycling. *Carbon.* 105 (27): 52–76.
- Liu, R.C., Jianjun, L., Zhiwen, D., Qing, A., Xiaoshuai, P., Yi, Z., Zhu, Y., Minwei F. D. 2018. Preparation of LiFePO₄/C cathode materials via a green synthesis route for lithium-ion battery applications. *Materials*. 11(11): 1–13.
- Lopez, R. and Gomez, R. 2012. Band gap energy estimation from diffuse reflectance measurements on sol gel and commercial TiO₂: a comparative study. *Journal of Sol-Gel Science Technologhy*. 61: 1–7.
- Louer, D., and Mittemeijer, E. 2001. The Rietveld methode. *Material and Science Forum.* 378-381
- Lu, J. and Yamada, A. 2016. Ionic and electronic transport in alluaudite Na₂Fe₂(SO₄)₃. *Chem Electro*. 3 (6): 902-906.
- Mauliana, M. I. 2015. Karakterisasi pembentukan komposit katoda LFP/C menggunakan metode solid-state reaction dengan characterization of carbon composite LFP/C by solid-state reaction methods in various temperature calcination in inert condition. *Skripsi*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Morales, A. E., Mora, E. S. and Pal, U. 2007. Use of diffuse reflectance spectroscopy for optical characterization of un-supported nanostructures. *Revista Mexicana De Fisica*. 53(5): 18–22.
- Mundszinger M, Farsi S, Rapp M, Golla-Schindler U, Kaiser U and Wachtler M 2017. Morphology and texture of spheroidized natural and synthetic graphites. *Carbon* 111 (8): 764–773.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., and Ragadhita, R. 2019. How to read and interpret ftir spectroscope of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*. 4 (1): 97–118.

- Nopianingsih, N. N. S., Sudiarta, I. W., and Sulihingtyas, W. D. 2015. Sintesis silika gel termobilisasi difenilkabazon dari abu sekam padi melalui teknik sol gel. *Jurnal Kimia*. 9 (2): 226-234.
- Nytén, A., Abouimrane, A., Armand, M., Gustafsson, T., Thomas, J. 2005. Electrochemical performance of Li₂FeSiO₄ as new Li-battery cathode material. *Electrochemistry Communications*. 7 (2): 156–160.
- Ojeda, J.J., and Dittrich, M. 2012. Fourier transform infrared spectroscopy for molecular analysis of microbial cell. *Microbial System Biology*. 881 (1): 187-211.
- Pode, R. 2016. Potential applications of rice husk ash waste from rice husk biomass power plant. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 53: 1468-1485.
- Pollet, B., Kocha, S., and Staffeli, I. 2019. Current status of automotive fuel cells for sustainable transport. *Current Opinion in Electrochemistry*. 16 (1): 90-95.
- Putro, A. L. and 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.
- Rangasamy, V. S., Thayumanasundaram, S., and Locquet, J. 2018. Solvothermal synthesis and electrochemical properties of Na₂COSiO₄/Carbon nanotube cathode material for sodium-ion batteries. *Electrochimica Acta*. 276 (4): 102-110.
- Richman, M. H. 1967. An Introduction to The Science of Metals. Blaisdell Publishing Company. USA.
- Riyanto, A., Sembiring, S., and Junaidi. 2017. Karakteristik fisis aluminosilikat geopolimer berbasis silika sekam padi untuk aplikasi fast ionic conductor. *Reaktor.* 17 (2): 96-103
- Riyanto, A., Sembiring, S., Megawati, M., Mabarroh, N., Junaidi, J., dan Ginting, E. 2019. Analisis transisi fasa dan sifat dielektrik pada Li₂CoSiO₄ yang dipreparasi dari silika sekam padi dan produk daur ulang katoda baterai ion lithium bekas. *Alchemy Jurnal Penelitian Kimia*. 15 (1): 89-103.
- Riyanto, A., Suprihatin., Syafriadi., Sembiring, S. Karimah, R. S., Suhesti, E. Y., Sari, N., and Almusawi, R. 2022. Effect of thermal treatment on the phase formation and electrical properties of rice husk silica based Na₂FeSiO₄ precursors. *Ceramics – Silikaty*. 66 (1): 95-103.
- Sari, N. 2021. Pengaruh variasi suhu sintering (425 °*C*, 450 °*C*,475 °*C*) terhadap pembentukan fasa kristal dan sifat listrik polianion Na₂FeSiO₄ berbasis silika sekam padi. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.

