



## Pengaruh Variasi *Chelating Agent* terhadap Karakteristik Produk pada Sintesis Elektrolit Padat $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ dengan Metode Sol-Gel

Sefthymaria<sup>a</sup>, Rahmad Nuryanto<sup>a\*</sup>, Taslimah<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang

\* Corresponding author: [nuryantorahmad@live.undip.ac.id](mailto:nuryantorahmad@live.undip.ac.id)

Article Info	Abstract
<p><b>Keywords:</b> solid electrolyte, sol-gel method, chelating agent, conductivity</p>	<p>Research on the influence of chelating agent variation on solid electrolyte synthesis of <math>\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4</math> with sol-gel method has been done. This study aims to determine the effect of acid variation (ascorbic acid, citric acid and maleic acid) as chelating agent on crystallinity, crystal size, conductivity and morphology of the material produced. The research stages included mixing of reagents, evaporation, drying and calcination. The calcination products were characterized using XRD, multimeter and SEM-EDS. The solid electrolyte constituent minerals were <math>\text{NaMnO}_2</math>, <math>\text{MnO}_2</math>, <math>\text{MgO}</math> and <math>\text{Na}_2\text{O}</math>. The lowest crystallinity and highest conductivity were obtained by products using ascorbic acid as chelating agent, with a conductivity value of <math>1.91 \times 10^{-4} \text{ Scm}^{-1}</math>; the crystal size was 26.09 nm and the agglomerate size of 0.66 <math>\mu\text{m}</math>. The resulting <math>\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4</math> solid electrolyte for variation of ascorbic acid chelating agent had a spinel formula of <math>\text{NaMn}_{1.32}\text{Mg}_{0.68}\text{O}_4</math>.</p>
<p><b>Kata Kunci:</b> elektrolit padat, metode sol-gel, chelating agent, konduktivitas</p>	<p><b>Abstrak</b></p> <p>Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh variasi <i>chelating agent</i> pada sintesis elektrolit padat <math>\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4</math> dengan metode sol-gel. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi asam (asam askorbat, asam sitrat dan asam maleat) sebagai <i>chelating agent</i> terhadap kristalinitas, ukuran kristal, konduktivitas dan morfologi dari material yang dihasilkan. Tahapan penelitian ini meliputi pencampuran reagen, evaporasi, pengeringan dan kalsinasi. Produk kalsinasi dikarakterisasi menggunakan XRD, multimeter dan SEM-EDS. Mineral penyusun elektrolit padat meliputi <math>\text{NaMnO}_2</math>, <math>\text{MnO}_2</math>, <math>\text{MgO}</math> dan <math>\text{Na}_2\text{O}</math>. Kristalinitas terendah dan konduktivitas tertinggi dimiliki oleh produk yang menggunakan asam askorbat sebagai <i>chelating agent</i>, dengan nilai konduktivitas <math>1,91 \times 10^{-4} \text{ Scm}^{-1}</math>; ukuran kristal 26,09 nm dan ukuran aglomerasi 0,66 <math>\mu\text{m}</math>. Elektrolit padat <math>\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4</math> yang dihasilkan untuk variasi <i>chelating agent</i> asam askorbat memiliki formula spinel <math>\text{NaMn}_{1,32}\text{Mg}_{0,68}\text{O}_4</math>.</p>

### 1. Pendahuluan

Perkembangan alat-alat elektronik *portable* sangat pesat dalam beberapa tahun terakhir, sehingga dibutuhkan baterai yang tahan lama sebagai sumber energi. Efektivitas dari satu baterai sangat dipengaruhi oleh komponen-komponen penyusunnya, salah satunya ialah elektrolit. Elektrolit merupakan bagian penting di dalam baterai, baik dalam pengoperasiannya maupun dalam sistem kelengkapannya. Suatu elektrolit harus

dapat menghantarkan elektron dan menghasilkan arus listrik [1, 2]. Material padat dengan ion logam sebagai sumber energi merupakan suatu pengembangan yang menguntungkan untuk diterapkan pada baterai karena tidak menyebabkan kebocoran elektrolit sebagaimana elektrolit cair.

Penyisipan magnesium pada elektrolit padat bertujuan untuk meningkatkan konduktivitas dari elektrolit padat. Magnesium dipilih karena memiliki

berat atom yang lebih kecil dibandingkan dengan mangan [3]. Metode sol-gel digunakan dalam sintesis berbagai material karena memiliki keuntungan seperti morfologi teratur, temperatur kalsinasi yang rendah, ukuran nanopartikel dan luas permukaan yang besar [4, 5].

