

LAPORAN
PENELITIAN DOSEN PEMULA
UNIVERSITAS LAMPUNG



**SINTESIS BAHAN $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ BERBASIS SILIKA SEKAM
PADI UNTUK APLIKASI KATODE GENERASI BARU PADA
BATERAI *RECHARGEABLE* Na-ION**

PROGRAM STUDI FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2021

HALAMAN PENGESAHAN
PENELITIAN DOSEN PEMULA UNIVERSITAS LAMPUNG

Judul Penelitian : Sintesis Bahan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ Berbasis Silika Sekam Padi Untuk Aplikasi Katode Generasi Baru Pada Baterai *Rechargeable* Na-Ion

Manfaat sosial ekonomi : Memanfaatkan limbah sekam padi menjadi bahan baku pembuatan material katode

Ketua Peneliti

a. Nama Lengkap : Agus Riyanto, S.Si., M.Sc.
b. NIDN : 0022088605
c. Jabatan Fungsional : Asisten Ahli
d. Program Studi : Fisika
e. Sinta ID : 6115571
f. Nomor HP : 085669366744
g. Alamat surel (e-mail) : agus.riyanto@fmipa.unila.ac.id

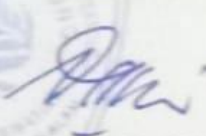
Anggota Peneliti (1)

a. Nama Lengkap : Drs. Syafriadi, M.Si.
b. Jabatan Fungsional : Lektor
c. Sinta ID : 6683004
d. Program Studi : Fisika

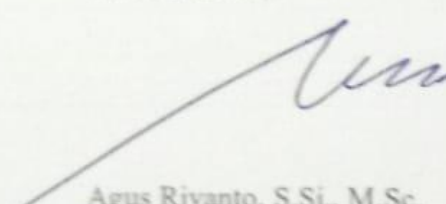
Jumlah mahasiswa yang terlibat : 2 orang
Jumlah alumni yang terlibat : 1 orang
Jumlah staf yang terlibat : -
Lokasi kegiatan : Laboratorium Fisika Material
Lama Kegiatan : 6 bulan
Biaya Penelitian : Rp. 15.000.000,-
Sumber dana : LPPM Universitas Lampung

Bandarlampung, 17 September 2021


Mengetahui,
Dekan
FMIPA Universitas Lampung


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

Ketua Peneliti,


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

Menyetujui,
Ketua LPPM Universitas Lampung,


Dr. Lusmelia Afriani, D.E.A
NIP 196505101993032008

DAFTAR ISI

| | |
|--|-----|
| HALAMAN PENGESAHAN | i |
| DAFTAR ISI | ii |
| RINGKASAN..... | iii |
| BAB I. PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Permasalahan | 3 |
| 1.3 Tujuan Khusus | 3 |
| 1.4 Urgensi Penelitian..... | 3 |
| BAB II. TINJAUAN PUSTAKA | 4 |
| 2.1 Silika Sekam Padi..... | 4 |
| 2.2 Sodium Besi Silikat ($\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$) | 5 |
| 2.3 Rekam Jejak Penelitian Pemanfaatan Silika Sekam Padi..... | 6 |
| 2.4 <i>Road Map</i> Penelitian Prototipe Baterai <i>Rechargeable</i> Na-Ion..... | 8 |
| BAB III. METODE PENELITIAN | 10 |
| 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian | 10 |
| 3.2 Alat dan Bahan Penelitian..... | 10 |
| 3.3 Prosedur Penelitian | 11 |
| 3.3.1 Ekstraksi silika dari sekam padi | 12 |
| 3.3.2 Sintesis Senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ | 12 |
| 3.3.3 Perlakuan Termal..... | 13 |
| 3.3.4 Karakterisasi dan Analisis | 13 |
| BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN..... | 16 |
| BAB V. KESIMPULAN..... | 24 |
| REFERENSI | 25 |

RINGKASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui komposisi fasa dan sifat kelistrikan prekursor $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang diberi perlakuan termal pada suhu 350 – 475 °C. Sampel dibuat dari NaOH, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, serbuk silika amorf sekam padi, dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ menggunakan metode sol-gel kemudian dilakukan perlakuan termal dengan waktu penahanan 10 jam pada suhu puncak. Gugus fungsi sampel diidentifikasi menggunakan spektroskopi Fourier transform infrared (FTIR). Fasa dianalisis menggunakan difraksi sinar-X (XRD) ditambah dengan analisis kualitatif dan kuantitatif. Sedangkan sifat kelistrikan sampel yang meliputi energi celah pita dan konduktivitas listrik dikarakterisasi masing-masing menggunakan UV-Vis DRS dan LCRmeter. Spektrum FTIR menunjukkan gugus fungsi Na-O, Fe-O, Si-O, dan Si-O-Si yang berasosiasi dengan struktur tetrahedral NaO_4 , FeO_4 , dan SiO_4 . Analisis fasa menunjukkan bahwa sampel didominasi oleh $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan diikuti oleh FeSiO_3 , dan SiO_2 . Pada rentang temperatur 350 – 475 °C, tidak terdapat perbedaan komposisi fasa (% wt.) yang signifikan, namun fasa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ cenderung menunjukkan peningkatan seiring dengan meningkatnya suhu sintering. Volume unit sel setiap fasa juga cenderung meningkat secara bertahap dengan meningkatnya suhu sintering. Peningkatan volume sel diikuti dengan penurunan nilai *band gap* dan peningkatan konduktivitas listrik sampel.

Kata kunci: *band gap*, konduktivitas listrik, $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, sekam padi, silika

BAB I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bahan bakar fosil saat ini menjadi sumber bahan bakar utama untuk berbagai alat transportasi. Kondisi cadangan bahan bakar fosil yang semakin menurun dari tahun ke tahun menjadi ancaman yang serius bagi setiap negara yang masih mengandalkan bahan bakar tersebut, seperti Indonesia. Pemerintah Indonesia saat ini berupaya menekan penggunaan bahan bakar fosil dengan mengonversi sumber-sumber energi baru terbarukan (EBT) menjadi energi listrik untuk memenuhi kebutuhan energi yang semakin meningkat dari tahun ke tahun. Dalam konversi EBT menjadi energi listrik dibutuhkan perangkat penyimpan energi listrik agar produknya dapat didistribusikan sesuai dengan kebutuhan. Saat ini, baterai menjadi salah satu jenis perangkat yang dapat diandalkan karena memiliki kemampuan menyimpan energi listrik dengan kerapatan yang tinggi serta siklus hidup yang panjang (Xiao dkk, 2008).

Performa baterai sangat ditentukan oleh material elektronik penyusunnya yaitu katode dan anode. Diantara keduanya, katode ialah komponen yang paling dominan memberikan kontribusi pada performa baterai (Park dkk, 2014). Oleh sebab itu, topik riset material katode menjadi isu yang paling mendapat perhatian para peneliti baterai. Saat ini, bahan polianion X_2MSiO_4 ($X = Li, Na$ dan $M = Fe, Co, Mn$) marak diteliti untuk dikembangkan menjadi katode karena memiliki stabilitas termal dan kimiawi yang sangat baik, tidak beracun (non-toksik), mampu menyimpan energi dengan kerapatan tinggi, dan memiliki siklus pengisian dan pengosongan (*charge/discharge*) yang sangat panjang (Park dkk, 2017; Zang dkk, 2015; Hsu dkk, 2015).

Baru-baru ini, bahan polianion berjenis sodium besi silikat (Na_2FeSiO_4) mulai marak dikembangkan menjadi katode baterai *rechargeable* Na-ion karena ketersediaan bahan bakunya sangat melimpah dibanding dengan bahan polianion berjenis litium (Li) yang telah lebih lama dikembangkan sebagai bahan katode. Selain itu, Na_2FeSiO_4 juga memiliki nilai *band gap* Na_2FeSiO_4 yang kecil berkisar 1,23–2,51 eV (Bianchini dkk, 2017) sehingga bersifat konduktif dan sangat cocok

digunakan untuk katode. Upaya memanfaatkan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ menjadi katode baterai *rechargeable* juga didukung oleh kemudahan dalam menyintesisnya. Bahan tersebut dapat disintesis dengan beberapa metode yang sederhana seperti metode reaksi padatan (*solid state reaction*), sol-gel, atau *solvothermal* (Kaliyappan dan Chen, 2018; Li dkk, 2016; Kee dkk 2016; dan Ali dkk 2018).

Sodium, besi, dan silika merupakan bahan baku utama yang dibutuhkan untuk memproduksi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Untuk menekan biaya produksi, bahan baku silika sangat memungkinkan dipenuhi dari silika organik, misalnya sekam padi. Menurut riset Kami sebelumnya, silika dengan tingkat kemurnian yang tinggi dapat diperoleh dari sekam padi (Riyanto dkk, 2017). Sejauh ini, silika yang diperoleh dari sekam padi juga telah berhasil Kami manfaatkan menjadi bahan baku pembuatan beberapa material, misalnya: borosilikat (Riyanto dkk, 2009), *cordierite* (Sembiring dkk, 2016; Sembiring dkk, 2017), *forsterite* (Sembiring dkk, 2017), geopolimer (Riyanto dkk, 2017), dan $\text{Li}_2\text{CoSiO}_4$ (Riyanto dkk, 2019). Kami juga telah berhasil memanfaatkan silika untuk memproduksi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ (Riyanto dkk, 2020).

Keaadaan struktur ikatan kimia, struktur kristal, kemurnian, dan karakteristik sifat listrik ialah beberapa parameter penting dari sebuah material katode. Semua parameter tersebut dapat dikontrol dengan memberikan perlakuan termal pada material tersebut. Penelitian Kami sebelumnya (Riyanto dkk, 2020; Amalia, 2019) telah sukses mendapatkan bahan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ berbasis silika sekam padi dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Kami mendapatkan informasi ilmiah bahwa terdapat hubungan yang kuat antara suhu *sintering* dengan struktur ikatan kimia, struktur kristal, kemurnian, dan sifat listrik sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Sampel yang disinter pada suhu 500 °C memiliki kemurnian 80,67 %wt dan terus meningkat kemurniannya seiring dengan kenaikan suhu sintering. Sampel yang disinter pada suhu 800 °C kemurniannya mencapai 88,88 %wt. Namun, meningkatnya kemurnian sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ justru diikuti dengan penurunan nilai konduktivitas listriknya. Faktor penyebabnya yaitu meningkatnya nilai band gap dan menurunnya volume unit sel dari fasa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ seiring dengan kenaikan suhu sintering. Berpijak dari hasil penelitian tersebut dipandang sangat perlu untuk meneliti karakteristik $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan perlakuan *sintering* kurang dari

500 °C. Penelitian lanjutan ini akan menghadirkan informasi ilmiah yang melengkapi hasil penelitian sebelumnya sehingga dapat dijadikan rujukan dasar dalam pengembangan material katode generasi baru baterai *rechargeable* Na-ion.

