

**EFEK VARIASI SUHU PADA SENYAWA $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ BERBASIS SILIKA
SEKAM PADI DENGAN PENAMBAHAN KARBON**

(Skripsi)

Oleh

WULAN WAROHMA
NPM. 1817041072



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022

ABSTRAK

EFEK VARIASI SUHU PADA SENYAWA $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ BERBASIS SILIKA SEKAM PADI DENGAN PENAMBAHAN KARBON

Oleh

WULAN WAROHMA

Natrium besi silikat ($\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$) menjadi salah satu jenis bahan polianion yang dapat dikembangkan sebagai bahan katode baterai, karena termasuk jenis bahan semikonduktor. Bahan semikonduktor memiliki nilai konduktivitas listrik sebesar $10^3 - 10^{-8}$ S/m. Kenaikan konduktivitas listrik dapat dilakukan dengan penambahan karbon pada senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Potensi karbon ini digunakan sebagai material aditif, sehingga dilakukan penelitian penambahan karbon untuk pembuatan katode dari senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan variasi suhu $325^\circ\text{C} - 400^\circ\text{C}$. Tujuan penelitian ini untuk memperoleh nilai konduktivitas listrik polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang lebih tinggi. Sampel disintesis menggunakan metode sol gel dari bahan NaOH, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, silika dari sekam padi, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$, dan karbon. Pengujian gugus fungsi dilakukan menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), struktur fasa menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), energi *band gap* menggunakan *Ultraviolet Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-VIS DRS), dan LCR meter untuk mengetahui sifat listriknya. Hasil analisis FTIR menunjukkan keberadaan gugus fungsi NaO_4 , FeO_4 , dan SiO_4 tetrahedra sebagai dasar penyusun terbentuknya $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Hasil analisis XRD menunjukkan komposisi fasa kristalin $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ bertambah seiring dengan meningkatnya suhu *sintering* serta diikuti dengan peningkatan volume unit sel dari fasa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Hasil energi *band gap* pada penelitian ini memperoleh nilai sebesar 1,72 eV–1,54 eV dan hasil LCR meter menunjukkan nilai konduktivitas listrik dengan nilai orde sebesar 10^{-2} S/m - 10^{-1} S/m seiring dengan kenaikan suhu. Kenaikan nilai konduktivitas listrik yang terjadi membuktikan bahwa penambahan karbon pada senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ meningkat seiring dengan meningkatnya suhu *sintering*.

Kata Kunci : energi *band gap*, gugus fungsi, karbon, konduktivitas listrik, $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, silika sekam padi, dan struktur fasa.

ABSTRACT

EFFECT OF TEMPERATURE VARIATIONS ON COMPOUND $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ BASED ON SILICA RICE HUSK WITH ADDITIONAL CARBON

Oleh

WULAN WAROHMA

Sodium iron silicate ($\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$) is one type of polyanion material, that can be developed as a battery cathode material, because it is a semiconductor material. Semiconductor materials have an electrical conductivity value of $10^3 - 10^{-8}$ S/m. An increase in electrical conductivity can be done by adding carbon to the $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ compound. Because of potential of this carbon to be used as an additive, so research was conducted on the addition of carbon to produce cathodes from $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ compounds with a temperature variation of $325^\circ\text{C} - 400^\circ\text{C}$. The purpose of this study is to obtain a higher electrical conductivity value of polyanion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Samples were synthesized using the sol gel method from NaOH, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, silica from rice husk, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$, and carbon. Functional group tests were conducted using Fourier Transform Infrared (FTIR), phase structure using X-Ray Diffraction (XRD), band gap energy using Ultraviolet Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-VIS DRS), and LCR meter to determine its electrical properties. The results of FTIR analysis show the presence of functional groups of NaO_4 , FeO_4 , and SiO_4 tetrahedra as the basic building blocks for the formation of $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. The results of XRD analysis show that the composition of the $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ crystal phase increases with the increasing of sintering temperature and is followed by an increase in the unit cell volume of the $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ phase. The resulted of the band gap energy in this study reaches value of 1.72 eV–1.54 eV and the results of the LCR meter showed an electrical conductivity value of the order of 10^{-2} S/m - 10^{-1} S/m as the temperature increased. The increasing in electrical conductivity of proves that the addition of carbon to the $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ compound increases by then increasing sintering temperature.

Keywords: band gap energy, functional group, carbon, electrical conductivity, $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, rice husk silica, and phase structure.

**EFEK VARIASI SUHU PADA SENYAWA $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ BERBASIS SILIKA
SEKAM PADI DENGAN PENAMBAHAN KARBON**

Oleh

WULAN WAROHMA

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



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

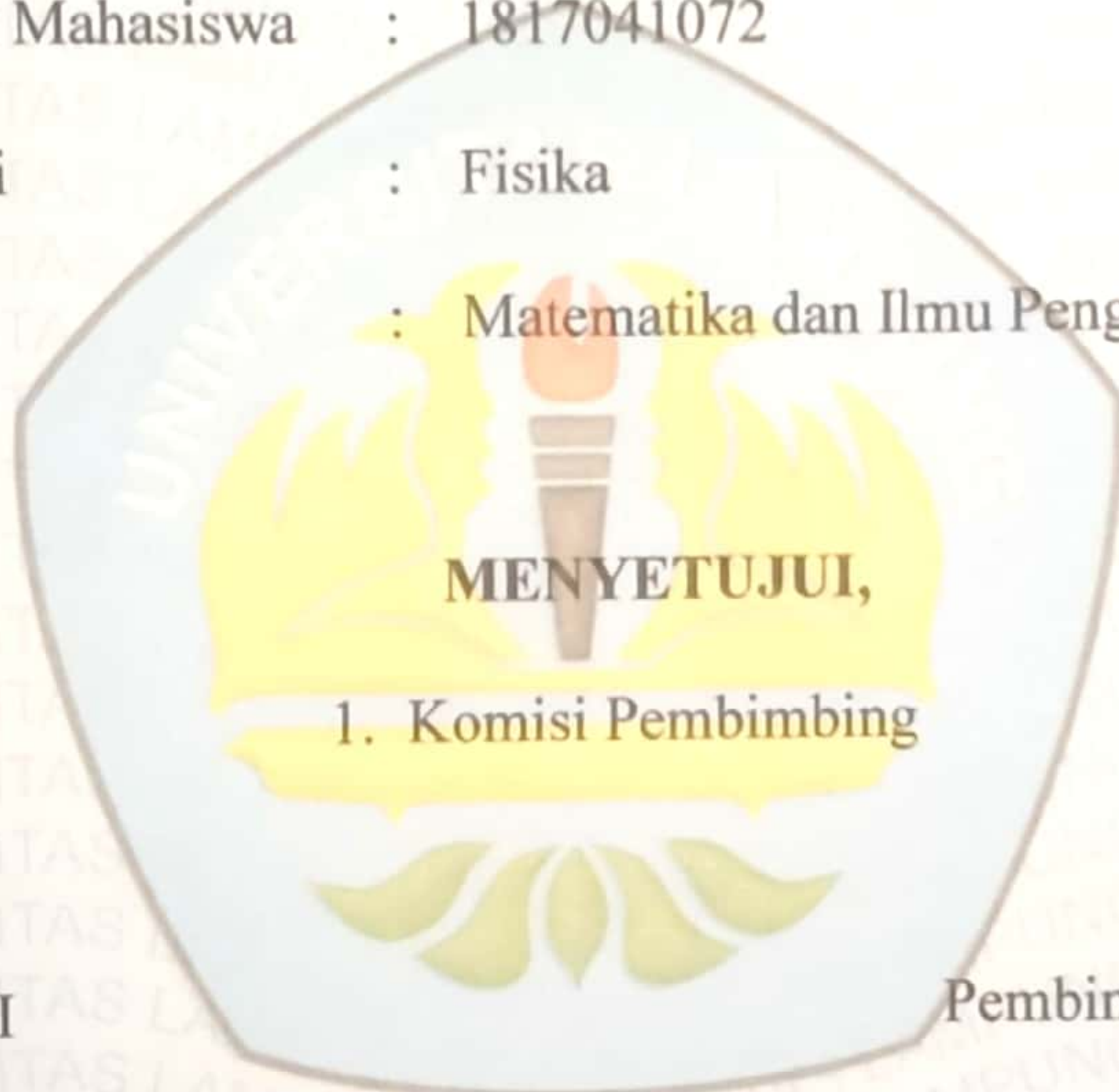
Judul : Efek Variasi Suhu Pada Senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$
Berbasis Silika Sekam Padi Dengan
Penambahan Karbon