Sintesis elektrolit padat untuk baterai natrium telah dilakukan oleh Suyati *dkk.* [6]. Hal yang sama juga telah dilakukan oleh Bhide dan Hariharan [7]. Suyati *dkk.* [6], mensintesis material  $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$ , sedangkan Bhide dan Hariharan mensintesis  $\text{Na}_{0,7}\text{CoO}_2$ . Kedua penelitian tersebut membuktikan bahwa ion  $\text{Na}^+$  berkontribusi terhadap konduktivitas produk yang dihasilkan.

Penggunaan chelating agent berpengaruh sangat besar pada mikrostruktur produk yang berhubungan dengan performa elektrokimia produk. Asam sitrat biasanya digunakan sebagai *chelating agent* dalam metode sol gel untuk pencampuran komponen yang homogen pada tingkat atomik [8]. Variasi *chelating agent* (asam oksalat, asam sitrat, asam tartarat dan asam maleat) dalam sintesis  $\text{LiV}_3\text{O}_8$  telah dilakukan oleh Wang *dkk.* [9], yang membuktikan bahwa chelating agent yang berbeda menghasilkan komposisi, morfologi dan performa elektrokimia yang berbeda pula.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis elektrolit padat  $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$  dengan variasi chelating agent menggunakan metode sol-gel untuk mengetahui pengaruh *chelating agent* terhadap karakteristik produk yang dihasilkan. *Chelating agent* yang digunakan pada penelitian ini ialah asam askorbat, asam sitrat, dan asam maleat.

## 2. Metode Penelitian

### Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat gelas, spatula, termometer, *magnetic stirrer*, hotplate, cawan porselen, oven, *furnace*, XRD, multimeter, SEM-EDS. Bahan-bahan yang digunakan adalah aquabides, natrium asetat monohidrat, mangan (II) asetat tetrahidrat, magnesium (II) asetat tetrahidrat, asam sitrat monohidrat, asam maleat anhidrat dan asam askorbat anhidrat.

### Preparasi Larutan

Pembuatan larutan  $\text{NaCH}_3\text{COO}$  0,1 M;  $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  0,3 M dan  $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  0,2 M dilakukan pada suhu kamar dengan melarutkan masing-masing garam natrium asetat monohidrat, mangan (II) asetat tetrahidrat dan magnesium (II) asetat tetrahidrat ke dalam 20 mL aquabidest. Variasi larutan asam 0,3 M dibuat dengan melarutkan masing-masing asam sitrat monohidrat, asam maleat anhidrat dan asam askorbat anhidrat ke dalam 20 ml aquabides.

### Sintesis Elektrolit Padat $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$

Sintesis elektrolit padat  $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$  dilakukan dengan mencampurkan 20 ml larutan  $\text{NaCH}_3\text{COO}$  0,1 M; 20 ml larutan  $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  0,3 M; 20 ml larutan  $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  0,2 M dan 20 ml larutan asam 0,3 M. Campuran larutan kemudian diaduk menggunakan

*magnetic stirrer* selama 2 jam dan dilanjutkan dengan evaporasi pada suhu  $80^\circ\text{C}$  selama  $\pm 3$  jam hingga mengental, lalu didiamkan  $\pm 1$  minggu. Gel yang terbentuk dikeringkan pada suhu  $175^\circ\text{C}$  selama 12 jam, kemudian dikalsinasi pada suhu  $800^\circ\text{C}$  selama 6 jam.

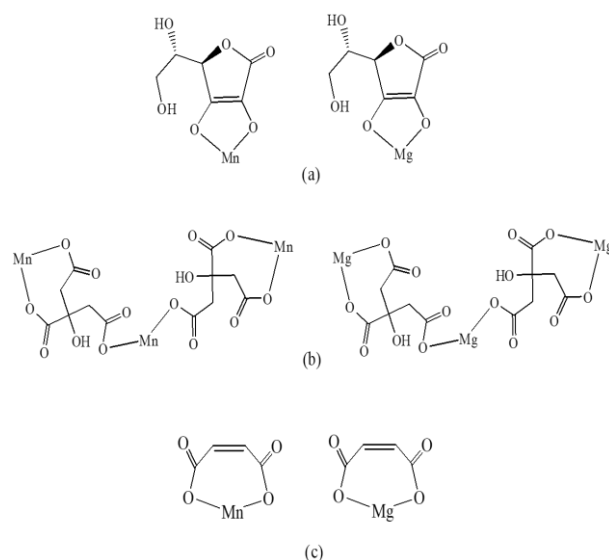
### Karakterisasi Produk

Produk hasil kalsinasi yang berbentuk serbuk dikarakterisasi menggunakan XRD, multimeter dan SEM-EDS untuk mengetahui kristalinitas, ukuran kristal, konduktivitas dan morfologi dari produk.