1.2 Permasalahan

Sesuai dengan pemaparan di atas, rumusan masalah pada penelitian ini ialah: (i) bagaimana efek temperatur *sintering* pada rentang 350 – 475 °C terhadap struktur ikatan kimia, struktur kristal, kemurnian, dan parameter sel sampel Na₂FeSiO₄ dan (ii) bagaimana keterkaitan struktur ikatan kimia, struktur kristal, kemurnian, dan parameter sel terhadap nilai *band gap* serta karakteristik konduktivitas listrik sampel Na₂FeSiO₄.

1.3 Tujuan Khusus

Tujuan penelitian ini ialah: (1) memperoleh informasi ilmiah mengenai efek suhu *sintering* pada rentang suhu 350 – 475 °C terhadap keadaan struktur ikatan kimia, struktur kristal, kemurnian, parameter sel, dan sifat listrik bahan Na₂FeSiO₄, dan (ii) menelaah keterkaitan struktur ikatan kimia, struktur kristal, kemurnian, dan parameter sel terhadap nilai *band gap* serta konduktivitas listrik sampel Na₂FeSiO₄. Hasil penelitian ini akan dikomparasi dengan hasil penelitian sebelumnya dan selanjutnya dapat digunakan untuk menentukan sampel dengan potensi terbaik untuk dimanfaatkan menjadi kandidat bahan katode pada baterai *rechargeable* Na-ion.

1.4 Urgensi Penelitian

Beberapa urgensi dilakukan penelitian ini ialah: (i) memperluas dan melengkapi informasi ilmiah yang telah dicapai dari penelitian sebelumnya mengenai struktur ikatan kimia, struktur kristal, kemurnian, parameter sel dan sifat listrik bahan Na₂FeSiO₄ sehingga dapat dijadikan rujukan dalam pengembangan material katode generasi baru baterai *rechargeable* Na-ion, (ii) penelitian ini juga merupakan upaya memanfaatkan silika dari sekam padi sebagai bahan baku pembuatan material maju untuk aplikasi teknologi penyimpanan energi listrik, dan (iii) penelitian ini merupakan langkah awal mendukung pemerintah dalam mengembangkan EBT khususnya dalam pengembangan teknologi penyimpanan energi listrik.

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2. 1 Silika Sekam Padi

Salah satu tantangan pengembangan material maju ialah ketersediaan bahan baku. Silika ialah salah satu material penting yang sering digunakan sebagai bahan baku yang sangat dibutuhkan untuk mengembangkan material tersebut. Menurut penelitian, sekam padi mengandung silika aktif dengan kadar 16 – 20 % (Daifullah dkk, 2004; Hamdan dkk, 1997). Selain silika, dalam sekam padi juga terdapat komponen lain seperti: CaO, MgO, Al₂O₃, dan Na₂O, namun dalam komposisi yang sangat kecil (Siriluk dan Yuttapong, 2005). Dengan komposisi tersebut, sekam padi memiliki potensi yang besar untuk digunakan sebagai salah satu bahan baku pembuatan material berbasis silika.

Dorongan untuk memanfaatkan silika sekam padi menjadi bahan baku pembuatan material maju juga didukung oleh dua faktor penting lainnya, yaitu faktor kelayakan dan faktor proses ekstraksi. Dari sisi kelayakan, sekam padi sangat layak dimanfaatkan sebagai sumber silika karena jumlahnya sangat melimpah di Indonesia. Sedangkan dari sisi proses ekstraksi, silika dapat dengan mudah diperoleh dari sekam padi menggunakan metode sederhana yaitu metode ekstraksi alkalis dan metode pengabuan.

Metode ekstraksi alkalis telah diterapkan oleh Daifullah dkk (2003) dan Daifullah (2004) dengan menggunakan larutan KOH 5 %. Selain itu, Cheng dan Chang (1991) dan Riveros dan Garza (1986) menggunakan NaOH 1 M dan dilakukan dengan pengendapan silika menggunakan HCl 1 M. Metode pengabuan pada suhu 700 °C telah dilakukan oleh Della dkk (2002), Natarajan dkk (1998), Kalapathy (2000), dan Ramli dan Bahruji (2003). Silika yang diperoleh dari ekstraksi silika sekam padi telah dimanfaatkan dalam berbagai pengembangan material keramik diantaranya ialah borosilikat (Riyanto dkk, 2009), *cordierite* (Sembiring dkk, 2016; Sembiring dkk, 2017), *forsterite* (Sembiring dkk, 2017), geopolimer (Riyanto dkk, 2017), Li₂CoSiO₄ (Riyanto dkk, 2019). Beraneka ragamnya pemanfaatan silika sekam padi sebagai bahan baku pembuatan material maju karena silika sekam padi memiliki sifat-sifat fisis yang menunjang, seperti berwarna putih, kerapatan 2,6 g/cm³, dan mempunyai stabilitas termal yang tinggi

hingga suhu 1414 °C (Malik, 2002; Hamdan dkk, 1997). Disamping itu, karakteristik mikrostruktur silika yang diperoleh dengan SEM menunjukkan luas permukaan yang tinggi, ukuran partikel halus, dengan struktur berdasarkan analisis XRD menunjukkan fasa amorf yaitu kuarsa dan bentuk kristal yaitu kristobalit dan tridmit (Siriluk dan Yuttapong, 2005).

2.2 Sodium Besi Silikat ($\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$)

$\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ merupakan material polianion yang tersusun atas unit-unit anion NaO_4 , FeO_4 , dan SiO_4 tetrahedra. Struktur $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ secara umum dapat dipandang sebagai jaringan terdistorsi *hexagonal close packing* (HCP) dari ion-ion oksigen yang separuh dari sisi tetrahedranya ditempati oleh Na, Fe, dan Si (Yu dkk, 2018). Seluruh atom dalam struktur $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ terikat secara kovalen. Kehadiran ikatan kovalen yang sangat kuat Si-O pada struktur tersebut menyebabkan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki kestabilan yang sangat baik. Kendatipun demikian, $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ merupakan material polimorf yang strukturnya dapat berubah tergantung pada kondisi lingkungan. $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ sekurang-kurangnya memiliki 6 jenis polimorf yang dibedakan dari jenis *space group*nya yaitu: Pn ($2.f.u.$), Pn ($4.f.u.$), $Pbn2_1$, $Pna2_1$, $P2_1/c$, dan $C222_1$. Perbedaan *space group* ini selanjutnya mempengaruhi sifat fisis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ (Yu dkk, 2018).

Saat ini, $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ diproyeksikan sebagai material katode pada sistem baterai Na-ion sebagai alternatif pengganti bahan polianion berbahan alkali litium. Ketersediaan bahan baku seperti sodium (Na) serta besi (Fe) dan silika yang melimpah menjadi salah satu faktor yang mendorong bagi peneliti untuk mengembangkan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ sebagai katode (Bianchini dkk, 2017). Upaya untuk memanfaatkan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ menjadi katode juga didasarkan pada berbagai sifat unggul yang dimilikinya. Diantara keunggulan material ini ialah secara teoritis memiliki daya simpan energi listrik dengan kerapatan yang tinggi yang mencapai nilai sebesar 276 mAh/g (Ye dkk, 2016). $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ juga memiliki stabilitas kimiawi dan struktur yang sangat baik (Bianchini dkk, 2017). Selain itu, nilai *band gap* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ juga relatif kecil pada kisaran 1,23 – 2,51 eV, tergantung pada jenis polimorfnya (Bianchini dkk, 2017). Dengan nilai *band gap* yang relatif

kecil memungkinkan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki konduktivitas listrik yang sesuai untuk katode baterai.

$\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ saat ini umumnya disintesis dari bahan baku sintetik melalui metode reaksi padatan (*solid state reaction*), *solvothermal*, atau metode sol-gel. Hasil penelitian yang dilakukan oleh Kaliyappan dan Chen (2018) memperlihatkan bahwa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang diprerarasi dari $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, FeC_2O_4 dan SiO_2 menggunakan reaksi padatan memiliki kemurnian yang tinggi. Begitu pula hasil riset yang dilakukan oleh Li dkk (2016) mendapatkan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan kemurnian yang tinggi. Namun, kelemahan dari metode ini ialah membutuhkan konsumsi energi panas yang cukup tinggi dalam proses sintesisnya. Sementra itu, hasil riset yang dilakukan oleh Kee dkk (2016) melaporkan bahwa sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang diproduksi dari senyawa CH_3COONa , $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4$, $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan asam L-ascorbic melalui metode *solvothermal* mendapatkan sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan kristalinitas yang tinggi, namun sejumlah fasa pengotor seperti Fe_3O_4 dan Na_2SiO_3 muncul pada sampel tersebut. Selain munculnya fasa pengotor, salah satu hal yang menjadi kelemahan metode ini ialah meskipun proses produksi sampel dapat dilakukan pada temperatur rendah tetapi membutuhkan waktu yang sangat panjang. Disisi lain, hasil penelitian yang dilakukan oleh Ali dkk (2018) menginformasikan bahwa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang disintesis menggunakan metode sol-gel dari senyawa sodium asetat ($\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), *tetraethyl orthosilicate* (TEOS), dan $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ memiliki tingkat kemurnian dan kriticalitas yang tinggi. Hasil riset lain juga menginformasikan bahwa sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang dihasilkan dari metode sol-gel juga memiliki kriticalitas dan kemurnian yang tinggi (Li dkk, 2016). Keunggulan metode ini ialah sampel dapat diproduksi dengan homogenitas yang tinggi pada temperatur sintesis yang rendah. Metode ini juga dapat menekan terjadinya pemisahan fasa sehingga dapat menghasilkan sampel dengan kemurnian yang tinggi (Sembiring dkk, 2017).

2.3 Rekam Jejak Penelitian Pemanfaatan Silika Sekam Padi

Dalam penelitian Kami sebelumnya, silika sekam padi telah berhasil dimanfaatkan menjadi bahan baku dalam pembuatan material keramik isolator (termal dan listrik), yaitu bahan refraktori *cordierite* dan *forsterite*.