Nama Mahasiswa : Wulan Warohma

Nomor Pokok Mahasiswa : 1817041072

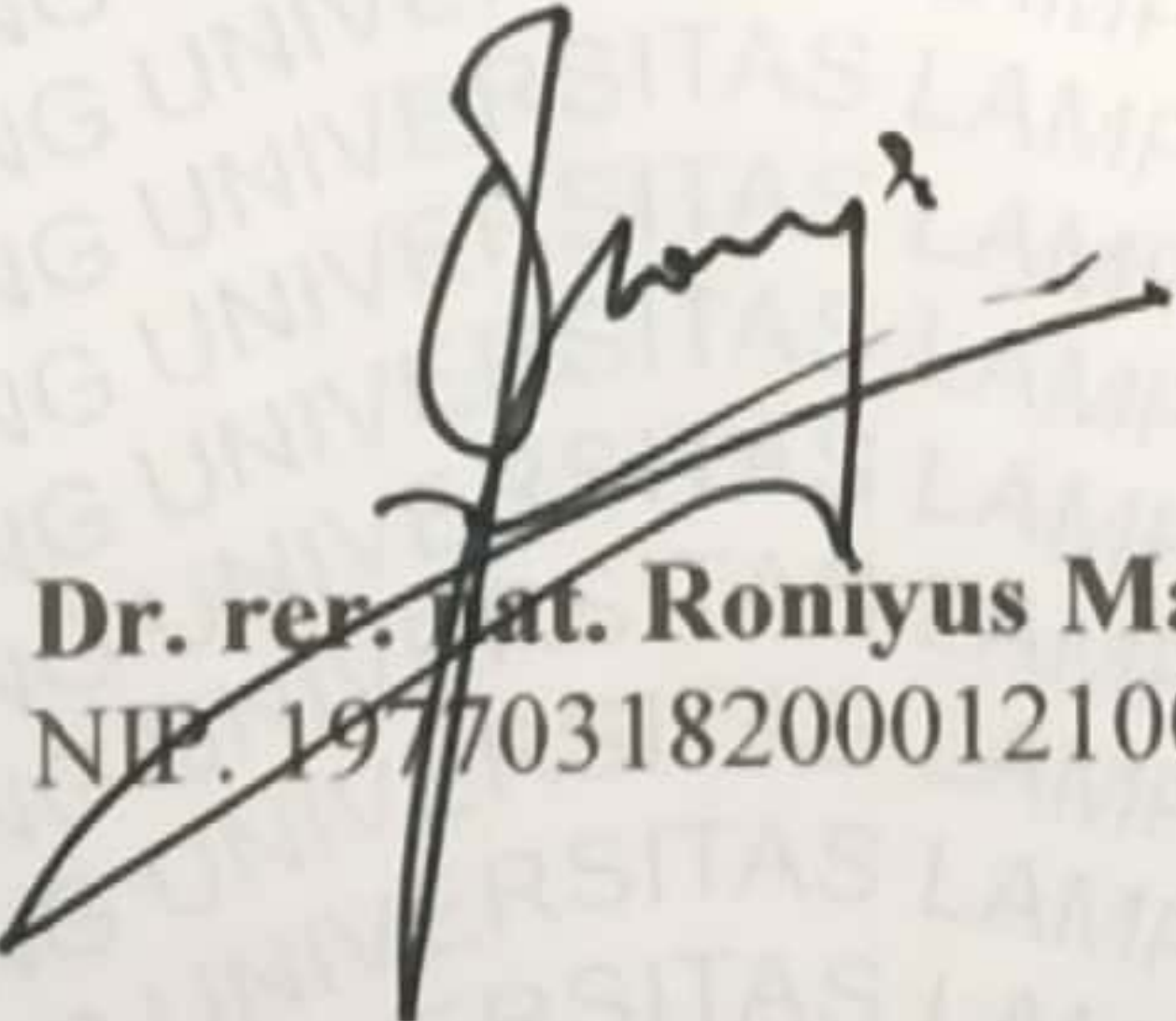
Program Studi : Fisika

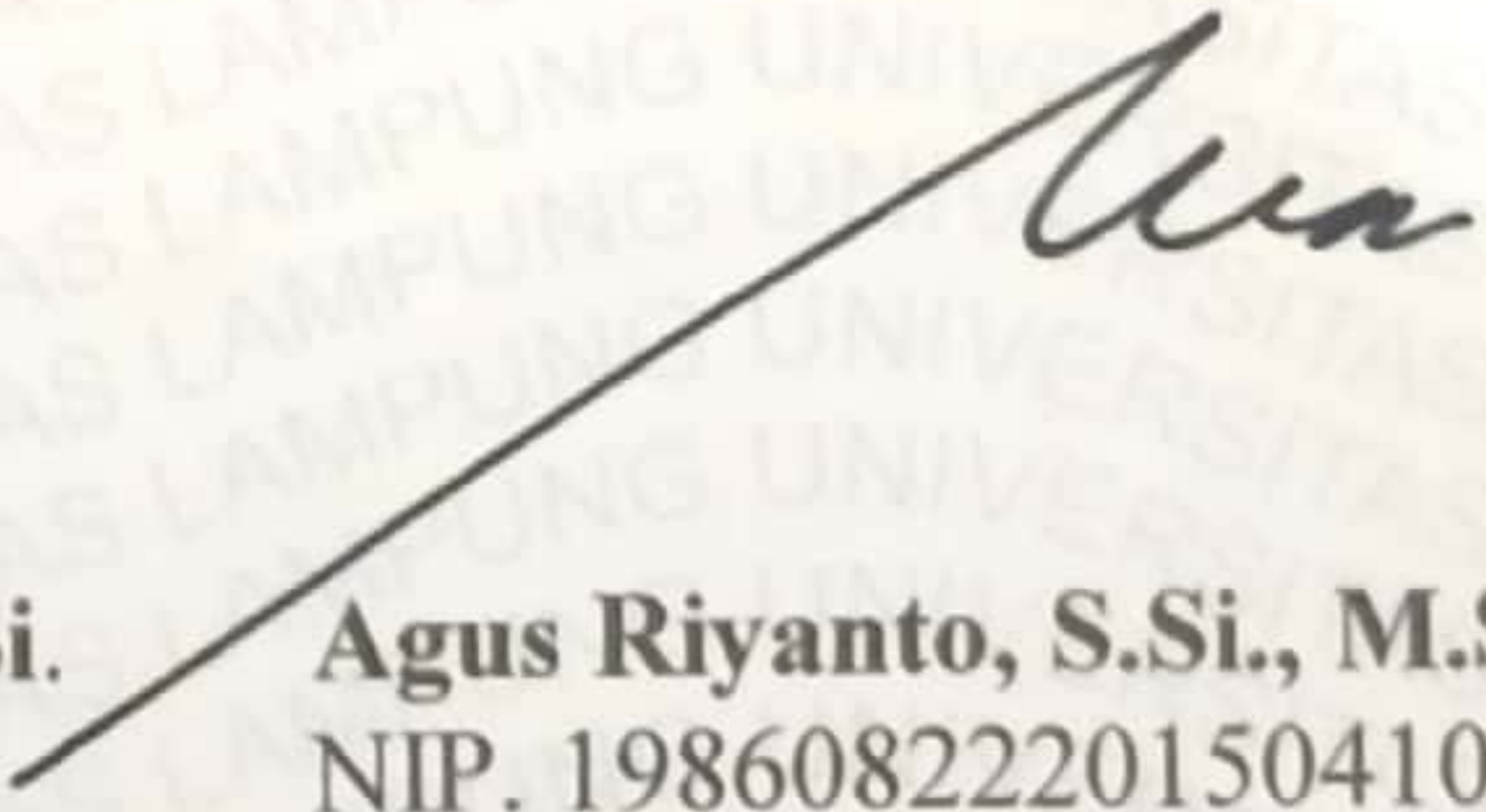
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