## 3. Hasil dan Pembahasan

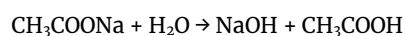
Sintesis  $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$  dengan variasi chelating agent meliputi tahap pembentukan sol dan gel. Chelating agent dapat membentuk ikatan kimia dengan ion-ion secara serempak untuk membentuk sol yang homogen, sehingga menghasilkan pencampuran pada level molekuler dari raw material [9]. Proses pengikatan oleh chelating agent terjadi pada tahap pengadukan.

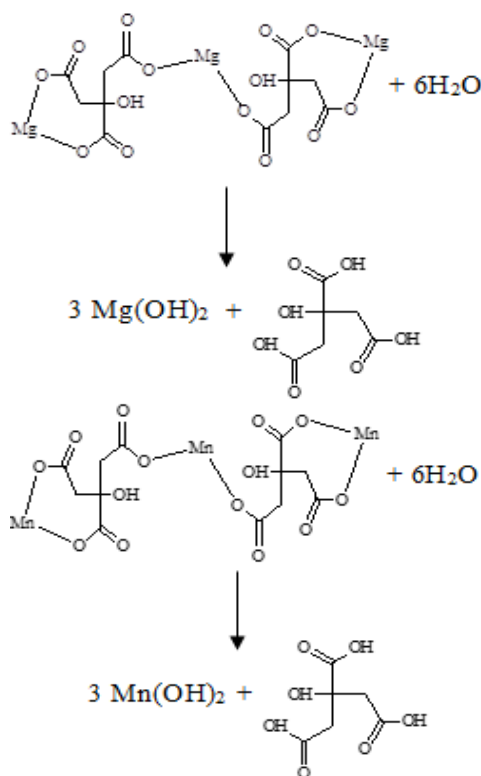
Ion-ion logam akan berikatan dengan anion dari asam askorbat, asam sitrat dan asam maleat membentuk cincin chelate seperti pada gambar 1. Ion  $\text{Na}^+$  tidak dapat menerima pasangan elektron lebih dari satu untuk membentuk cincin chelate seperti ion  $\text{Mn}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$ .



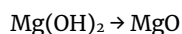
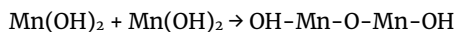
Gambar 1. Chelate dari (a) Mn-askorbat dan Mg askorbat; (b) Mn-sitrat dan Mg-sitrat; (c) Mn-maleat dan Mg-maleat

Reaksi substitusi dan hidrolisis terjadi pada proses pencampuran dan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Proses pengadukan mempercepat terjadinya reaksi sehingga larutan bercampur secara homogen hingga membentuk sol. Reaksi hidrolisis yang terjadi pada proses pengadukan untuk variasi asam sitrat ialah sebagai berikut.

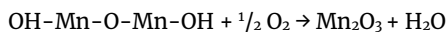




Tahap selanjutnya ialah proses evaporasi pada suhu 80°C. Pada proses evaporasi terjadi reaksi kondensasi dan viskositas larutan meningkat, yang menandakan jaringan gel M-O-M mulai terbentuk. Reaksi kondensasi yang terjadi ialah sebagai berikut.



Gel yang terbentuk dikeringkan pada suhu 175°C untuk menghilangkan cairan (sisa-sisa air dan asam) pada pori-pori jaringan gel. Asam askorbat, asam sitrat dan asam maleat memiliki suhu dekomposisi di sekitar 175°C. Suhu dekomposisi asam askorbat, asam sitrat dan asam maleat masing-masing ialah 190, 175 dan 130°C. Asam askorbat, asam sitrat dan asam maleat akan terdekomposisi menghasilkan karbondioksida (CO<sub>2</sub>) dan uap air (H<sub>2</sub>O), sementara itu Mn (II) akan mengalami oksidasi menjadi Mn (III). Reaksi oksidasi Mn (II) ditunjukkan oleh persamaan berikut ini.