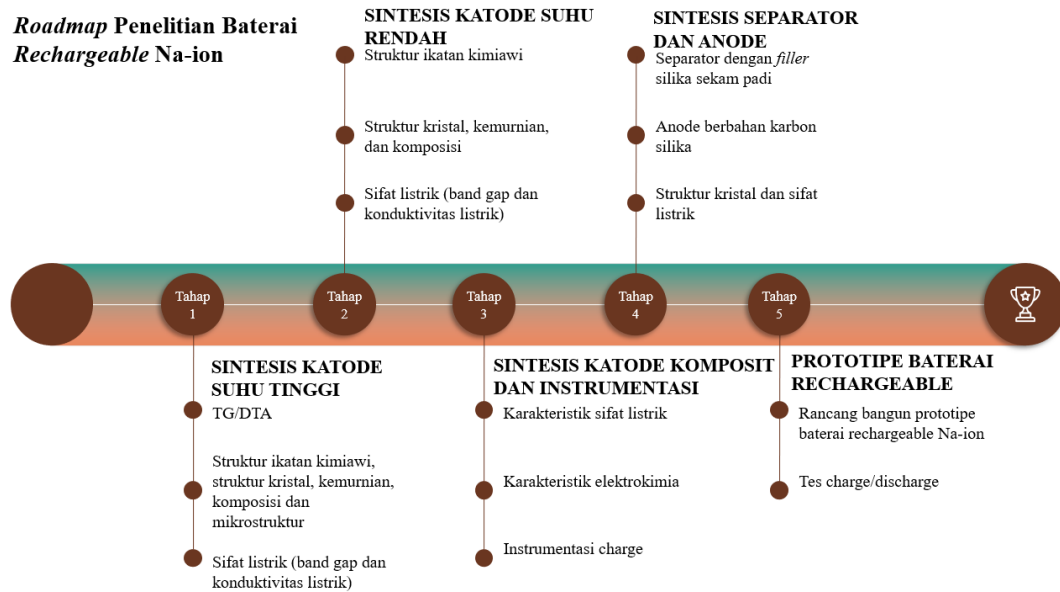
Tabel 1. Rekam jejak penelitian pemanfaatan silika sekam padi

| Pemanfaatan silika sekam padi sebagai bahan baku keramik isolator (listrik dan termal) (Tahun 2016 – 2017) | Pemanfaatan silika sekam padi sebagai bahan baku material konduktor ionik (material elektronik) (Tahun 2017 – 2018) | Pemanfaatan silika sekam padi sebagai bahan baku material konduktor ionik (material elektronik) (Tahun 2019-2020) |
|---|--|--|
| <p>Cordirite ($Mg_2Al_4Si_5O_{18}$)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Pembentukan gugus fungsi terjadi pada suhu 1050 °C dengan kestabilan rendah (FTIR dan DTA) 2. Struktur <i>cordierite</i> dominan terbentuk pada suhu 1230 – 1350 °C (XRD) 3. Nilai kekerasan (<i>hardness</i>) semakin meningkat pada suhu <i>sintering</i> yang lebih tinggi (Vickers) 4. Resistivitas menurun seiring dengan meningkatnya komposisi alumina (LCRmeter) | <p>Geopolimer ($nM_2O \cdot Al_2O_3 \cdot xSiO_2 \cdot yH_2O$)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Struktur geopolimer dalam fase amorf terbentuk pada suhu 450 °C (XRD dan EDS) 2. Konduktivitas listrik dan faktor rugi dielektrik semakin meningkat seiring dengan peningkatan suhu dan seiring terbentuknya struktur amorf (jaringan polisialat), sebaliknya nilai konstanta dielektrik semakin menurun pada suhu kalsinasi yang lebih tinggi (XRD dan | <p>Sodium besi silikat (Na_2FeSiO_4)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Identifikasi karakteristik sifat termal melalui teknik TG/DTA 2. Identifikasi karakteristik struktur ikatan kimia dan struktur kristal pada rentang temperatur sintering 500 – 800 °C menggunakan analisis FTIR dan XRD 3. Identifikasi nilai <i>bad gap</i> menggunakan spektroskopi UV-Vis 4. Identifikasi sifat listrik menggunakan LCRmeter |
| <p>Forsterite ($MgSiO_4$)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Terbentuk gugus fungsi yang mengindikasikan struktur ikatan kimia <i>forsterite</i> (FTIR) 2. Fasa <i>forsterite</i> dominan terbentuk pada perbandingan MgO:SiO₂ = 3:2 (XRD) 3. Ukuran partikel semakin menurun pada suhu tinggi (SEM) 4. Pembentukan fasa <i>forsterite</i> semakin meningkat seiring dengan meningkatnya suhu <i>sintering</i> sehingga kestabilan termal bahan tersebut semakin meningkat (DTA) 5. <i>Forsterite</i> tergolong isolator yang baik dan nilai resistivitas listriknya semakin meningkat pada suhu <i>sintering</i> yang lebih | <p>Litium kobalt silikat (Li_2CoSiO_4)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Pada rentang suhu 410 – 850 °C terjadi transisi polimorfik fasa β_I menjadi fasa β_{II}. Suhu 850 °C juga merupakan titik transisi dimana fasa β_{II} berubah menjadi fasa γ_{II} (TG/DTA) 2. Transisi fasa yang terjadi pada sampel Li₂CoSiO₄ diikuti dengan peningkatan nilai konstanta dielektrik dalam rentang frekuensi 450 – 100.000 Hz (LCRmeter) | <p>Geopolimer ($nM_2O \cdot Al_2O_3 \cdot xSiO_2 \cdot yH_2O$)</p> <p>Analisis <i>Rietveld refinement</i> (XRD, <i>software Qual-X</i> dan <i>software Rietica</i>)</p> |
| <p style="text-align: center;">↓</p> <p>Luaran/Output</p> <p>Jurnal internasional dan prosiding</p> | <p style="text-align: center;">↓</p> <p>Luaran/Output</p> <p>Jurnal nasional terakreditasi (SINTA 2)</p> | <p style="text-align: center;">↓</p> <p>Luaran/Output</p> <p>Prosiding internasional</p> |

Silika sekam padi juga telah kami manfaatkan sebagai bahan baku dalam sintesis material konduktor ionik geopolimer untuk aplikasi elektrode baterai dan sensor elektrokimia. Selain itu, kami juga telah memanfaatkan silika sekam padi dalam

proses pembuatan material $\text{Li}_2\text{CoSiO}_4$ untuk aplikasi katode baterai ion litium dan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ untuk aplikasi katode generasi baru baterai *rechargeable* Na-ion. Hasil penelitian pemanfaatan silika sekam padi yang telah Kami lakukan dari tahun 2016 hingga 2020 ditunjukkan pada Tabel 1.

2.4 Road Map Penelitian Prototipe Baterai *Rechargeable* Na-Ion



Gambar 1. *Road map* penelitian pembuatan prototipe baterai *rechargeable* Na-ion berkatode $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ berbasis silika sekam padi

Berpijak dari keberhasilan memanfaatkan silika sekam padi sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 1 dan mengingat pentingnya mengembangkan perangkat penyimpan energi listrik mendorong Kami untuk mulai merintis pembuatan prototipe baterai *rechargeable* Na-ion dengan katode dari $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ berbasis silika sekam padi. *Road map* dari penelitian ini ditunjukkan pada diagram Gambar 1. Penelitian rintisan pembuatan prototipe baterai *rechargeable* Na-ion ini dibagi menjadi 5 tahap utama, yaitu: (1) sintesis katode suhu tinggi, (2) sintesis katode suhu rendah, (3) sintesis katode komposit, (4) sintesis bahan separator dan anode, dan (5) pembuatan prototipe baterai. Capaian dari tahap 1 dan 2 ialah diperolehnya karakteristik profil sifat termofisika, struktur ikatan kimia, struktur kristal, kemurnian, parameter sel, dan sifat listrik dari bahan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Hasil yang diperoleh pada tahap 1 dan 2 akan dimanfaatkan untuk mengembangkan katode komposit pada penelitian tahap 3. Capai tahap 3 ialah diperolehnya informasi spesifik mengenai karakteristik elektrokimia dari katode komposit

$\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$. Pada tahap 3 ini juga akan dikembangkan instrumen pengujian kualitas baterai yaitu alat uji *charge/discharge*. Penelitian tahap 4 menargetkan berhasil disintesisnya material separator dan anode berbasis pada silika sekam padi. Penelitian tahap ke-5 ialah mulai direalisasikan prototipe baterai *rechargeable* Na-ion.

BAB III. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Kegiatan penelitian akan dilakukan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika FMIPA Unila, sedangkan pengujian sampel akan dilakukan di Universitas Indonesia, dan Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Kawasan Puspitek Serpong. Penelitian ini akan dilaksanakan selama 6 bulan.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini dibagi menjadi dua kelompok, yaitu alat-alat yang digunakan untuk mempersiapkan sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan alat-alat yang digunakan untuk menguji karakteristik sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Masing-masing alat tersebut ditunjukkan pada Tabel 2 dan Tabel 3. Sementara itu, bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 2. Alat-alat yang digunakan untuk mempersiapkan sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$

| No | Nama Alat | Fungsi/kegunaan |
|----|--------------------------|--|
| 1 | Tabung desikator | Untuk menyimpan sampel |
| 2 | <i>Hotplate stirrer</i> | Untuk memanaskan dan mengaduk sampel |
| 3 | <i>Magnetic bar</i> | Untuk mengaduk sampel |
| 4 | Gelas ukur | Untuk mengukur/membuat larutan |
| 5 | Tabung <i>erlenmeyer</i> | Untuk membuat larutan |
| 6 | Gelas beaker | Untuk membuat sampel |
| 7 | Botol sampel | Untuk menyimpan sampel |
| 8 | Neraca digital | Untuk menimbang sampel |
| 9 | Kertas saring | Untuk menyaring sampel |
| 10 | Oven | Untuk mengeringkan sampel |
| 11 | Buret/pipet tetes | Untuk mentitrasi |
| 12 | pH meter | Untuk mengukur pH (keasaman) |
| 13 | Sistem refluks | Untuk memproduksi sampel |
| 14 | Mortar dan pastel | Untuk menggiling sampel secara manual |
| 15 | Ayakan 200 mesh | Untuk mengayak sampel |
| 16 | Alat <i>press</i> | Untuk mencetak sampel menjadi <i>pellet</i> |
| 17 | <i>Crusible</i> | Untuk meletakkan sampel dalam <i>furnace</i> |
| 18 | <i>Furnace</i> | Untuk memberi perlakuan termal pada sampel dengan suhu yang tinggi |
| 19 | Pinset | Untuk memegang sampel |
| 20 | Spatula | Untuk menimbang sampel |
| 21 | Aluminium foil/plastik | Untuk menimbang/membungkus sampel |