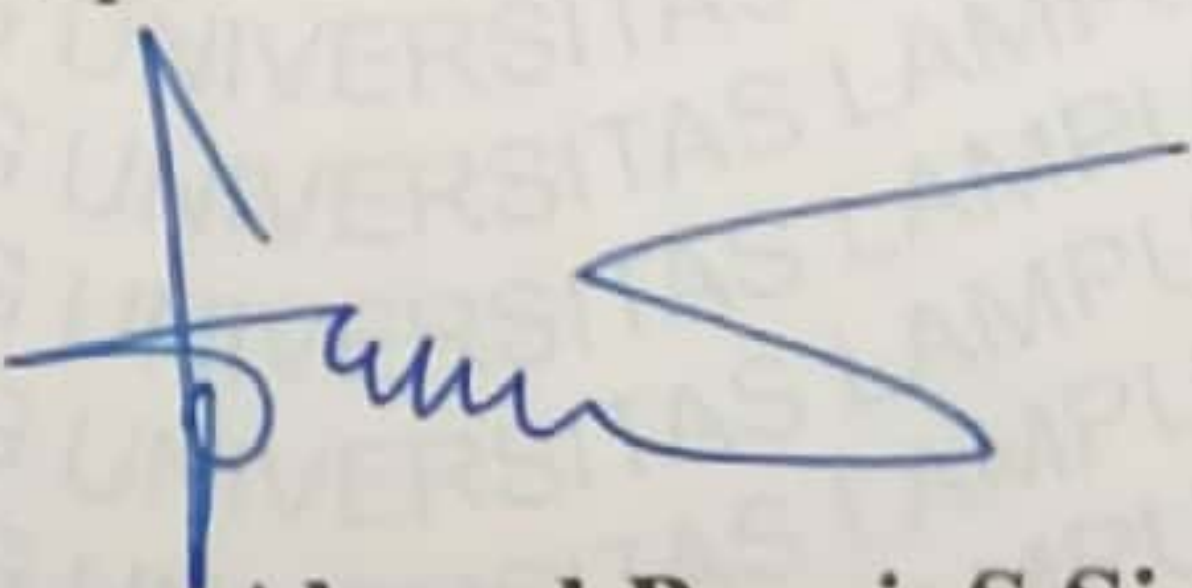
Pembimbing I

Pembimbing II


Dr. rer. Nat. Roniyus Marjunus, S.Si., M.Si.
NIP. 197703182000121003


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

2. Kepala Jurusan Fisika FMIPA


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

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : **Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, S.Si., M.Si.**

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

Penguji
Bukan Pembimbing : **Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.**

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

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

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 28 November 2022

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain dengan sepengetahuan saya dan 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 dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 7 Desember 2022



Wulan Warohma
NPM.1817041072

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Palembang, Provinsi Sumatera Selatan pada 15 Januari 2000 sebagai anak pertama dari tiga bersaudara pasangan Warsito dan Maslita. Penulis memulai pendidikan di Taman Kanak-Kanak Pembina Kalianda pada tahun 2004 kemudian melanjutkan pendidikan di SD Negeri 3 Way Urang dan lulus pada tahun 2012. Penulis kemudian melanjutkan pendidikan menengah pertama di SMP Negeri 2 Kalianda dan lulus pada tahun 2015. Setelah itu, melanjutkan pendidikan menengah atas di SMA Negeri 1 Kalianda dan lulus pada tahun 2018.

Penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN) pada tahun 2015. Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif mengikuti organisasi diantaranya yaitu UKMF Kerohanian Islam (Rois) FMIPA Unila sebagai Sekretaris Biro Kesekretariatan tahun 2019, Himpunan Mahasiswa Fisika (Himafi) sebagai Anggota Kaderisasi tahun 2020, Dewan Perwakilan Mahasiswa Universitas Lampung (DPM-Unila) sebagai Anggota Komisi Kelembagaan tahun

2020, dan DPM-FMIPA Unila sebagai Sekretaris Komisi Kemediaan dan Hubungan Luar tahun 2021. Selain itu, penulis aktif dalam berbagai kegiatan pembelajaran sebagai asisten praktikum Mata Kuliah Sol Gel dan Mata Kuliah Fisika Inti. Dalam bidang kepenulisan ilmiah, penulis memiliki pengalaman Lomba Karya Tulis Ilmiah Nasional (LKTI) yang diadakan oleh FPPI FKIP Unila dengan memperoleh Juara III pada tahun 2020, Juara Favorit Poster Terbaik pada tahun 2021 dan LKTIN FISCOM yang diadakan oleh Lembaga Amil Zakat Nasional Purwokerto dengan memperoleh Juara III pada tahun (2022).

MOTTO

**“Maka bersabarlah kamu. Sungguh, janji Allah itu benar”
(QS. Ar-Rum:60)**

**SEBAIK-BAIKNYA MANUSIA ADALAH YANG PALING BERMANFAAT BAGI ORANG
lain.
(HR. AHMAD)**

**Ilmu pengetahuan itu bukanlah yang dihafalkan, melainkan yang
memberi manfaat. (Imam Syafi'i)**

**Mengeluh itu wajar! Menyerah?? Jangan!
-Penulis-**

PERSEMBAHAN

**Dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWT, penulis mempersembahkan
karya ini kepada**

Orang Tuaku:

Ibunda Maslita dan Ayahanda Warsito

Serta

Adik Tercinta Lutfiah Mazidah dan M.Dimas Al-Fatir

Keluarga Besar Marmo Suwito dan Yanak Sanwirana

**Yang senantiasa mendo'akan dan memberikan segala upaya yang terbaik
untuk anak dan cucu tersayang.**

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Warahmatullah Wabarokatuh.