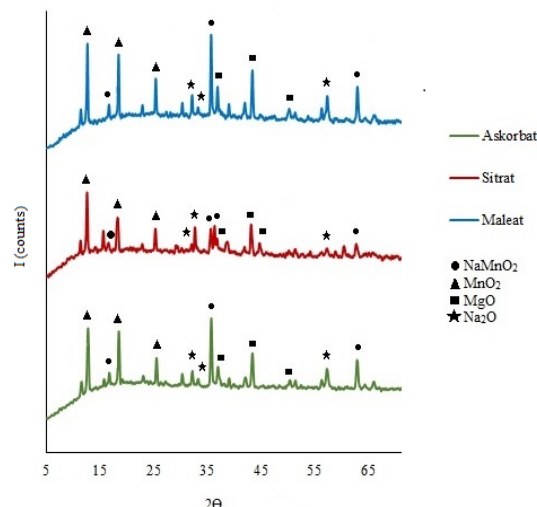


Hasil dari proses pengeringan berupa padatan amorf yang selanjutnya dikalsinasi pada suhu 800°C. Pemanasan hingga 800°C bertujuan untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik dan sebagai energi bagi logam-logam untuk membentuk oksida dan menata diri. Natrium, mangan dan magnesium masing-masing memiliki titik leleh 883, 2060 dan 1090°C [10] sehingga tidak akan berubah fase jika dikalsinasi pada suhu 800°C.

**Analisis XRD**

Gambar 2 merupakan difraktogram dari produk yang terbentuk. Mineral yang terbentuk diidentifikasi

dengan mencocokkan data 2θ yang diperoleh dari hasil analisis XRD dengan data 2θ pada JCPDS yang disajikan pada tabel 1. Jenis-jenis oksida yang terdapat pada setiap produk ialah NaMnO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O, MnO<sub>2</sub> dan MgO.

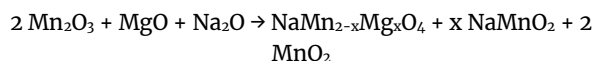


Gambar 2. Difraktogram XRD

Tabel 1: Data Hasil Analisis XRD

Ascorbat	Sitrat	Maleat	Referensi JCPDS	Jenis Mineral
16,6833	16,4895	16,6078	16,666 (72-0830)	NaMnO <sub>2</sub>
35,6933	35,6165	35,6775	35,826 (72-0830)	NaMnO <sub>2</sub>
	36,3070		36,650 (72-0830)	NaMnO <sub>2</sub>
62,9278	62,7000	62,9820	62,753 (72-0830)	NaMnO <sub>2</sub>
36,9168	37,1400	36,8663	37,062 (75-1525)	MgO
43,3737	43,1483	43,3616	43,060(75-1525)	MgO
	44,7111		44,312 (01-1235)	MgO
50,3643		50,2400	50,458 (03-0998)	MgO
32,1600	32,0280	32,1292	32,173 (65-2978)	Na <sub>2</sub> O
	32,6599		32,417 (02-1285)	Na <sub>2</sub> O
33,2374		33,2372	33,224 (02-1285)	Na <sub>2</sub> O
57,3075	57,2530	57,3545	57,362 (65-2978)	Na <sub>2</sub> O
12,7073	12,5225	12,5904	12,745 (72-1982)	MnO <sub>2</sub>
18,4563	18,2140	18,4050	18,061 (72-1982)	MnO <sub>2</sub>
25,4900	25,2701	25,3469	25,651 (72-1982)	MnO <sub>2</sub>

Oksida-oksida yang terbentuk merupakan penyusun elektrolit padat NaMn<sub>2-x</sub>Mg<sub>x</sub>O<sub>4</sub>, dengan reaksi total sebagai berikut.



Setiap produk memiliki kristalinitas berbeda-beda yang dapat dilihat melalui nilai FWHM masing-masing mineral. Semakin rendah nilai FWHM maka semakin meningkat kristalinitas, dan sebaliknya. Nilai FWHM setiap produk disajikan pada tabel 2, dimana nilai FWHM cenderung semakin meningkat dengan urutan asam maleat, asam sitrat dan asam askorbat.