Tabel 3. Alat-alat yang digunakan untuk menguji/mengkarakterisasi sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$

| No | Nama Alat | Fungsi/kegunaan |
|----|-------------------------|--|
| 1 | FTIR | Untuk menguji struktur ikatan kimiawi (gugus fungsi) |
| 2 | XRD | Untuk menguji struktur kristal |
| 3 | Spektroskopi Uv-vis DRS | Untuk mengekstimasi energi <i>band gap</i> |
| 4 | LCR Meter | Untuk menguji sifat listrik yang meliputi konduktivitas listrik, konstanta dielektrik atau permitivitas relatif riil, dan faktor rugi dielektrik |
| 5 | Arduio Uno | Alat pendukung pengujian sampel |
| 6 | Sensor INA219 | Alat pendukung pengujian sampel |
| 7 | Modul RCT | Alat pendukung pengujian sampel |
| 8 | LCD | Alat pendukung pengujian sampel |
| 9 | Modul microSD card | Alat pendukung pengujian sampel |
| 10 | Relay | Alat pendukung pengujian sampel |
| 11 | LED | Alat pendukung pengujian sampel |
| 12 | Kabel | Alat pendukung pengujian sampel |
| 13 | Jumper | Alat pendukung pengujian sampel |
| 13 | Box rangkaian | Alat pendukung pengujian sampel |
| 13 | Port USB | Alat pendukung pengujian sampel |

Tabel 4. Bahan-bahan yang digunakan mempreparasi sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$

| No | Nama Bahan | Fungsi/kegunaan |
|----|--|--|
| 1 | Sekam padi | Sebagai sumber serbuk silika |
| 2 | Potassium hidrosida (KOH) 90 % | Untuk mengekstrak silika dari sekam padi |
| 3 | Asam nitrat (HNO_3) 68 % | Untuk mengekstrak silika dari sekam padi |
| 4 | Sodium hidroksida (NaOH) 99 % | Bahan baku pembuatan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ |
| 5 | Besi nitrat nanohidrat ($\text{FeNO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 99 % (Merk) | Bahan baku pembuatan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ |
| 6 | Asam sitrat monohidrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 100 % | Sebagai agen dalam pembuatan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ |
| 7 | Aseton | Cairan pembersih alat-alat penelitian |
| 8 | Akuades (H_2O) | Pelarut dan untuk membersihkan berbagai alat-alat penelitian |

3.3 Prosedur Penelitian

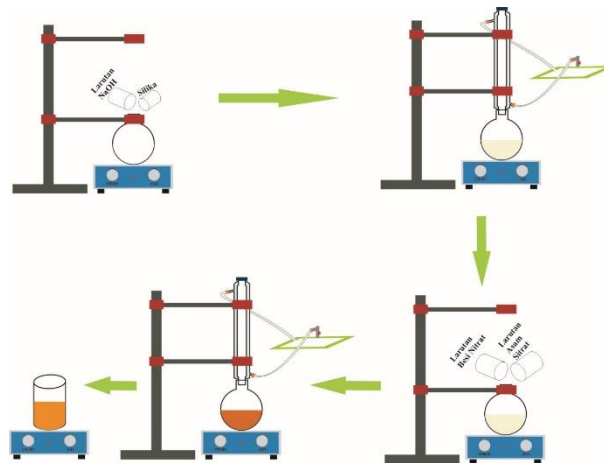
Prosedur dalam penelitian ini dibagi menjadi menjadi empat tahap utama, yaitu: (i) ekstraksi silika dari sekam padi, (ii) sintesis senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, (iii) perlakuan termal, dan (iv) karakterisasi dan analisis data.

3.3.1 Ekstraksi silika dari sekam padi

Serbuk silika diekstrak menggunakan metode yang telah digunakan pada penelitian kami sebelumnya (Riyanto, 2009; Riyanto dkk, 2017). Proses ekstraksi dilakukan dengan mendidihkan 50 g sekam padi pada larutan 500 ml KOH 5 % (\pm 30 menit). Selanjutnya, ekstrak disaring hingga diperoleh silika sol. Setelah itu, silika sol tersebut ditambahkan larutan HNO₃ 10 % hingga diperoleh silika gel. Setelah melalui pencucian dan penyaringan, silika gel dikeringkan dalam oven pada suhu 150 °C hingga diperoleh silika padatan yang telah kering. Kemudian, padatan tersebut digerus dan diayak hingga diperoleh serbuk silika.

3.3.2 Sintesis Senyawa Na₂FeSiO₄

Sampel Na₂FeSiO₄ dipreparasi menggunakan metode sol-gel dari bahan FeNO₃.9H₂O, NaOH, silika sekam padi, dan asam sitrat dengan perbandingan mol masing-masing bahan ialah 1:2:1:3. Proses sintesis diawali dari membuat larutan besi nitrat, larutan NaOH, dan larutan asam sitrat. Larutan besi nitrat dibuat dari 2,02 g serbuk FeNO₃.9H₂O dan 25 ml akuades, larutan NaOH dibuat dari 0,4 g serbuk NaOH dan 10 ml akuades, sedangkan larutan asam sitrat dibuat dari 1 g serbuk asam sitrat dan 20 ml akuades. Selanjutnya, 0,3 g serbuk silika sekam padi dilarutkan pada larutan NaOH pada temperatur 70 °C sambil diaduk menggunakan *hotplate stirer*. Kemudian, larutan besi nitrat ditambahkan kedalam larutan tersebut menggunakan pipet tetes hingga menghasilkan larutan dengan pH 3 dan selanjutnya ditambahkan larutan asam sitrat hingga akhirnya diperoleh larutan dengan pH 1. Selanjutnya, larutan dimasukkan pada sistem refluks, diaduk selama 5 jam pada suhu 80 °C sampai dengan terbentuk larutan jenuh kekuning-kuningan. Ilustrasi proses sintesis Na₂FeSiO₄ ditunjukkan pada Gambar 2. Tahap berikutnya, larutan dipindah dalam lemari asam sambil terus diaduk dengan menggunakan *hotplate stirer* pada temperatur 80 °C hingga diperoleh gel. Gel tersebut dikeringkan pada temperatur 100 °C selama 2 jam menggunakan oven hingga terbentuk padatan dan selanjutnya digerus dan diayak hingga diperoleh serbuk sampel Na₂FeSiO₄.



Gambar 2. Ilustrasi proses sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$

3.3.3 Perlakuan Termal

Serbuk sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dicetak menjadi *pellet* menggunakan alat press hidrolis hingga diperoleh sampel berbentuk silinder. Selanjutnya, *pellet* tersebut disinter pada temperatur 350 °C, 375 °C, 400 °C, 420 °C, 450 °C, dan 475 °C menggunakan *furnace*.

3.3.4 Karakterisasi dan Analisis

3.3.4.1 Karakterisasi struktur ikatan kimia sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$

Karakterisasi struktur ikatan kimia sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dilakukan dengan menggerus sekitar 2 mg serbuk $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan 300 mg potasium bromida (KBr) dalam mortar dan kemudian campuran tersebut dicetak hingga diperoleh pelet KBr. Pengujian dilakukan dengan menggunakan FTIR pada rentang bilangan gelombang 400 – 4.000 cm^{-1} . Analisis data dilakukan dengan teknik membandingkan data yang diperoleh dengan referensi.

3.3.4.2 Karakterisasi struktur kristal sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$

Struktur kristal sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dilakukan dengan menggunakan XRD pada kondisi operasi menggunakan $\text{Cu-K}\alpha$ dengan panjang gelombang (λ) 0,15418 Å dan dalam rentang sudut difraksi 2θ dari 10° – 90° dengan kenaikan per 0,02°. Data difraksi yang diperoleh dianalisis menggunakan perangkat lunak Qual-X versi 2.0 dengan metode *search-match*. Data difraksi selanjutnya akan diolah secara kuantitatif menggunakan perangkat lunak Rietica.

3.3.4.3 Uji *band gap* sampel Na₂FeSiO₄

Pengujian nilai *band gap* sampel dilakukan menggunakan UV-Vis DRS pada wilayah panjang gelombang 200 – 800 nm hingga diperoleh kurva hubungan absorbansi dan reflektansi terhadap panjang gelombang. Nilai *band gap* diestimasi menggunakan Teori Kubelka-Munk dengan menggunakan Persamaan (1) dan (2) (Babbar dkk, 2017).

$$F(R) = \frac{K}{S} = (1 - R)^2 / 2R \quad (1)$$

$$[F(R)hv] = C(hv - E_g) \quad (2)$$

dengan $F(R)$ ialah faktor Kubelka-Munk, K ialah koefisien absopsi, S ialah koefisien hambran, R ialah nilai reflektansi, h ialah konstanta Planck ($6,626 \times 10^{-34}$ Js), v ialah frekuensi (Hz), C ialah konstanta, dan E_g ialah energi gap (eV).

3.3.4.4 Uji sifat listrik sampel Na₂FeSiO₄

Uji sifat listrik meliputi konduktivitas listrik (σ), konstanta dielektrik atau permitivitas relatif riil (ϵ_r), dan faktor rugi dielektrik ($\tan \delta$). Pengujian sampel Na₂FeSiO₄ dilakukan dengan menggunakan LCRmeter pada rentang frekuensi 1 Hz – 1×10^5 Hz. Konstanta dielektrik dan $\tan \delta$ dihitung menggunakan Persamaan (3) dan (4) (Tripathi dkk., 2015; Khan dkk., 2016).