Puji syukur penulis haturkan atas karunia Allah SWT, karena atas berkat rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul **“Efek Variasi Suhu Pada Senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ Berbasis Silika Sekam Padi dengan Penambahan Karbon”**. Penulis menyadari dalam penulisan skripsi ini masih terdapat banyak kesalahan dan kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran demi perbaikan kekurangan tersebut. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menjadi literatur serta rujukan bagi penelitian-penelitian berikutnya.

Wassalamualaikum Warahmatullah Wabarokatuh.

Bandar Lampung, 7 Desember 2022

Penulis

SANWACANA

Puji syukur atas karunia Allah SWT, karena atas berkat karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul **“Efek Variasi Suhu Pada Senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ Berbasis Silika Sekam Padi dengan Penambahan Karbon”** sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung. Selama menyelesaikan skripsi ini, penulis telah menerima banyak bantuan secara langsung maupun tidak langsung. Dengan segala kerendahan hati, penulis menghaturkan terimakasih kepada:

1. Bapak Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan sarannya dalam proses penelitian dan penulisan skripsi;
2. Bapak Agus Riyanto, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan masukannya selama proses penelitian dan penulisan skripsi;
3. Bapak Prof. Drs. Posman Manurung, Ph.D., selaku Dosen Pembahas atas saran yang telah diberikan untuk penulisan skripsi ini agar lebih baik lagi;
4. Bapak Drs. Amir Supriyanto, M.Si. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan motivasi selama di perkuliahan;
5. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T., selaku Ketua Jurusan Fisika;
6. Bapak dan Ibu dosen Jurusan Fisika atas ilmu yang telah diberikan selama penulis menempuh bangku perkuliahan;

7. Kedua Orang Tuaku, Ibunda Maslita dan Ayahanda Warsito atas doa dan usaha yang tidak pernah lelah hingga penulis mampu menyelesaikan pendidikan di Universitas Lampung;
8. Sahabat terbaik Kokom, Mba Naura dan Mba Bila yang telah meluangkan banyak waktunya untuk memberi dukungan dan menjadi pendengar yang baik;
9. Tim Katode Nindya dan Silvi, serta Teman-teman Fisika 2018.

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 dalam menyelesaikan skripsi ini.

Bandar Lampung, 7 Desember 2022

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN I	iv
LEMBAR PENGESAHAN II	v
PERNYATAAN.....	vi
RIWAYAT HIDUP.....	vii
MOTTO	ix
PERSEMBAHAN	x
KATA PENGANTAR.....	xi
SANWACANA	xii
DAFTAR ISI.....	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
DAFTAR TABEL	xvii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
II. TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Silika Sekam Padi.....	7
2.2 Senyawa Komposit $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$	9

2.3	<i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i>	12
2.4	Difraksi Sinar-X	14
2.5	<i>Ultraviolet Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (Uv-Vis DRS)</i> . ..	15
2.6	Konduktivitas Listrik.....	17
III.	METODE PENELITIAN.....	18
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	18
3.2	Alat dan Bahan	18
3.3	Prosedur Penelitian	19
3.4	Karakterisasi	22
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	27
4.1	Pengaruh Penambahan Karbon Terhadap Gugus Fungsi pada Senyawa Na ₂ FeSiO ₄	27
4.2	Pengaruh Penambahan Karbon Terhadap Fasa pada Senyawa Na ₂ FeSiO ₄	31
4.3	Pengaruh Penambahan Karbon Terhadap Energi <i>Band Gap</i> dan Konduktivitas Listrik pada Senyawa Na ₂ FeSiO ₄	37
V.	KESIMPULAN DAN SARAN.....	44
5.1	Kesimpulan.....	44
5.2	Saran	45
	DAFTAR PUSTAKA.....	46
	LAMPIRAN.....	54

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Difraksi radiasi sinar-X dalam struktur kristal.....	15
3.1. Diagram alir ekstraksi silika dari sekam padi.	24
3.2. Diagram Alir Sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$	25
3.3. Diagram alir sintesis dan karakterisasi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$	26
4.1. Hasil spektrum FTIR senyawa komposit $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$	27
4.2. Difraktogram XRD senyawa komposit $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$	33
4.3. Hasil refinement data XRD sampel senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$	33
4.4. Grafik persen berat fasa senyawa komposit $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$	34
4.5. Grafik hasil perhitungan volume unit sel dari senyawa Komposit	36
4.6. Plot Tauc analisis energi <i>band gap</i> (a) $\text{NFS}/\text{C}325$, (b) $\text{NFS}/\text{C} 350$, (c) $\text{NFS}/\text{C}375$, dan (d) $\text{NFS}/\text{C}400$	37
4.7. Grafik energi <i>band gap</i> suhu $325\text{ }^\circ\text{C}$ - $400\text{ }^\circ\text{C}$	39
4.8. Hasil pengukuran konduktivitas listrik Frekuensi 1-100.000 Hz.....	40
4.9. Hasil pengukuran konduktivitas listrik Frekuensi 50-60 Hz.....	42
4.10. Hasil pengukuran konduktivitas listrik frekuensi 52 Hz.....	43

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
3.1. Bahan-bahan penelitian.....	18
3.2. Alat uji karakterisasi penelitian.....	19
3.3. Alat-alat penelitian	19
4.1. Hasil identifikasi gugus fungsi sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$	30
4.2. Identifikasi fasa pada senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$	32
4.3. Persentase parameter kesesuaian refinement data XRD $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$	34
4.4. Persentase molar fasa pada sampel	35
4.5. Parameter sel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ pada berbagai suhu sintering.....	35
4.6. Parameter sel FeSiO_3 pada berbagai suhu sintering.....	35
4.7. Parameter sel grafit pada berbagai suhu sintering.....	36
4.8. Volume unit sel pada masing-masing fasa.....	36
4.9. Energi band gap $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ pada berbagai suhu sintering	38
4.10. Nilai konduktivitas listrik pada sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$	41
4.11. Perhitungan Konduktivitas Listrik NFS/C325	68
4.12. Perhitungan Konduktivitas Listrik NFS/C350	69
4.13. Perhitungan Konduktivitas Listrik NFS/C375	72
4.14. Perhitungan Konduktivitas Listrik NFS/C400.....	74

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Energi listrik menjadi salah satu energi yang kebutuhannya semakin meningkat dengan bertambahnya jumlah penduduk dan berkembangnya teknologi (Bachtiar, 2013). Kebutuhan energi listrik yang meningkat dan terbatasnya bahan bakar fosil mendorong pengembangan sumber energi alternatif terbarukan (Larcher dan Tarascon, 2015). Pengembangan sumber energi alternatif terbarukan seperti air laut, angin, panas sinar matahari dan yang lainnya guna menghasilkan energi listrik sampai saat ini masih dilakukan. Tidak hanya dari sumber energi alternatif terbarukan, pengembangan sumber energi listrik juga difokuskan berasal dari bahan-bahan organik yang ramah lingkungan, aman bagi manusia dan mudah didapat serta dapat diperbaharui yang nantinya akan dibuat dan disimpan dalam bentuk baterai (Khairiah dan Destini, 2017).

Baterai dapat menjadi komponen penyimpan dan sumber penghasil energi listrik. Sebagai sumber penghasil energi listrik, baterai menggunakan prinsip elektrokimia yang memanfaatkan proses reduksi-oksidasi yang terjadi pada kedua elektrodanya (anode dan katode). Bagian utama komponen pada baterai yaitu elektrode negatif (anode), elektrode positif (katode), elektrolit dan separator

(Perdana, 2021). Dari keempat komponen tersebut, katode menjadi komponen terpenting karena performa pada baterai ditentukan oleh komponen tersebut. Oleh karena itu, penelitian mengenai material katode paling mendapat perhatian dalam pengembangan baterai.