Asam askorbat, sitrat dan maleat memiliki sifat-sifat berbeda yang akan mempengaruhi sintesis elektrolit padat NaMn<sub>2-x</sub>Mg<sub>x</sub>O<sub>4</sub>. Salah satu sifat yang cukup mempengaruhi sintesis elektrolit padat NaMn<sub>2-x</sub>Mg<sub>x</sub>O<sub>4</sub> ialah suhu dekomposisi dari chelating agent. Suhu dekomposisi asam askorbat, sitrat dan maleat masing-masing ialah 190, 175 dan 130°C. Dekomposisi dari asam maleat yang lebih cepat menyebabkan waktu pertumbuhan kristal lebih lama, sehingga produk yang menggunakan asam maleat memiliki kristalinitas paling tinggi, yang dibuktikan dengan nilai FWHM yang rendah.

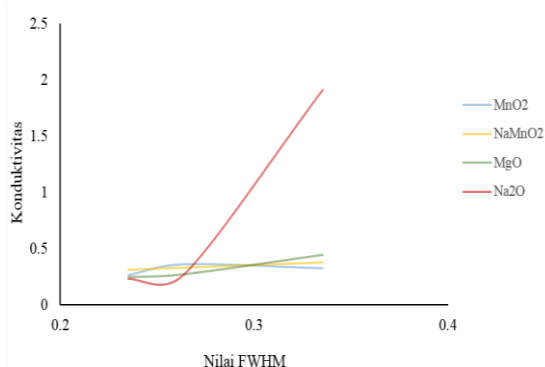
Tabel 2: Nilai FWHM

Chelating Agent	Nilai FWHM			
	MnO <sub>2</sub>	NaMnO <sub>2</sub>	MgO	Na <sub>2</sub> O
Asam Askorbat	0,3353	0,32675	0,37586	0,44731
Asam Sitrat	0,2637	0,36335	0,33216	0,27442
Asam Maleat	0,23494	0,26268	0,3132	0,24854

Ukuran kristal asam askorbat, asam sitrat dan asam maleat masing-masing ialah 26,09; 27,67 dan 32,67 nm. Ukuran kristal yang terbentuk juga dipengaruhi oleh suhu dekomposisi asam-asam yang digunakan. Asam askorbat memiliki suhu dekomposisi yang lebih tinggi dibandingkan asam sitrat, hal ini menyebabkan waktu pertumbuhan kristal pada prekursor yang menggunakan asam askorbat lebih pendek dibandingkan asam sitrat, sehingga ukuran kristal lebih kecil.

**Uji Konduktivitas**

Hasil pengukuran konduktivitas menunjukkan bahwa kristal yang menggunakan asam askorbat memiliki konduktivitas tertinggi, kemudian diikuti dengan kristal yang menggunakan asam sitrat dan asam maleat. Nilai konduktivitas dari setiap kristal dapat dilihat pada tabel 3. Konduktivitas dari masing-masing produk berhubungan dengan nilai FWHM (kristalinitas) dan ukuran kristal. Hubungan antara konduktivitas dan FWHM dapat dilihat pada gambar 3.



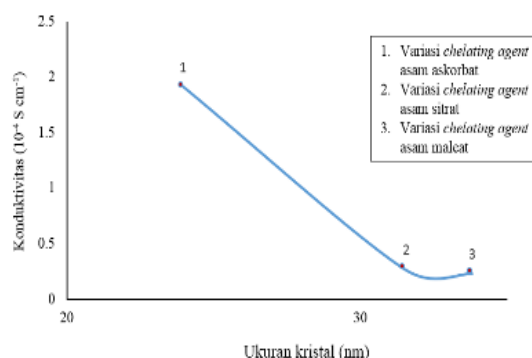
Gambar 3. Hubungan antara FWHM dan konduktivitas

Konduktivitas semakin meningkat seiring meningkatnya FWHM, dimana nilai FWHM yang semakin besar menandakan kristalinitas semakin rendah. Produk dengan kristalinitas rendah memiliki susunan kristal yang tidak terlalu rapat dan kuat sehingga mobilitas ion tidak terhambat, hal ini menyebabkan konduktivitas akan semakin meningkat dengan menurunnya kristalinitas.

Gambar 3 menunjukkan bahwa konduktivitas meningkat seiring peningkatan yang signifikan dari nilai FWHM Na<sub>2</sub>O, hal ini membuktikan bahwa kristalinitas dari Na<sub>2</sub>O mempunyai pengaruh yang sangat besar terhadap konduktivitas.