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (3)$$

$$\tan \delta = \frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r} \quad (4)$$

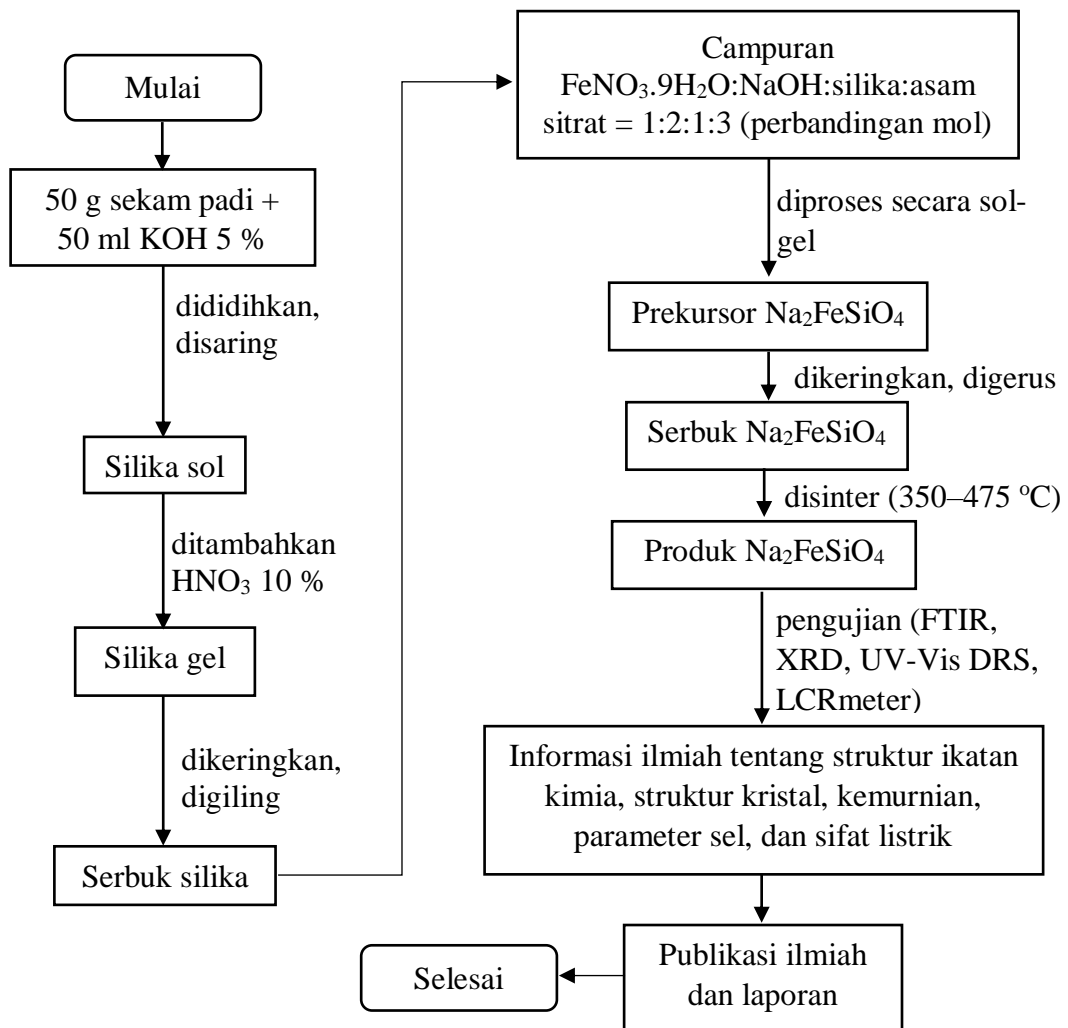
dengan C = kapasitansi sampel (F), ϵ_0 = permitivitas vakum ($8,854 \cdot 10^{-12}$ F/m), d = ketebalan sampel (m), A = luas permukaan sampel (m²), dan ϵ_r'' ialah permitivitas relatif bagian imajiner (F/m). Permitivitas relatif riil berkaitan dengan jumlah energi yang tersimpan dalam material yang mengalami polarisasi, sedangkan permitivitas bagian imajiner merepresentasikan energi yang hilang, dan $\tan \delta$ merupakan faktor rugi dielektrik atau faktor kehilangan energi. Permitivitas bagian imajiner (ϵ_r'') berkaitan konduktivitas listrik dan dapat dihitung dengan Persamaan (5) dan (6) (Hanjitsuwan dkk., 2011; Hussien, 2011).

$$\sigma = \epsilon_0 \epsilon_r'' \omega \quad (5)$$

$$\omega = 2\pi f \quad (6)$$

dengan σ = konduktivitas listrik (S/m atau dapat dikonversi menjadi S/cm), ω = frekuensi sudut (rad/s), dan f = frekuensi linier (Hz).

Prosedur yang akan dilakukan dalam penelitian ini secara sederhana ditunjukkan pada diagram Gambar 3.



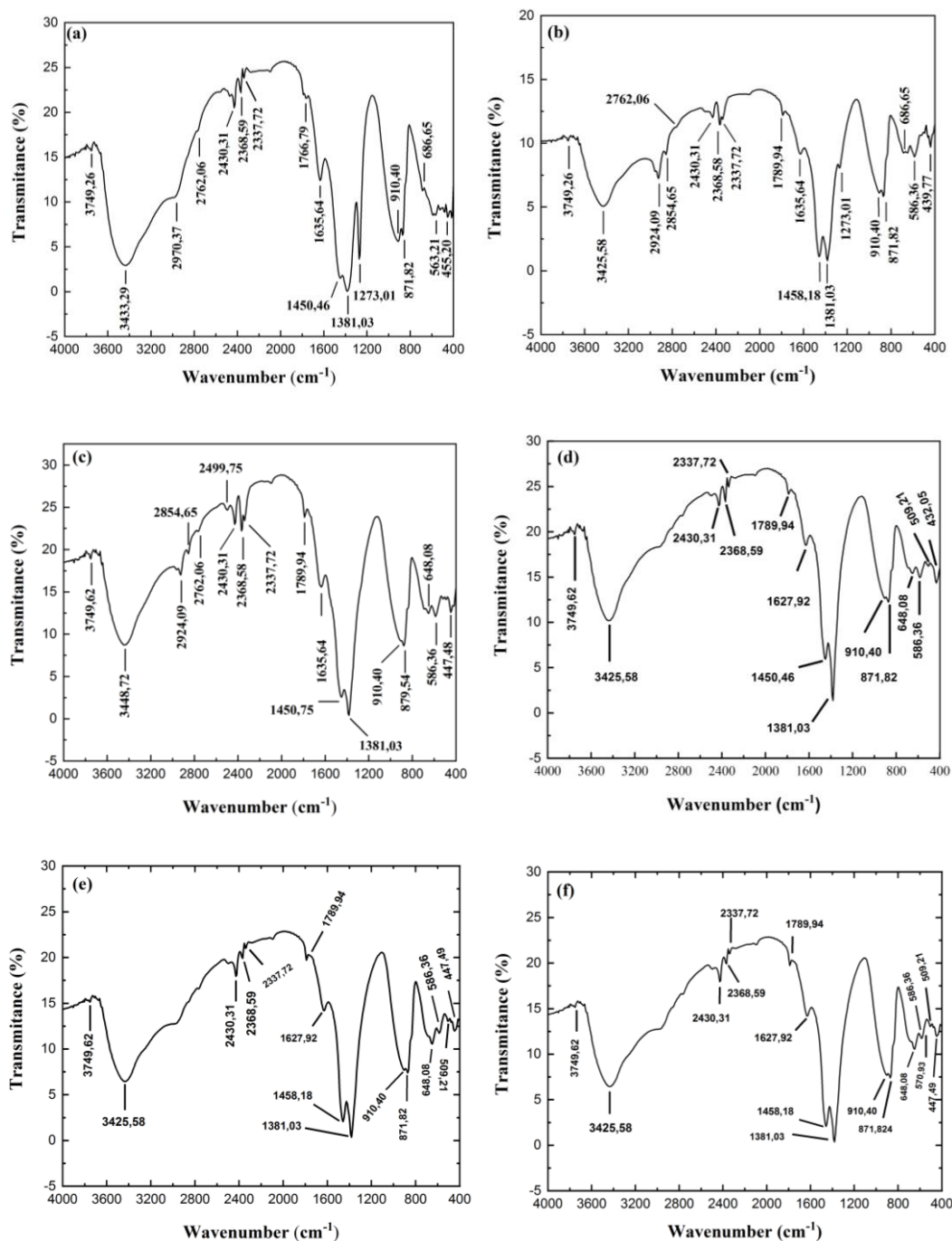
Gambar 3. Prosedur Penelitian

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil identifikasi gugus fungsi ditunjukkan pada Gambar 4(a)–(e) masing-masing menunjukkan sampel yang disinter pada suhu 350 °C, 375 °C, 400 °C, 425 °C, 450 °C dan 475 °C. Analisis ini dilakukan dalam rentang bilangan gelombang 4000 – 400 cm^{-1} . Keenam spektrum dari sampel tersebut memperlihatkan indikasi keberadaan ikatan NaO_4 , FeO_4 , dan SiO_4 tetrahedra yang merupakan ikatan dasar penyusun terbentuknya $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ seperti yang telah dikemukakan oleh penelitian sebelumnya oleh Zhu et al., (2018) dan Riyanto et al., (2020). Pada Gambar 4 terdapat puncak serapan pada bilangan gelombang 432,05 cm^{-1} – 455,20 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk gugus NaO dari $[\text{NaO}_4]$ tetrahedra. Pelebaran serapan puncak pada gugus fungsi NaO tersebut disebabkan oleh ukuran parameter sel yang meningkat dengan meningkatnya suhu sintering. Puncak serapan pada bilangan gelombang 686,65 cm^{-1} – 563,21 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur gugus FeO dari $[\text{FeO}_4]$ tetrahedra dengan puncak serapan bergeser ke arah yang lebih kecil seiring dengan meningkatnya suhu sintering 586,36 cm^{-1} – 509,21 cm^{-1} pergeseran tersebut disebabkan adanya interaksi antargugus fungsi (Karamipour et al., 2015; Jain et al., 2018). Selain itu, keberadaan puncak serapan bilangan gelombang 910,40 - 871,82 cm^{-1} yang mengidentifikasi adanya vibrasi ulur gugus Si-O dari $[\text{SiO}_4]$ (Zaghib et al., 2006; Ghaffari and Behzad, 2018). Gugus Si-O ini muncul karena adanya efek korelasi yang diinduksi oleh Na-O dan Fe-O tetrahedral dalam struktur Kristal (Ali et al., 2018).

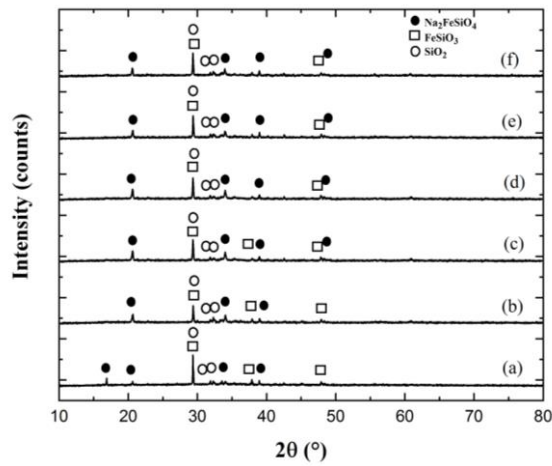
Selain adanya gugus fungsi Si-O, Fe-O dan Na-O, Gambar 4 juga memperlihatkan adanya gugus fungsi O-H pada sampel yang ditandai dengan adanya puncak serapan pada bilangan gelombang 3433,29 cm^{-1} – 3425,58 cm^{-1} pergeseran puncak serapan gugus fungsi ini berasal dari molekul air yang teradsorpsi seperti yang dikemukakan oleh Jiang *et al.*, (2016). Menurut Kumar et al (2016), gugus silanol terdeteksi pada puncak serapan 3749,62 cm^{-1} , daerah serapan ini muncul akibat adanya molekul air yang terperangkap dalam sampel molekul air yang bersatu dengan silika membentuk ikatan Si-OH (Sheykhani et al., 2017; Mahadevan and Du, 2018). Selain itu, terdapat gugus karboksil C-H dari

[CH₂] pada bilangan gelombang 2368,59 cm⁻¹ – 2337,72 cm⁻¹ gugus fungsi ini kemungkinan berasal dari prekursor C₆H₈O₇.H₂O yang berfungsi sebagai agen pelekat adanya gugus karboksil karena asam sitrat yang terhidrasi (Abadi et al, 2015).