Saat ini, bahan katode $AxMYO_4$ ($A = \text{Ag, Li, Na}$; $M = \text{Co, Fe, Mn}$; $X = 1, 2$; $Y = \text{Ge, F, P, Si}$) menjadi tipe polianion yang banyak dikembangkan sebagai bahan material katode. Pengembangan material polianion ini karena memiliki konduktivitas ionik yang tinggi (Yang *et al.*, 2014). Natrium besi silikat ($\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$) adalah salah satu jenis bahan polianion yang dapat dikembangkan sebagai bahan pengganti litium karena jumlah natrium sangat melimpah (Eftekhari dan Kim, 2018, Liang *et al.*, 2018, Palomares *et al.*, 2012) dan sifat kimia seperti radius ionik dan potensial redoks yang serupa dengan litium (Palomares *et al.*, 2012). Bahan berbasis sodium polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memungkinkan terjadinya pertukaran dua elektron tiap satuan formula (Bianchini *et al.*, 2017) dan secara teori dapat menghasilkan kapasitas sebesar 278 mAhg^{-1} (Guo *et al.*, 2017)

Prekursor yang digunakan untuk sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ umumnya berasal dari bahan-bahan sintesis seperti CH_3COONa (Guan *et al.*, 2017), FeC_2O_4 (Kaliyappan and Chen, 2018), tetraetil ortosilikat (TEOS) (Guan *et al.*, 2017; Kee *et al.*, 2016), dan silika sintesis (Kaliyappan dan Chen, 2018) yang mahal harganya. Hal ini dapat disiasati dengan penggunaan prekursor-prekursor organik, salah satunya adalah silika organik. Silika organik terdapat dalam limbah-limbah hasil pertanian seperti sekam padi (Dahlia *et al.*, 2013; Todkar *et al.*, 2016; Permatasari *et al.*, 2016).

Selain memiliki ketersediaan melimpah, sekam padi mampu menghasilkan silika dengan kemurnian hingga 99% (Bakar *et al.*, 2009). Ekstraksi silika dari sekam padi mudah dilakukan dengan biaya relatif murah dan lebih ramah lingkungan. Selain itu, silika dari sekam padi memiliki struktur amorf sehingga bersifat sangat reaktif (Rivas *et al.*, 2018) dan dapat digunakan sebagai prekursor berbagai macam bahan seperti keramik borosilikat (Riyanto *et al.*, 2009), keramik *cordierite* (Sembiring *et al.*, 2009), $\text{Li}_2\text{COSiO}_4$ (Riyanto *et al.*, 2019), dan $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$ (Kamonin *et al.*, 2018). Oleh karena beberapa keunggulan tersebut, silika dari sekam padi sangat potensial digunakan sebagai prekursor dalam sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$.

Amalia (2019) telah berhasil memanfaatkan silika sekam padi sebagai bahan baku pembuatan material $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Sampel disintesis menggunakan metode sol gel dari prekursor NaOH, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan silika yang berasal dari sekam padi, dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan mol 2:1:1:1. Menurut hasil penelitian tersebut, fasa kristalin $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ mulai terbentuk pada suhu 500 °C dan meningkat komposisinya pada suhu tinggi. Peningkatan komposisi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ di dalam sampel itu, diikuti dengan peningkatan nilai *band gap* nya dan berbanding terbalik dengan dengan nilai konduktivitasnya. Suhesti (2021) melakukan sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan suhu rendah yaitu 350 °C, 375 °C dan 400 °C mendapatkan hasil nilai energi *band gap* mengalami penurunan dengan rentang nilai cukup rendah yaitu 2,00 eV – 1,98 eV dan nilai konduktivitas listrik dari masing-masing sampel mengalami peningkatan disekitar orde 10^{-5} S/m, material ini dikategorikan sebagai material semikonduktor. Sari (2021) melakukan sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan suhu rendah yaitu 425 °C, 450 °C dan 475 °C Hasil karakterisasi FTIR

menunjukkan adanya puncak serapan yang berasal dari ikatan Si-O, Fe-O, dan Na-O. Selanjutnya, hasil pengujian XRD mengindikasikan kehadiran fasa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, FeSiO_3 , dan SiO_2 . Peningkatan suhu sintering menyebabkan perubahan yang tidak signifikan pada komposisi dan volume unit sel fasa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Perubahan ukuran parameter sel ini berdampak pada besarnya energi *band gap*. Selain itu, energi *band gap* dari setiap sampel memiliki nilai yang tidak linier secara berturut yaitu 1,92 eV, 1,98 eV dan 1,95 eV. Hal ini selaras dengan nilai konduktivitas listrik juga yang tidak linier seiring dengan meningkatnya suhu sintering. Nilai konduktivitas listrik bahan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ berada pada orde 10^{-5} S/m, dengan demikian $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ pada penelitian ini dikategorikan dalam material semikonduktor.

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Amalia (2019), Suhesti (2021), dan Sari (2021) mendapatkan hasil yang cukup bagus dari sisi *band gap* dan konduktivitas listriknya. Konduktivitas listrik memainkan peran penting dalam menentukan sifat-sifat sel baterai, termasuk kapasitas dan siklus hidupnya. Bahan katode yang baik yaitu dengan nilai konduktivitas listrik sekitar 10^{-7} – 10^{-2} S/m (Riyanto *et al.*, 2022). Untuk meningkatkan hasil energi *band gap* dan konduktivitas listrik, maka akan dilaksanakan pengembangan katode baterai dengan cara menambahkan karbon pada bahan polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Guan *et al.*, (2017) melakukan pembuatan katode dari senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$. Senyawa tersebut dicampurkan dengan material aktif, super-P, dan karboksilmetil Selulosa (CMC) dengan perbandingan rasio berat 70:20:10 dengan yang sesuai jumlah *N-methyl-2-pyrrolidone* (NMP) sebagai pelarut. Hasilnya yaitu terdapat katode dengan fase murni $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ dengan kapasitas reversibel tinggi dan mempunyai stabilitas

yang baik. Senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ yang kaya akan Na memberikan kapasitas pelepasan reversibel tinggi yaitu $181,0 \text{ mAhg}^{-1}$ pada kerapatan arus 27 mA/g dan kapasitas penyimpanan 88% Setelah 100 siklus. Namun dalam penelitian ini belum dilakukannya pengujian tentang energi *band gap* dan nilai konduktivitasnya.

Berdasarkan dari penelitian yang telah dilakukan dan potensi karbon sebagai material aditif maka dilakukan penelitian selanjutnya dengan pembuatan katode dari senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ berbasis silika dari sekam padi. dengan variasi suhu *sintering* 325°C , 350°C , 375°C , dan 400°C yang akan diikat oleh polimer berupa *carboxyl metil cellulose* (CMC), karbon sebagai peningkat konduktivitas dan pelarut organik berupa *N-methyl Pyrolidine* (NMP). Tujuannya agar dapat memperoleh nilai konduktivitas listrik polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ yang lebih tinggi.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Bagaimana pengaruh variasi suhu terhadap gugus fungsi, struktur fasa, dan konduktivitas listrik senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan penambahan karbon?
- b. Bagaimana keterkaitan antara hubungan gugus fungsi dengan struktur fasa, pada senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Menganalisis pengaruh variasi suhu terhadap gugus fungsi, struktur fasa, dan konduktivitas listrik senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan penambahan karbon; dan
- b. Menganalisis keterkaitan antara hubungan gugus fungsi dengan struktur fasa senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$.