Hubungan antara ukuran kristal Na<sub>2</sub>O dan konduktivitas terlihat pada gambar 4. Konduktivitas pada elektrolit padat NaMn<sub>2-x</sub>Mg<sub>x</sub>O<sub>4</sub> dihasilkan dari difusi ion Na<sup>+</sup>. Ukuran kristal Na<sub>2</sub>O akan mempengaruhi difusi ion Na<sup>+</sup>. Jika ukuran kristal Na<sub>2</sub>O besar maka akan

mempersulit difusi ion Na<sup>+</sup>, sehingga konduktivitas menurun. Produk yang menggunakan asam askorbat memiliki ukuran kristal Na<sub>2</sub>O yang paling kecil, sehingga memiliki konduktivitas tertinggi karena mobilitas ion Na<sup>+</sup> tidak terhambat.

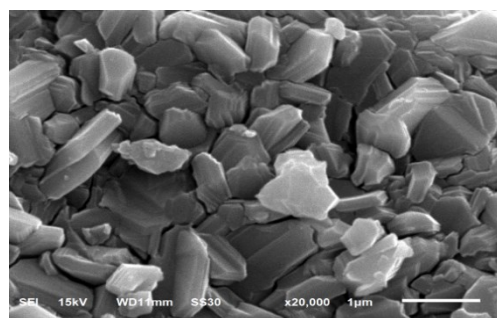


Gambar 4. Hubungan antara ukuran kristal Na<sub>2</sub>O dan konduktivitas

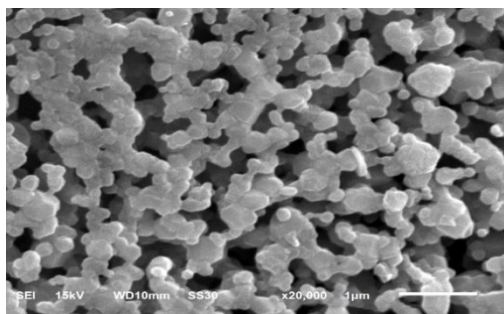
Tabel 3: Nilai konduktivitas, FWHM dan ukuran kristal Na<sub>2</sub>O

Chelating Agent	Konduktivitas (10 <sup>-4</sup> S cm <sup>-1</sup> )	Nilai FWHM				Ukuran Kristal (nm)
		MnO <sub>2</sub>	NaMnO <sub>2</sub>	MgO	Na <sub>2</sub> O	
Asam Askorbat	1,91	0,3353	0,32675	0,37586	0,44731	23,96
Asam Sitrat	0,27	0,2637	0,36335	0,33216	0,27442	31,51
Asam Maleat	0,23	0,23494	0,26268	0,3132	0,24854	33,81

Morfologi elektrolit padat dengan chelating agent asam askorbat terlihat pada gambar 5, dengan aglomerasi sebesar 0,66 μm. Morfologi yang dihasilkan berbentuk seperti batang, dimana ruang kosong yang terbentuk lebih sempit. Ruang kosong, bentuk dan ukuran kristal yang dihasilkan berkaitan dengan struktur dari asam askorbat yang kecil (siklik). Proses pemanasan akan mengakibatkan asam askorbat menguap dan meninggalkan ruang. Ruang kosong yang sempit akan mempermudah difusi ion di dalam kristal, hal ini menyebabkan produk yang menggunakan asam askorbat memiliki konduktivitas tertinggi.

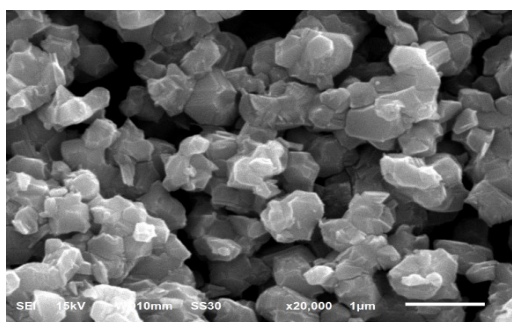


Gambar 5 Morfologi elektrolit padat dengan chelating agent asam askorbat



Gambar 6 Morfologi elektrolit padat dengan chelating agent asam sitrat

Gambar 6 menunjukkan morfologi dari produk yang menggunakan asam sitrat. Aglomerasi pada produk yang menggunakan asam sitrat ialah sebesar 0,37 µm. Morfologi produk berbentuk heksagonal dengan ruang yang panjang. Asam sitrat memiliki struktur yang besar dan panjang, sehingga menghasilkan ruang dan aglomerasi yang panjang pula, setelah melalui proses pengeringan dan kalsinasi. Ion-ion pada elektrolit padat bergerak di dalam struktur kisi kristal. Aglomerasi yang panjang akan menyebabkan alir difusi ion menjadi lebih panjang, sehingga nilai konduktivitas menjadi lebih rendah.