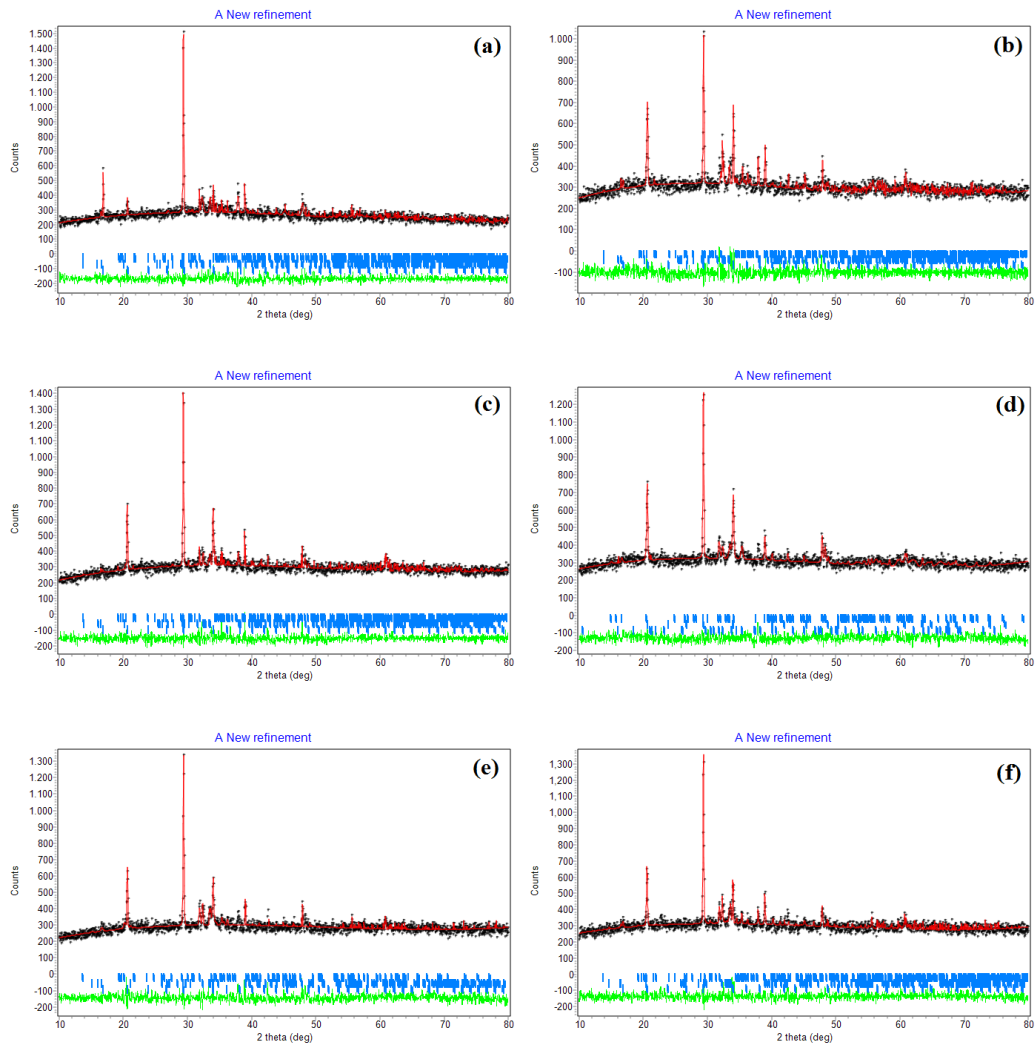


Gambar 4. Hasil identifikasi gugus fungsi Na₂FeSiO₄ yang disinter pada suhu (a) 350 °C, (b) 375 °C, (c) 400 °C, (d) 425 °C, (e) 450 °C dan (f) 475 °C

Analisis struktur kristal dilakukan menggunakan metode pencocokan (*search match*) dengan perangkat lunak QualX. Metode ini dilakukan dengan mencocokkan data eksperimen dengan *database* kristalografi (COD). Mengingat bahwa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ belum tercantum dalam *database* kristalografi, maka analisis XRD dapat dilakukan dengan membandingkan terhadap *database* kristalografi yang sejenis seperti $\text{Na}_2\text{ZnSiO}_4$, $\text{Na}_2\text{MnSiO}_4$, dan $\text{Na}_2\text{CaSiO}_4$. Hasil pencocokan dengan COD menunjukkan bahwa sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki karakteristik yang serupa dengan $\text{Na}_2\text{CaSiO}_4$ sesuai dengan COD 00-101-0111. Difraktogram hasil pencocokan ini ditunjukkan pada Gambar 5. Berdasarkan Gambar 5, terdapat puncak utama yang mengindikasikan fasa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ pada $2\theta = 33,97^\circ$ dan $20,54^\circ$ serta muncul puncak lainnya pada $45,05^\circ$. Hal ini menunjukkan kesesuaian dengan hasil FTIR yang menunjukkan kehadiran ikatan gugus fungsi Na-O, Fe-O, dan Si-O sebagai penyusun ikatan dasar penyusun terbentuknya $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Selain itu, hasil pencocokan juga memperlihatkan kehadiran fasa lain seperti FeSiO_3 (COD 00-900-1627) dengan puncak utama pada $2\theta = 29,36^\circ$ diikuti puncak lainnya pada $2\theta = 34,09^\circ$; $37,98^\circ$; $43,53^\circ$; dan $47,82^\circ$. Selanjutnya, puncak utama SiO_2 (COD 00-900-7171). Pada $2\theta = 29,38^\circ$ diikuti puncak lainnya pada $2\theta = 31,90^\circ$ dan $32,49^\circ$. Berdasarkan *database* tersebut, kristal $\text{Na}_2\text{CaSiO}_4$ memiliki struktur *cubic* dengan *space group* P 21 3 serta sesuai dengan struktur $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ hasil penelitian sebelumnya (Ye et al, 2016). Sementara itu, fasa FeSiO_3 yang memiliki struktur *monoclinic* dengan *space group* P 1 21/c 1. Pada fasa SiO_2 memiliki struktur *triclinic* dengan *space group* C 1 2/C 1.



Gambar 5. Difraktogram XRD $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang disinter pada suhu (a) 350 °C, (b) 375 °C, (c) 400 °C, (d) 425 °C, (e) 450 °C dan (f) 475 °C



Gambar 6. Hasil *refinement* data XRD sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang disinter pada suhu (a) 350 °C, (b) 375 °C, (c) 400 °C, (d) 425 °C, (e) 450 °C dan (f) 475 °C

Hasil analisis secara kuantitatif dilakukan dengan *refinement* data XRD menggunakan metode *Rietveld* dan perangkat lunak *Rietica* ditunjukkan pada Gambar 6. Hasilnya menunjukkan persentase parameter kesesuaian hasil *refinement* data XRD seperti ditunjukkan pada Tabel 5. Berdasarkan data pada Tabel 2, seluruh sampel memiliki nilai R_{exp} , R_w , dan R_p kurang dari 11% dan nilai GoF kurang dari 1%. Nilai persentase GoF kurang dari 4% dan R_{wp} kurang dari 25% menyatakan bahwa hasil *refinement* tersebut telah memenuhi standar metode *Rietveld* [40]. Penambahan suhu *sintering* mengakibatkan perubahan intensitas fasa Na_2FeSiO_4 , $FeSiO_3$ dan SiO_2 . Hasil *refinement* data XRD juga dapat digunakan untuk menghitung persen berat (wt.%) dari masing-masing sampel seperti ditunjukkan pada Tabel 6. Berdasarkan data pada Tabel 6, peningkatan suhu *sintering* menyebabkan peningkatan persen berat (wt.%) dari fasa Na_2FeSiO_4 sebagai fasa utama serta diikuti dengan peningkatan volume unit sel dari fasa Na_2FeSiO_4 seperti pada Tabel 7.

Tabel 5. Presentase parameter kesesuaian *refinement* data XRD Na_2FeSiO_4 .

| Sampel disinter pada (°C) | R_{wp} | R_p | R_{exp} | GoF |
|---------------------------|----------|-------|-----------|-------|
| 350 | 6,79 | 4,94 | 10,70 | 0,40 |
| 375 | 6,36 | 4,78 | 9,37 | 0,46 |
| 400 | 6,75 | 4,71 | 9,97 | 0,45 |
| 425 | 6,22 | 4,85 | 9,00 | 0,47 |
| 450 | 6,73 | 5,33 | 10,10 | 0,44 |
| 475 | 6,52 | 4,80 | 9,38 | 0,48 |

Tabel 6. Presentase fasa dalam persen berat (% wt).