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Bahan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ menggunakan variasi suhu *sintering* yang dilakukan yaitu 325 °C, 350 °C, 375 °C, dan 400 °C dengan kenaikan suhu 3 °C tiap menit dan waktu tahan 10 jam;
- b. Penambahan karbon pada senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$;
- c. Silika yang digunakan adalah silika dari sekam padi yang diekstraksi dengan metode sol gel;
- d. Pelarut yang digunakan adalah NaOH, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dan HNO_3 ; dan
- e. Karakterisasi sampel menggunakan FTIR, XRD, UV-Vis DRS dan LCR.

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat yang akan diperoleh dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penambahan karbon pada senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ berbasis silika sekam terhadap gugus fungsi, struktur fasa dan sifat listrik, sehingga dapat digunakan sebagai dasar pengembangan prototipe baterai $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Silika Sekam Padi

Sekam padi menjadi limbah pertanian yang jumlahnya melimpah di berbagai daerah di Indonesia. Proses penggilingan padi menghasilkan limbah sekam padi yang biasanya digunakan sebagai bahan bakar alternatif pembakaran batu bata atau dibakar begitu saja, di samping itu sekam padi berpotensi sebagai bahan baku produk berbasis silika (Soeswanto dan Lintang, 2011; Simanjuntak *et al.*, 2016). Potensi sekam padi tersebut karena kemurnian silikanya (SiO_2) cukup tinggi yaitu 90% hingga 99% setelah dilakukan pembakaran sempurna (Sembiring dan Karo Karo, 2007; Agung *et al.*, 2013; Bakar *et al.*, 2016). Silika yang diperoleh pada kemurnian tinggi ini memiliki luas permukaan yang besar, hal ini sangat berguna sebagai penyerap atau katalis dalam sintesis kimia (Bakar *et al.*, 2016).

Silika yang diperoleh dari sekam padi memiliki struktur amorf (Suka *et al.*, 2008; Bakar *et al.*, 2016) dan dapat bertransformasi menjadi fasa kristal kristobalit dan tridimit pada suhu 1050 °C (Sembiring dan Karo Karo, 2007). Selain itu, silika dari sekam padi memiliki kestabilan termal yang baik dengan karakteristik yang dapat dimodifikasi melalui perlakuan termal. Berdasarkan penelitian, kemurnian silika dari sekam padi mampu mencapai 95-100% (Suka *et al.*, 2008; Saceda *et*

al., 2011; Bakar *et al.*, 2016) dan dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan baterai (Shen, 2017), aluminosilikat (Riyanto *et al.*, 2017), forsterit (Sembiring, *et al.*, 2017), keramik *cordierite* (Sembiring, *et al.*, 2018), maupun berbagai aplikasi biomedis (Athinarayanan, *et al.*, 2015; Fadhlulloh *et al.*, 2014).

Silika yang dihasilkan dari sekam padi memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan silika mineral, yaitu butiran halus, lebih reaktif (Agung *et al.*, 2013) dapat diperoleh dengan mudah dan biaya yang rendah (Kalapathy *et al.*, 2000 Sembiring *et al.*, 2009). Selain itu, silika dari sekam padi memiliki kestabilan termal yang baik dan karakteristik yang dapat dimodifikasi melalui perlakuan termal. Pengembangan silika sekam padi juga didasarkan pada pemanfaatannya secara luas dengan material berbasis silika untuk pembuatan keramik, zeolit sintesis (Rawtani and Rao, 1989) bahan pengisi (*filler*) polimer dan sebagai adsorben (Kamath and Proctor, 1998; Sun *et al.*, 2001; Kim *et al.*, 2004), dan sebagai bahan baku pembuatan baterai (Shen, 2017; Rybarczyk *et al.*, 2019).

Silika dari sekam padi dapat diekstraksi dengan metode sederhana yaitu metode alkalis (Daifullah and Awwad, 2004; Suka *et al.*, 2008; Riyanto *et al.*, 2009). Metode ekstraksi ini didasarkan pada sifat kelarutan silika dalam larutan alkalis seperti KOH, Na₂CO₃, atau NaOH, untuk mendapatkan pengendapan silika setelah proses ekstraksi maka dilanjutkan dengan proses pengendapan pada pH rendah (Kalapathy *et al.*, 2000; Mujiyanti *et al.*, 2010) dengan pelarut asam, seperti asam klorida (Chandrasekhar and Pramada, 2006), H₂SO₄, HCl, atau HNO₃ (Chakraverty *et al.*, 1988), dan asam oksalat (Suka *et al.*, 2008; Sembiring and Simanjuntak, 2015). Kalaphaty *et al.* (2000) menjelaskan bahwa kelarutan

silika dari abu sekam padi sangat rendah pada $\text{pH} < 10$, dan meningkat tajam pada $\text{pH} > 10$.

Berdasarkan penelitian Simanjuntak *et al.* (2016), sintesis silika gel melalui proses sol gel dengan larutan NaOH akan menjadi natrium silikat dan menggunakan HNO_3 10% untuk mengendapkan sol silika, sol silika tersebut dalam kondisi netral dan menjadi silika gel. Silika gel didiamkan selama semalam, kemudian dibilas dengan air suling dan dipanaskan menggunakan oven pada suhu 110°C selama 8 jam, silika padat digerus menjadi bubuk diayak dengan 200 mesh saringan. Proses ekstraksi silika dari sekam padi bertujuan untuk memperoleh serbuk silika yang digunakan sebagai salah satu bahan sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$.

2.2. Senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$

Polianion merupakan senyawa yang dapat menghasilkan lebih dari satu ion bermuatan negatif. Beberapa dekade terakhir, bahan berbasis polianion banyak sebagai elektrode positif (katode) pada baterai. Hal ini dikarenakan polianion mampu mempercepat konduksi ionik logam-logam alkali dan menstabilkan potensial redoks logam-logam transisi sehingga mampu menghasilkan rapat energi (kapasitas) yang tinggi (Ni *et al.*, 2017). Polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ termasuk *orthosilicates* Na_2MSiO_4 (M = logam transisi) yaitu memiliki dua elektron dalam reaksi elektrokimia yang berpotensi tinggi sebagai polianion katode (Guan *et al.*, 2017). Beberapa hasil komputasi menunjukkan bahwa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki bentuk struktur kristal polimorfik (Wu *et al.*, 2016; Zhao *et al.*, 2015) seperti monoklinik, ortorombik (Guo *et al.*, 2017), dan kubus (Guan *et al.*, 2017; Li *et al.*,

2016) serta dianggap isostruktur dengan polianion serupa seperti $\text{Na}_2\text{MnSiO}_4$, $\text{Na}_2\text{CaSiO}_4$, dan $\text{Na}_2\text{ZnSiO}_4$ (Kee *et al.*, 2016).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Yu *et al* (2018), 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 tetrahedronnya ditempati oleh Na, Fe, dan Si. 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. mendiskripsikan bahwa polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki 6 *polymorf* ini memiliki grup ruang Pn (2 *f.u*), Pn (4 *f.u*), $Pbn21$, $Pna21$, $P21/c$, dan $C2221$ dengan Pn (2 *f.u*) $Pna2_1$, $P2_{1/c}$ dan $C222_1$. Perbedaan *space group* ini selanjutnya mempengaruhi sifat fisis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$.