- Sawicki, B., Tomaszewicz, E., Piątkowska, M., Grońa, T., Duda, H., and Górny, K. 2016. Correlation between the band-gap energy and the electrical conductivity in MPr₂W₂O₁₀ tungstates (Where M = Cd, Co, Mn). *Acta Physica Polonica* A. 129 (1): 94–96.
- Sembiring, S., dan Karo Karo, P. 2007. Pengaruh suhu sintering terhadap karakteristik termal dan mikrostruktur silika sekam padi. *Jurnal Sains Mipa*. 13 (3): 233-239.
- Setyo, N.A. 2004. Pengaruh perubahan temperatur pada proses kristalisasi logam. *Jurnal Teknik*. 21: 17-26.
- Sheykhan, M., Yahyazadeh, A., & Ramezani, L. 2017. A novel cooperative Lewis acid/Bronsted base catalyst Fe₃O₄/SiO₂-Fe(OH)₂: An efficient catalyst for the Biginelli reaction. *Molecular Catalysis*. 435: 166–173.
- Stuart, B. 2004. *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Aplications*. John Wiley & Sons, Inc. USA.
- Suka, I. G., Simanjuntak, W., Sembiring, S., dan Trisnawati, E. 2008. Karakteristik silika sekam padi dari provinsi lampung yang diperoleh dengan metode ekstraksi. Jurnal Sains Mipa. 37 (1): 47-52
- Suryana, N. and Sahrul. H. 2021. Pengujian pengaruh temperatur sintering terhadap peningkatan kristalinitas grafit dari limbah kulit kemiri. *Jurnal Ilmu dan Inovasi Fisika*. 5: 164-169.
- Suseno, J. E., and Firdaus K. S. 2008. Rancang bangun spektroskopi FTIR (Fourier Transform Infrared) untuk penentuan kualitas susu sapi. *Journal of Berkala Fisika*. 11: 23-28.
- Sutopo, W. and Kadir, E. A. 2017. An Indonesian standard of Lithium-ion cattery cell ferro phosphate for electric vehicle alications. *Telkomnika* (*Telecommunication Computing Electronics and Control*). 15 (2): 584–589.
- Thowil, A. M. and Ayu, P. P. I. 2015. Analisis perbandingan baterai lithium-ion, lithium-polymer, lead acid dan nickel-metal hydride pada penggunaan mobil listrik. *Jurnal Rekayasa Mesin*, 6 (2): 95–99.
- Tipler, P. A. 1991. *Physics for Scientists and Engineers*. Worth publishers. New York.
- Todkar, B. S., Deorukhkar, O. A., and Deshmukh, S. M. 2016. Extraction of silica from rice husk. *International Journal of Engineering Research and Development*. 12 (3): 60-74.
- Torrent, J. and Barron, V. 2008. Diffuse reflectance spectroscopy. *Methods of Soil Analysis*. 5: 367–385.

Uddin J. 2012. Macro to Nano Spectroscopy. Intech: Croatia.

- Wakihara, M. 2001. Recent developments in lithium ion batteries. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 33: 109–134.
- Wells, B. 2015. Band gap measurements of nonspecular materials using a bifurcated fiber optic method of diffuse reflectance. *Thesis*. University Department of Physics Advisor. Oregon State University.
- Widowati, S. 2000. Pemanfaatan hasil samping penggilingan padi dalam menunjang sistem agroindustri di pedesaan. *Buletin Agrobio*. 4 (1): 33–38.
- Wijayani, A., Khoirul, U., and Siti, tjahjani. 2005. Karakterisasi karboksimetil selulosa (CMC) dari eceng gondok (Eichornia crassipes (Mart) Solms). *Journal Chem.* 5 (3): 228 – 231.
- Wu, P., Wu, S. Q., Lv, X., Zhao, X., Ye, Z., Lin, Z., Wang, C. Z., and Ho, K. M. 2016. Fe-Si networks in Na₂FeSiO₄ cathode materials. *Physical Chemistry Chemical Physics*. 18 (34): 23916-23922.
- Wu, S., Zizhong, H., Zhufeng. 2009. Structural stabilities, electronic structures and lithium deintercalation in Li₂MSiO₄ (M = Mn, Fe, Co, Ni). *Computational Materials Science*, 44 (4): 1243–1251.
- Xu, B. Danna, W., Ziying, M., Ying, S. 2012. Recent progress in cathode materials research for advanced lithium ion batteries. *Materials Science and Engineering: Reports*, 73 (5): 51–65.
- Yang, J., Kang, X., Hu, L., Gong, X., and Mu, S. 2014. Nanocrystalline Li₂FeSiO₄ Synthesized by Carbon Frameworks as an advanced Cathode Material For Li-Ion Batteries. *Journal of Materials Chemistry A*. 3 (2): 6870–6878.
- Young, R. A. 1993. The Rietveld Method. Oxford University Press Inc. New York.
- Yunasfi, P. S. and Madesa, T. 2011. Karaktetristik sifat listrik grafit setelah radiasi dengan sinar - γ. Jurnal Iptek Nuklir Ganendra. 14 (2): 76–80.
- Zhao, X., Wu, S., Lv, X., Nguyen, M. C., Wang, C. Z., Lin, Z., Zhu, Z. Z., and Ho, K. M. 2015. Exploration of tetrahedral structures in silicate cathodes using a motif-network scheme. *Scientific Reports*. 5 (1): 1-9.
- Zhou, K. G. and Zhang, H. L. 2014. Graphene: synthesis, caracterization, and applications. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*. 1 (4): 1-21.
- Zhu, L., Zeng, Y., Wen, J., Li, L., and Cheng, T. M. 2018. Structural and electrochemical properties of Na₂FeSiO₄ polymorphs for sodium-ion batteries. *Electrochimica Acta*. 292: 190-198.