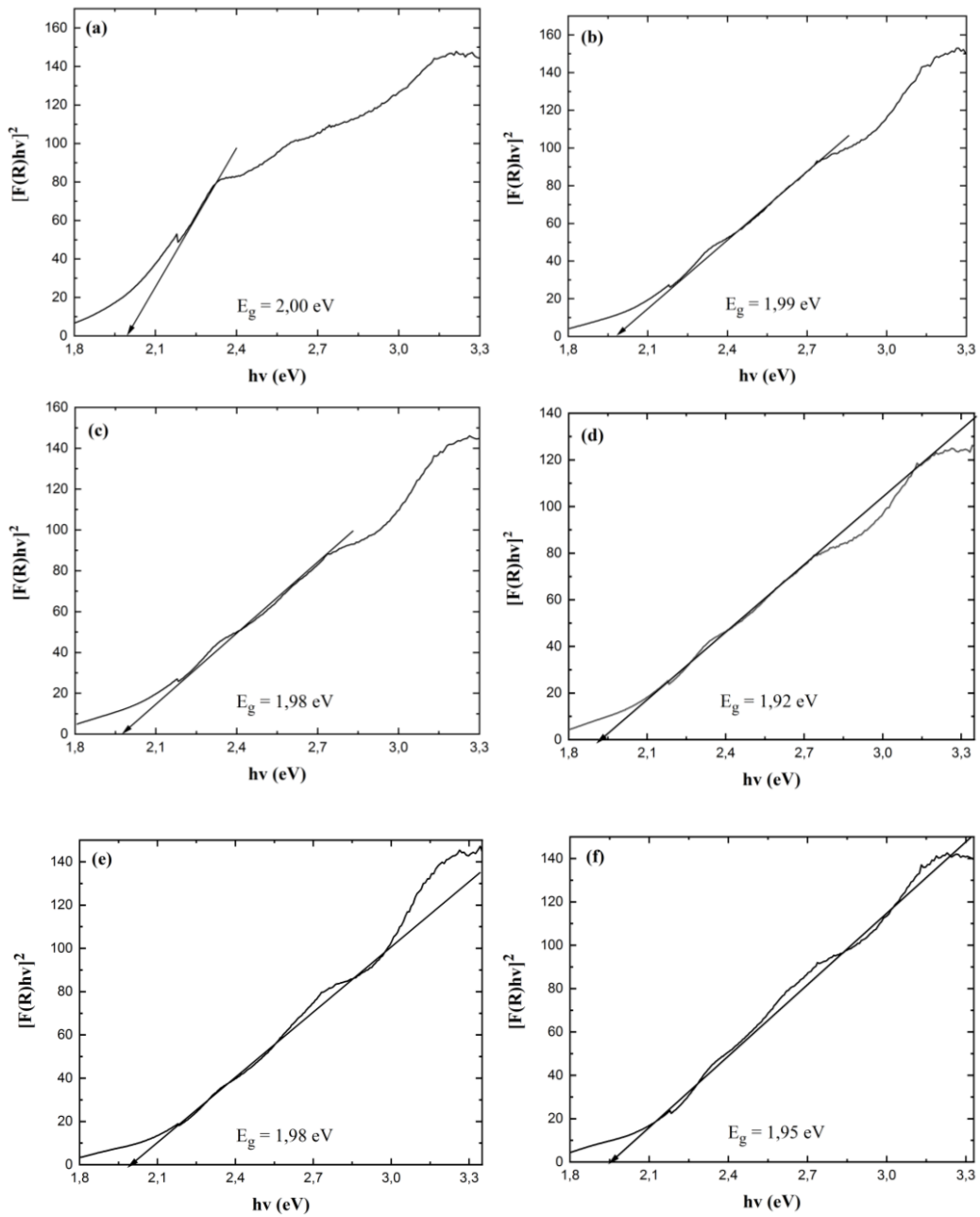
| Sampel disinter pada (°C) | Phase | | |
|---------------------------|---------------|-----------|---------|
| | Na_2FeSiO_4 | $FeSiO_3$ | SiO_2 |
| 350 | 73,44 | 19,03 | 7,53 |
| 375 | 73,46 | 18,94 | 7,60 |
| 400 | 73,66 | 18,91 | 7,43 |
| 425 | 74,08 | 19,33 | 6,59 |
| 450 | 73,74 | 19,29 | 6,97 |
| 475 | 74,23 | 18,76 | 7,01 |

Tabel 7. Volume unit sel pada masing-masing fasa (\AA^3)

| Sampel disinter pada ($^{\circ}\text{C}$) | $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ | FeSiO_3 | SiO_2 |
|---|-----------------------------|------------------|----------------|
| 350 | 409,841 | 462,666 | 639,556 |
| 375 | 412,661 | 460,501 | 638,606 |
| 400 | 412,827 | 464,143 | 632,414 |
| 425 | 417,421 | 448,285 | 477,686 |
| 450 | 416,915 | 447,650 | 505,531 |
| 475 | 417,040 | 435,186 | 522,446 |

Nilai energi *band gap* dari $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang dianalisis menggunakan teorema Kubelka-Munk dan plot Tauc ditunjukkan pada Gambar 7. Sampel memiliki enam nilai energi *band gap* berturut-turut yaitu: 2,00 eV, 1,99 eV, 1,98 eV, 1,92 eV, 1,98 eV dan 1,95 eV sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 8. Berdasarkan nilai energi *band gap* pada masing-masing suhu tersebut, terlihat bahwa peningkatan suhu *sintering* tidak signifikan mempengaruhi nilai energi *band gap*. Hal tersebut disebabkan karena keenam sampel memiliki komposisi fasa yang relatif sama sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 6. Secara keseluruhan, besarnya energi *band gap* dipengaruhi oleh hasil perubahan parameter sel dari hasil *refinement*. Perubahan parameter sel dapat mengubah struktur pita sehingga mempengaruhi besarnya energy *band gap*.

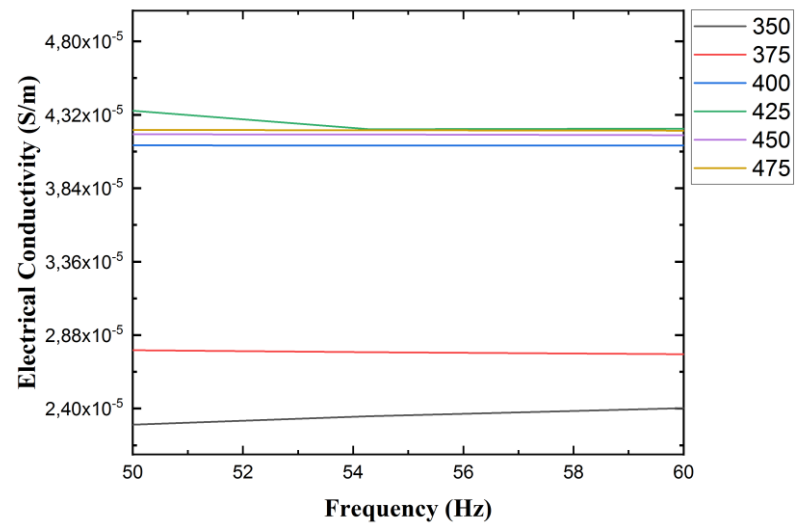
Sementara itu, nilai konduktivitas listrik yang tinggi mengikuti nilai energi *band gap* yang rendah. Nilai konduktivitas listrik yang diukur pada rentang frekuensi 50 – 60 Hz pada perlakuan termal 350 $^{\circ}\text{C}$, 375 $^{\circ}\text{C}$, 400 $^{\circ}\text{C}$, 425 $^{\circ}\text{C}$, 450 $^{\circ}\text{C}$ dan 475 $^{\circ}\text{C}$ ditunjukkan pada Gambar 8 dan ditulis dalam bentuk tale seperti pada Tabel 8. Berdasarkan Tabel 8 bahwa hasil pengujian konduktivitas listrik menunjukkan sampel pada suhu 425 $^{\circ}\text{C}$ memiliki konduktivitas tertinggi yaitu $4,35 \times 10^{-5}$ S/m. Ketidaklinier nilai konduktivitas listrik pada keenam sampel ini disebabkan oleh pergeseran nilai transmitansi pada gugus fungsi. Pergeseran ini terjadi karena adanya adsorpsi gugus O-H dari Si-OH pada permukaan SiO_2 , sehingga jarak antar pita valsensi dengan pita kondnuksi semakin kecil dan nilai energi *band gap* yang dihasilkan pada suhu *sintering* 425 $^{\circ}\text{C}$ rendah.



Gambar 7. Plot Tauc analisis energi *band gap* yang disinter pada suhu (a) 350 °C, (b) 375 °C, (c) 400 °C, (d) 425 °C, (e) 450 °C dan (f) 475 °C

Tabel 8. Nilai konduktivitas listrik pada frekuensi 50 – 60 Hz

| Sampel sintered at (°C) | Energi <i>band gap</i> (eV) | Konduktivitas listrik (S/m) |
|-------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| 350 | 2,00 | $2,35 \times 10^{-5}$ |
| 375 | 1,99 | $2,77 \times 10^{-5}$ |
| 400 | 1,98 | $4,12 \times 10^{-5}$ |
| 425 | 1,92 | $4,35 \times 10^{-5}$ |
| 450 | 1,98 | $4,20 \times 10^{-5}$ |
| 475 | 1,95 | $4,22 \times 10^{-5}$ |



Gambar 5. Hasil pengukuran konduktivitas listrik pada frekuensi 50 – 60 Hz.

BAB V. KESIMPULAN

Strudi ini menunjukkan bahwa spektrum FTIR dari sample $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ menunjukkan gugus fungsi Na-O, Fe-O, Si-O, dan Si-O-Si yang berasosiasi dengan struktur tetrahedral NaO_4 , FeO_4 , dan SiO_4 . Analisis fasa menunjukkan bahwa sampel didominasi oleh $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan diikuti oleh FeSiO_3 , dan SiO_2 . Pada rentang temperatur 350 – 475 °C, tidak terdapat perbedaan komposisi fasa (%wt.) yang signifikan, namun fasa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ cenderung menunjukkan peningkatan seiring dengan meningkatnya suhu sintering. Volume unit sel setiap fasa juga cenderung meningkat secara bertahap dengan meningkatnya suhu sintering. Peningkatan volume sel diikuti dengan penurunan nilai *band gap* dan peningkatan konduktivitas listrik sampel.

REFERENSI

- Abadi, M. H. S. *et al.* (2015) 'Effects of Annealing Temperature on Infrared Spectra of SiO₂ Extracted From Rice Husk', (January).
- Ali, B. *et al.* (2018) 'Interconnected mesoporous Na₂FeSiO₄ nanospheres supported on carbon nanotubes as a highly stable and efficient cathode material for sodium-ion battery', *Journal of Power Sources*. Elsevier, 396(June), pp. 467–475.
- Ali, B. *et al.* (2018) 'Interconnected mesoporous Na₂FeSiO₄ nanospheres supported on carbon nanotubes as a highly stable and efficient cathode material for sodium-ion battery', *Journal of Power Sources*. Elsevier, 396(June), pp. 467–475.
- Amalia, A.R. (2019) 'Pengaruh perlakuan termal terhadap struktur kristal dan karakteristik sifat listrik pada bahan polianion Na₂FeSiO₄ berbasis silika sekam padi', Skripsi, pp. 1-57.
- Babbar, P. *et al.* (2017) 'Charge/discharge characteristics of Jahn-Teller distorted nanostructured orthorhombic and monoclinic Li₂MnSiO₄ cathode materials', *RSC Advances*. Royal Society of Chemistry, 7(37), pp. 22990–22997.
- 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), pp. 14462–14470.
- Cheng, J.M and Chang, F.W (1991), "The Chlorination Kinetics of Rice Husk", *Indian Engineering Chemical Research*, 30, pp. 2241–2247.
- Daifullah, A.A.M; Awwad, N.S; El-Reefy (2004), "Purification of Phosphoric Acid from Ferric Ion Using Modified Rice Husk", *Chemical Engineering and Processing*, 43, pp. 193- 201.
- Daifullah, A.A.M; Girgis, B.S and Gad, H.M.H (2003), "Utilization of Agro residues (Rice Husk) in Small Waste Water Treatment Plans", *Materials Letters*, 57, pp. 1723 –1731.
- Della, V.P; Kuhn, I; Hotza, D (2002), "Rice Husk Ash an Alternate Source for Active Silica Production", *Materials Letters*, 57. 818 – 821.
- Feng, Z., Tang, M. and Yan, Z. (2018) '3D conductive CNTs anchored with Na₂FeSiO₄ nanocrystals as a novel cathode material for electrochemical sodium storage', *Ceramics International*. Elsevier Ltd and Techna Group S.r.l., 44(17), pp. 22019–22022.
- Ghaffari, A. and Behzad, M. (2018) 'Facile synthesis of layered sodium disilicates as efficient and recoverable nanocatalysts for biodiesel production from rapeseed oil', *Advanced Powder Technology*. The Society of Powder Technology Japan, 29(5), pp. 1265–1271.
- Hamdan, H; Muhid, M.N; Endud, S; Listioine, E; Ramli, Z (1997), "29Si MAS, NMR, XRD and FESEM Studies of Rice Husk Silica for Synthesis Zeolite", *J. Non Crystal Solids* 211, pp. 126–131.
- Hanjitsuwan, S., Chindapasirt, P. and Pimraksa, K. (2011), Electrical conductivity and dielectric property of fly ash geopolymer pastes, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 18(1), pp. 94–99.