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. Ketersedian 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 *et al.*, 2017). Pengembangan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ sebagai katode juga didasarkan pada berbagai keunggulan yang dimiliki material tersebut. Keunggulan material ini secara teoritis memiliki daya simpan energi listrik dengan kerapatan yang tinggi yaitu mencapai 276 mAhg^{-1} (Ye *et al.*, 2016). $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ juga memiliki stabilitas kimiawi dan struktur yang sangat baik (Bianchini *et al.*, 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 *et al.*, 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 sintetis 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 diprerpasasi 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 *et al.*, (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. Sementara itu, hasil riset yang dilakukan oleh Kee *et al.*, (2016) melaporkan bahwa sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang diproduksi dari senyawa CH_3COONa , $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4$, dan $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 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 *et al.*, (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 kristalinitas yang tinggi. Hasil riset lain juga menginformasikan bahwa sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ yang dihasilkan dari

metode sol gel juga memiliki kiralinitas dan kemurnian yang tinggi (Li *et al.*, 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 *et al.*, 2017).

2.3. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

FTIR menjadi salah satu teknik analisis spektroskopi dengan menggunakan sinar inframerah dari spektrum elektromagnetik, sehingga akan menghasilkan spektrum yang akan mewakili senyawanya. Seberapa besar material akan diukur spektrum penyerapan serta emisi yang dipancarkan oleh sinar inframerah dari spektrum elektromagnetiknya. Pada analisis kualitatif dan kuantitatif, teknik FTIR ini dapat menunjukkan semua karakteristik penyerapan atau emisi pada wilayah spektra inframerah (Baksik *et al.*, 2007). Metode analisis ini digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹. Penyerapan radiasi oleh sampel dapat terjadi apabila frekuensi radiasi inframerah sesuai dengan frekuensi vibrasi alami dari molekul didalam sampel. Penyerapan ini akan menimbulkan pergerakan vibrasi akibat perubahan kuantum energi (Duygu *et al.*, 2009). Besarnya energi vibrasi yang dihasilkan akan dipengaruhi oleh kuat ikatan antara atomnya. Besarnya nilainya energi yang dibutuhkan untuk bervibrasi berbanding terbalik dengan ikatan antaratom. Besarnya energi vibrasi secara sistematis Persamaan 2.1.

$$E = hv, \quad (2.1)$$

dengan energi (J), h adalah konstanta Planck ($6,62 \times 10^{-34} \text{ Js}^{-1}$), dan ν adalah frekuensi vibrasi (Hz). 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.

$$\nu = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k(m_1+m_2)}{m_1 m_2}}. \quad (2.2)$$

dengan ν adalah frekuensi vibrasi (cm^{-1}), c adalah kecepatan cahaya ($3 \times 10^{10} \text{ cm/s}$), m_1 adalah massa atom 1 (g), m_2 adalah masa atom 2 (g), dan k adalah gaya konstanta gaya ikat antara atom (g/s^2).

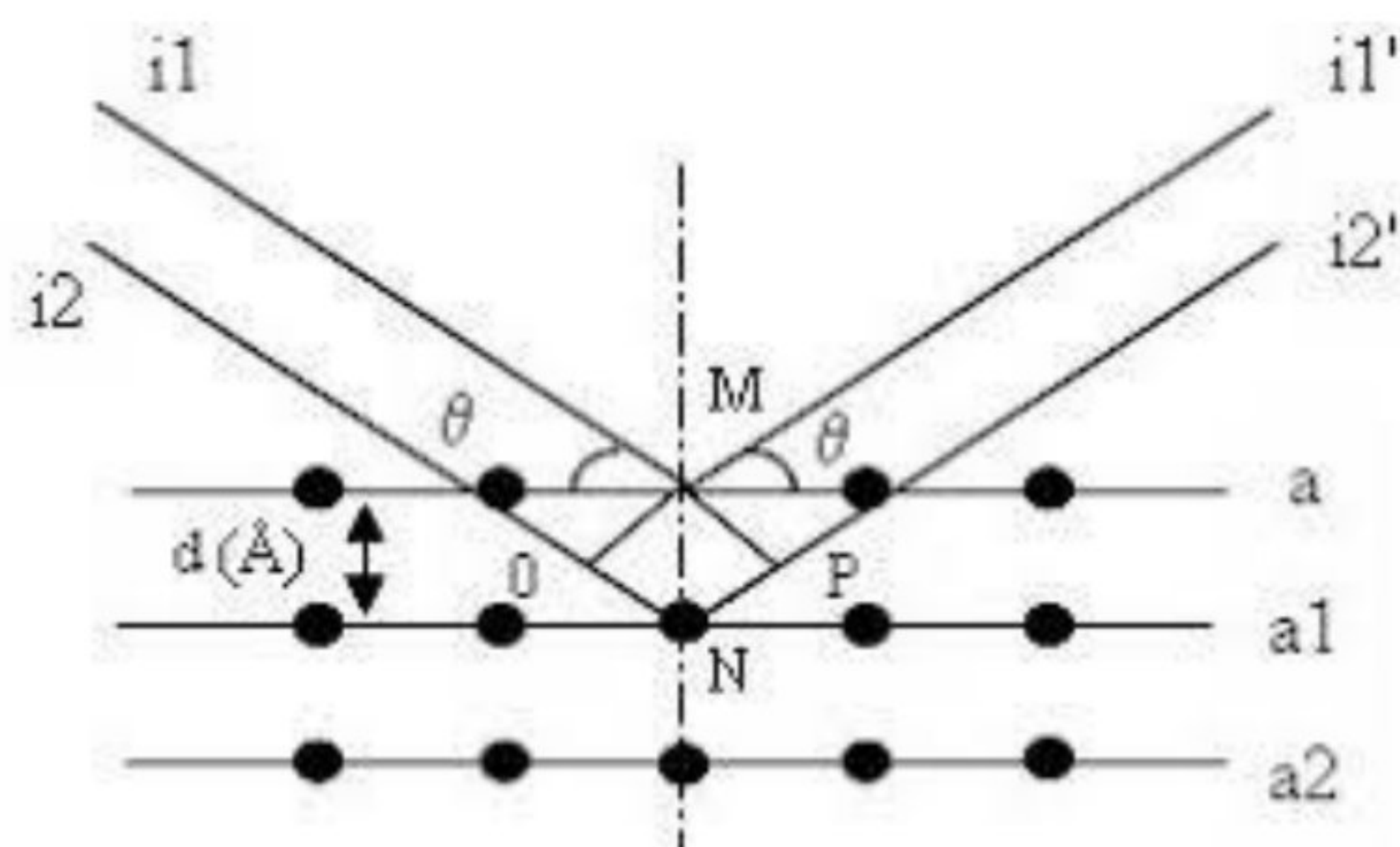
Secara umum, vibrasi molekular terbagi dalam dua jenis yaitu vibrasi ulur dan vibrasi tekuk. Vibrasi ulur merupakan jenis vibrasi yang dicirikan dengan perubahan panjang ikatan antaratom sedangkan perubahan pada vibrasi tekuk terletak pada sudut ikatan antaratomnya (Berthomieu and Hienerwadel, 2009). Vibrasi ulur biasanya memiliki puncak serapan lebih tinggi pada spektrum inframerah dibandingkan dengan vibrasi tekuk. Jenis-jenis vibrasi ini dapat dikaitkan dengan frekuensi vibrasi karena setiap gugus fungsi memiliki karakteristik frekuensi vibrasi yang berbeda (Ojeda and Dittrich, 2012). FTIR telah diterapkan untuk analisis gugus fungsi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ oleh Ali *et al.* (2018) terdapat serapan cukup besar pada bilangan gelombang 910 cm^{-1} akibat vibrasi ulur gugus polianion $(\text{SiO}_4)_4$ dan serapan rendah pada bilangan gelombang 950 cm^{-1} akibat vibrasi tekuk gugus Si-O. Gugus polianion juga teridentifikasi akibat vibrasi tekuk pada bilangan gelombang 520 cm^{-1} dan 586 cm^{-1} . Selain itu, terdapat serapan pada bilangan gelombang 445 cm^{-1} akibat vibrasi tekuk gugus O-Na-O.