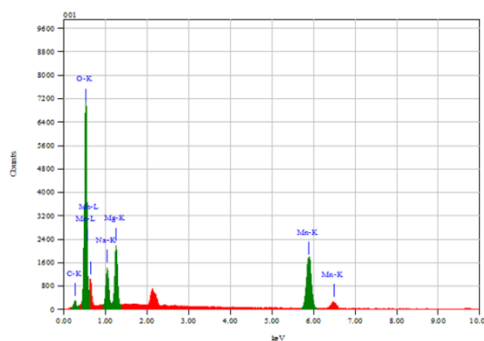


Gambar 7. Morfologi elektrolit padat dengan chelating agent asam maleat

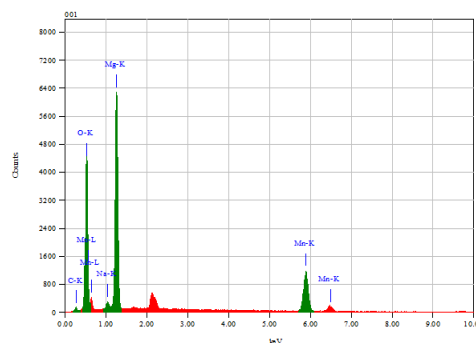
Morfologi elektrolit padat dengan chelating agent asam maleat terlihat pada gambar 7, dengan aglomerasi sebesar 0,5 µm. Produk yang menggunakan asam maleat berbentuk heksagonal seperti produk yang menggunakan asam sitrat. Aglomerasi pada produk yang menggunakan asam maleat lebih besar, tetapi tidak menyatu seperti pada produk yang menggunakan asam sitrat. Aglomerasi yang berbeda tersebut menyebabkan jalur difusi ion terbatas, sehingga nilai konduktivitas pada produk yang menggunakan asam maleat paling rendah.

**Analisis EDS**

Gambar 8 menunjukkan presentase unsur penyusun produk yang menggunakan asam askorbat. Total oksida yang ada diasumsikan 100% untuk menentukan formula spinel. Presentase massa Mn dan Mg yang diperoleh setelah dikonversi ialah 45,33% dan 10,38%, sehingga diperoleh nilai x sebesar 0,68. Formula spinel yang diperoleh melalui perhitungan ialah  $NaMn_{1,32}Mg_{0,68}O_4$ .

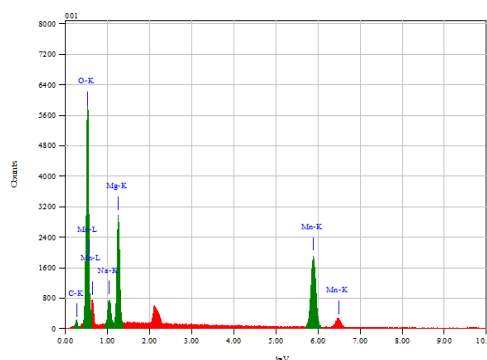


Gambar 8. Komposisi unsur elektrolit padat dengan chelating agent asam askorbat



Gambar 9. Komposisi unsur elektrolit padat dengan chelating agent asam sitrat

Gambar 9 dan 10 menunjukkan persentase unsur penyusun produk yang menggunakan asam maleat dan asam sitrat. Formula spinel dengan chelating agent berbeda ditentukan dengan cara yang sama. Presentase Mn dan Mg untuk produk yang menggunakan asam sitrat ialah 35,03% dan 33,90%, sedangkan untuk produk yang menggunakan asam maleat ialah 48,94% dan 15,14%. Nilai x untuk produk yang menggunakan asam sitrat dan asam maleat masing-masing ialah 1,37 dan 0,74, sehingga formula spinel masing-masing ialah  $NaMn_{0,63}Mg_{1,37}O_4$  dan  $NaMn_{1,26}Mg_{0,74}O_4$ .