- Hsu, C.-H., Shen, Y.-W., Chien, L.-H. and Kuo, P.-L. (2015) 'Li₂FeSiO₄ nanorod as high stability electrode for lithium-ion batteries', *J Nanopart Res*, 54(December), pp. 1–9.
- Hussien, B. (2011), The D.C and A.C Electrical Properties of (PMMA-Al₂O₃) Composites, *European Journal of Scientific Research*, 52(2), pp. 1450–216.
- Jain, R. *et al.* (2018) 'Infrared Spectroscopic Study of Magnetic Behavior of Dysprosium Doped Magnetite Nanoparticles', *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 32(2019), pp. 325–333.
- Jiang, X. *et al.* (2016) 'Determination of the acid values of edible oils via FTIR spectroscopy based on the O A H stretching band', *Food Chemistry*. Elsevier Ltd, 212(2016), pp. 585–589.
- Kalapathy, C; Protor, A and Shultz, J (2000), "A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Husk Ash", *Biosource Technology*, 73, pp. 257–264.
- Kaliyappan, K. and Chen, Z. (2018) 'Facile solid-state synthesis of eco-friendly sodium iron silicate with exceptional sodium storage behaviour', *Electrochimica Acta*. Elsevier Ltd, 283, pp. 1384–1389.
- Karamipour, S., Sadjadi, M. S. and Farhadyar, N. (2015) 'Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy Fabrication and spectroscopic studies of folic acid-conjugated Fe₃O₄@Au core – shell for targeted drug delivery application', *SPECTROCHIMICA ACTA PART A: MOLECULAR AND BIOMOLECULAR SPECTROSCOPY*. Elsevier B.V., 148, pp. 146–155.
- Kee, Y. *et al.* (2016) 'Investigation of metastable Na₂FeSiO₄ as a cathode material for Na-ion secondary battery', *Materials Chemistry and Physics*. Elsevier B.V, 171, pp. 45–49.
- Khan, M. S., Sohail, M., Khattak, N. S. and Sayed, M. (2016), Industrial ceramic waste in Pakistan, valuable material for possible applications, *Journal of Cleaner Production*, 139, pp. 1520–1528.
- Kumar, S. *et al.* (2016) 'Graphene oxide grafted with iridium complex as a superior heterogeneous catalyst for chemical fixation of carbon dioxide to dimethylformamide', *Carbon*. Elsevier Ltd, 100(April 2016), pp. 632–640.
- Li, S. *et al.* (2016) 'Zero-Strain Na₂FeSiO₄ as Novel Cathode Material for Sodium-Ion Batteries', *ACS Applied Materials and Interfaces*, 8(27), pp. 17233–17238.
- Mahadevan, T.S., and Du, J. (2018) 'Evaluating water reactivity at silica surfaces using reactive potentials', *The Journal of Physical Chemistry*, 122, p. 18.
- Malik, P.K, (2002)," Used of activated Carbons Prepared from Saw dust and Rice Husk for adsorption of Acid Dyes: A case of Acid Yellow," *Dyes and Pigment* elsevier Science, Ltd.
- Park, H., Song, T., Tripathi, R., Nazar, L. F. and Paik, U. (2014) 'Li₂MnSiO₄/carbon nanofiber cathodes for Li-ion batteries', *Ionics*, 20(10), pp. 1351–1359.
- Park, Y. M., Lim, H., Moon, J., Lee, H., Son, S. H., Kim, H. and Kim, H. (2017) 'High-Yield One-Pot Recovery and Characterization of Nanostructured Cobalt Oxalate from Spent Lithium-Ion Batteries and Successive Re-Synthesis of LiCoO₂', *Metal*, 7, pp. 1–11.

- Ramli, Z and Bahruji, H (2003), "Synthesis of ZMS 5 Type Zeolite Using Crystalline Silica of Rice Husk Ash", *Malaysian Journal of Chemistry*, 5, pp. 48 – 55.
- Riveros, H and Garza, C (1986), "Rice Husk Ash a Source of High Purity Silica", *J. Cryst. Growth*, 75, pp. 126–131.
- Riyanto, A. Sembiring, S., Amalia, A.R., Astika, A., and Marjunus, R. (2020) 'A preliminary study of phases, elemental mapping, and electrical properties on Na₂FeSiO₄ derived from rice husk silica', *Journal of Physics: Conference Series*, 1572 (2020), pp. 1-9.
- Riyanto, A. Sembiring, S., and Junaidi. (2017) 'Karakteristik Fisis Aluminosilikat Geopolimer Berbasis Silika Sekam Padi untuk Aplikasi Fast Ionic Conductor', *Reaktor*, 17(2), pp. 96–103.
- Riyanto, A., Ginting, O.M., and Simon, S., (2009), Pengaruh suhu sintering terhadap pembentukan gugus borosiloksan (B-O-Si) bahan keramik borosilikat berbasis silika sekam padi, *Prosiding Seminar Nasional Sains MIPA dan Aplikasinya*, Universitas Lampung, 1, Pp. 219–224.
- Riyanto, A., Sembiring, S., Megawati, Mabbarroh, N., Junaidi, and Ginting, E., (2019) 'Analisis Transisi Fasa dan Sifat Dielektrik Pada Li₂CoSiO₄ yang Dipreparasi dari Silika Sekam Padi dan Produk Daur Ulang Katode Baterai Ion Litium Bekas', *Alchemy Jurnal Penelitian Kimia*, 15(1), pp. 89–103.
- Sembiring, S., Riyanto, A., Simanjuntak, W. and Situmeang, R. (2017) 'Effect of MgO-SiO₂ ratio on the forsterite (Mg₂SiO₄) precursors characteristics derived from amorphous rice husk silica', *Oriental Journal of Chemistry*, 33(4), pp. 1828–1836.
- Sembiring, S., Simanjuntak, W., Situmeang, R., Riyanto, A. and Karo-Karo, P. (2017) 'Effect of alumina addition on the phase transformation and crystallisation properties of refractory cordierite prepared from amorphous rice husk silica', *Journal of Asian Ceramic Societies*. Taibah University, 5(2), pp. 186–192.
- Sembiring, S., Simanjuntak, W., Situmeang, R., Riyanto, A., and Sebayang, K. (2016), Preparation of refractory cordierite using amorphous rice husk silica for thermal insulation purposes', *Ceramics International*. Elsevier, 42(7), pp. 8431–8437.
- Sheykhan, M., Yahyazadeh, A. and Ramezani, L. (2017) 'A novel cooperative Lewis acid / Brønsted base catalyst Fe₃O₄ @ SiO₂-APTMS-Fe(OH)₂: An efficient catalyst for the Biginelli reaction', *Molecular Catalysis*. Elsevier B.V., 435(2017), pp. 166–173.
- Siriluk and Yuttapong (2005), "Structure of Mesoporous MCM-41 Prepared from Rice Husk Ash", *Asian Symposium on Visualization, Chaingmai, Thailand*.
- Tripathi, M., Sahu, J. N., Ganesan, P., Monash, P. and Dey, T. K. (2015), Effect of microwave frequency on dielectric properties of oil palm shell (OPS) and OPS char synthesized by microwave pyrolysis of OPS, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 112, pp. 306–312.
- Xiao, D., Shao, L., Ma, R., Shui, M., Gao, J., Huang, F., Wu, K., Qian, S., Wang, D., Long, N., Ren, Y. and Shu, J. (2013) 'Hydrothermal preparation of iron-based orthosilicate cathode materials with different SiO₂ particles and their electrochemical properties', *International Journal of Electrochemical Science*, 8(6), pp. 7581–7590.

- Ye, Z. *et al.* (2016) 'Robust diamond-like Fe-Si network in the zero-strain $\text{Na}_x\text{FeSiO}_4$ cathode', *Electrochimica Acta*, 212(September), pp. 934–940. doi: 10.1016/j.electacta.2016.07.073.
- Yu, S. *et al.* (2018) 'Structural stabilities and electrochemistry of $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ polymorphs: first-principles calculations', *Journal of Solid State Electrochemistry*, 22(7), pp. 2237–2245.
- Zaghib, K. *et al.* (2006) 'Structural, magnetic and electrochemical properties of lithium iron orthosilicate', 160, pp. 1381–1386.
- Zhang, L., Duan, S., Yang, X., Liang, G. and Huang, Y. (2015) 'Insight into cobalt-doping in $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$ cathode material for lithium-ion battery', *Journal of Power Sources*, 274, pp. 194–202.

LAMPIRAN (Luaran Penelitian)

The screenshot displays the ScholarOne Manuscripts interface for a Corresponding Author. The page title is "Submitted Manuscripts". On the left, a sidebar menu includes "Submitted Manuscripts", "Start New Submission", "Legacy Instructions", and "5 Most Recent E-mails". The main content area features a table with the following data:

| STATUS | ID | TITLE | CREATED | SUBMITTED |
|------------------------------|----------------|--|-------------|-------------|
| EO: Mohamad Azmi, Nor Azlina | JPS-OA-21-0140 | Phase Composition and Electrical Properties Profile of Rice Husk Silica-Based Na ₂ FeSiO ₄ Precursors which Sintered at High Temperature | 18-Sep-2021 | 13-Oct-2021 |

Below the table, there are links for "Awaiting Editorial Office Processing" (with a "View Submission" link), "Contact Journal", and "Cover Letter". The system also prompts the user to "Activate Windows" and provides a link to "Go to Settings to activate Windows." The Windows taskbar at the bottom shows the date as 10/14/2021 and the time as 8:24 PM.