Gambar 10. Komposisi unsur elektrolit padat dengan chelating agent asam maleat

Nilai x pada produk yang menggunakan asam sitrat lebih besar dibandingkan produk yang menggunakan asam maleat dan asam askorbat, hal ini dikarenakan asam sitrat memiliki tiga situs aktif sehingga dapat mengikat lebih banyak ion logam. Asam maleat dan asam askorbat sama-sama memiliki dua situs aktif, sehingga

nilai x pada produk yang menggunakan asam maleat dan asam askorbat tidak jauh berbeda.

#### 4. Kesimpulan

Mineral penyusun elektrolit padat ialah  $\text{NaMnO}_2$ ,  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{MgO}$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$ . Konduktivitas tertinggi dan kristalinitas terendah dimiliki oleh produk yang menggunakan asam askorbat sebagai chelating agent, dengan nilai konduktivitas  $1,91 \times 10^{-4} \text{ Scm}^{-1}$ ; ukuran kristal 26,09 nm; ukuran aglomerasi 0,66  $\mu\text{m}$  dan  $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$  yang dihasilkan memiliki formula spinel.  $\text{NaMn}_{1,32}\text{Mg}_{0,68}\text{O}_4$ .

#### 5. Daftar Pustaka

- [1] S Jouannea, A Le Gal La Salle, A Verbaere, D Guyomard, New Mg and Ca exchanged derivatives of  $\text{Li}_{1-x}\text{V}_3\text{O}_8$ : Synthesis, characterization and lithium insertion behavior, *Journal of New Materials for Electrochemical Systems*, 5, 3, (2002) 191-196
- [2] Titik Darmawanti, Suhartana Suhartana, Didik Setiyo Widodo, Pengolahan Limbah Cair Industri Batik dengan Metoda Elektrokoagulasi Menggunakan Besi Bekas Sebagai Elektroda, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 13, 1, (2010) 18-24
- [3] K Suryakala, G Paruthimal Kalaignan, T Vasudevan, Synthesis and electrochemical improvement of nanocrystalline  $\text{LiMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$  powder using sol-gel method, *International Journal of Electrochemical Science*, 1, 7, (2006) 372-378
- [4] R. Thirunakaran, A. Sivashanmugam, S. Gopukumar, Charles W. Dunnill, Duncan H. Gregory, Electrochemical behaviour of nano-sized spinel  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  and  $\text{LiAl}_x\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$  ( $x=\text{Al}$ : 0.00-0.40) synthesized via fumaric acid-assisted sol-gel synthesis for use in lithium rechargeable batteries, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 69, 8, (2008) 2082-2090  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jpics.2008.03.009>
- [5] Sriyanti, Taslimah, Nuryono, Narsito, Sintesis Bahan Hibrida Amino-Silika dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol-Gel, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 8, 1, (2005) 1-10
- [6] Linda Suyati, Rahmad Nuryanto, Rahmaniar Anggrayni, Pembuatan dan Karakterisasi Elektrolit Padat  $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4 \cdot (\text{I})$ , *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 13, 1, (2010) 1-3
- [7] Amrtha Bhide, K Hariharan, Sodium ion transport in  $\text{NaPO}_3\text{-Na}_2\text{SO}_4$  glasses, *Materials Chemistry and Physics*, 105, 2, (2007) 213-221  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2007.04.044>
- [8] Miao Shui, Weidong Zheng, Jie Shu, Qingchun Wang, Shan Gao, Dan Xu, Liangliang Chen, Lin Feng, Yuanlong Ren, Synthesis, spectral character, electrochemical performance and in situ structure studies of  $\text{Li}_{1+x}\text{V}_3\text{O}_8$  cathode material prepared by tartaric acid assisted sol-gel process, *Materials Research Bulletin*, 47, 9, (2012) 2455-2459  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.materresbull.2012.05.018>
- [9] Dunqiang Wang, Liyun Cao, Jianfeng Huang, Jianpeng Wu, Effects of different chelating agents on the composition, morphology and electrochemical properties of  $\text{LiV}_3\text{O}_8$  crystallites synthesized via sol-

gel method, *Ceramics International*, 39, 4, (2013) 3759-3764  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.10.214>

- [10] NN Greenwood, A Earnshaw, Chemistry of the Elements 2nd Edition, Butterworth-Heinemann, 1997.