2.4. Difraksi Sinar-X

Sinar X digunakan untuk salah satu teknik bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi antara 200 eV-1 MeV atau dengan panjang gelombang antara 0,5-2,5 Å (Suryanarayana dan Norton, 1998). Sinar-X dihasilkan oleh tumbukan antara elektron kecepatan tinggi dengan logam target. Secara umum komponen utama pembangkit sinar-X terdiri dari sumber elektron (katode), tegangan tinggi untuk mempercepat elektron dan logam berat (anode).

Difraksi sinar-X menjadi salah satu karakterisasi yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya fasa kristalin di dalam material-material benda dan serbuk, dan untuk menganalisis sifat-sifat struktur (seperti ukuran butir, fasa komposisi orientasi, kristal, dan cacat kristal) dari setiap fasa. Metode ini dapat disebut *powder diffraction* (difraksi menggunakan serbuk atau bubuk) yang dapat mengidentifikasi unsur yang belum diketahui dengan membandingkan data difraksi dan mencocokkannya dengan database yang dibuat oleh *International Center For Diffraction Data*.

Radiasi sinar-X yang telah dihasilkan oleh tabung sinar-X akan berinteraksi dengan struktur kristal material yang diuji. Material yang akan dianalisis struktur kristalnya harus berada dalam posisi padat karena dalam kondisi tersebut kedudukan atom-atomnya berada dalam susunan yang sangat teratur sehingga membentuk bidang-bidang kristal. Ketika suatu berkas sinar-X diarahkan pada bidang-bidang kristal tersebut, maka akan timbul pola-pola difraksi ketika sinar-X melewati celah-celah kecil diantara bidang-bidang kristal tersebut. Difraksi radiasi sinar-X dalam struktur kristal ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Difraksi radiasi sinar-X dalam strukrut kristal (Cullity,1978).

Pada Gambar 2.1 pola-pola tersebut sebenarnya menyerupai pola gelap dan terang. Pola gelap terbentuk ketika terjadi interferensi destruktif, sedangkan pola terang terbentuk ketika terjadi interferensi konstruktif dari pantulan gelombang-gelombang sinar-X yang saling bertemu. Interferensi konstruktif tersebut terjadi sesuai dengan Hukum Bragg berikut ini :

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (2.3)$$

dengan n = orde gelombang, 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.

2.5. Ultraviolet Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)

Spektrofotometri UV-Vis adalah teknik analisis spektroskopik yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190 – 380 nm) dan sinar tampak (380–780 nm) dengan memakai alat spektrofotometer. Spektrofotometri ini melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis sehingga spektrofotometri UV-Vis DRS ini lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan dengan kualitatif (Mulya and Suharman, 1995). Spektra

reflektansi UV-Vis DRS dapat digunakan untuk menghitung energi *band gap*. Energi *band gap* merupakan salah satu karakteristik yang digunakan untuk menentukan apakah suatu material bersifat semikonduktor atau non semikonduktor. Energi *band gap* sendiri pada dasarnya adalah interval energi dengan keadaan elektronik sangat rendah antara pita valensi dan pita konduksi yang masing-masing memiliki kerapatan energi yang tinggi (Borg and Dienes, 1992).

Prinsip analisis menggunakan UV-Vis yaitu jika suatu material disinari dengan gelombang elektromagnetik maka foton akan diserap oleh elektron dalam material tersebut. Setelah menyerap foton, elektron tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Jika energi foton yang diberikan kurang dari lebar celah pita energi maka elektron tidak akan tereksitasi ke pita valensi. Elektron tetap berada pada pita konduksi dan tidak menyerap foton. Elektron yang tereksitasi ke pita konduksi akan menyerap foton apabila energi foton lebih besar dibandingkan lebar celah pita energi. Hal tersebut menyebabkan terjadinya absorpsi gelombang oleh material. Lebar celah pita energi semikonduktor biasanya lebih dari 1 eV. Untuk memperoleh besarnya nilai energi *band gap*, data reflektansi diolah menggunakan teorema Kubelka-Munk pada Persamaan (2.4) dan Tauc pada Persamaan (2.5)

$$F(R_{\infty}) = \frac{K}{S} = \frac{(1-R_{\infty})^2}{2R_{\infty}}, \quad (2.4)$$

$$[F(R_{\infty})h\nu]^2 = A(h\nu - E_g) \quad . \quad (2.5)$$

dengan $F(R_{\infty})$ adalah fungsi Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorpsi (m^2/kg), S adalah koefisien hamburan (m^2/kg), R_{∞} adalah pemantulan difus, h adalah

konstanta Planck $6,62 \times 10^{-34} \text{ m}^2 \text{ kg/s}$, A adalah konstanta proporsionalitas (J), ν adalah frekuensi (Hz), dan E_g adalah energi band gap (eV).

2.6. Konduktivitas Listrik

Konduktivitas listrik dapat dilakukan untuk mengukur kemampuan suatu bahan dalam menghantarkan arus listrik. Nilai konduktivitas bahan digolongkan menjadi isolator dengan nilai konduktivitas di bawah 10^{-5} S/m , semikonduktor dengan nilai konduktivitas 10^{-5} S/m hingga 10^2 S/cm , dan konduktor dengan nilai konduktivitas lebih dari 10^2 S/cm (Bloor,1989). Nilai konduktivitas listrik dapat diukur dengan menggunakan LCR meter. LCR meter adalah sebuah perangkat elektronika yang digunakan untuk mengukur induktansi (L), kapasitansi (C), dan resistansi (R) dari suatu komponen. Nilai konduktivitas dapat diturunkan dari nilai konduktansi hasil pengukuran menggunakan LCR meter dan dapat dihitung menggunakan Persamaan (2.6).

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

dengan σ adalah konduktivitas listrik (S/m), L adalah ketebalan sampel (m), G adalah konduktansi (Siemens), dan A adalah *cross section* permukaan sampel (m^2). 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.

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Lampung. *Sintering* di Laboratorium Fisika Dasar FMIPA Universitas Lampung, XRD di Greenlabs (Glabs) Indonesia, FTIR di Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA UGM, UV-Vis DRS di Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang, dan LCR Meter di BATAN Serpong.

3.2. Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan pada penelitian ini terdapat pada tabel sebagai berikut :

Tabel 3.1. Bahan-bahan penelitian.

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

Tabel 3.2. Alat uji karakterisasi penelitian.

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

Tabel 3.3. Alat-alat penelitian.

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

3.3. Prosedur Penelitian

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

3.3.1. Preparasi Sekam Padi

Preparasi sekam padi dilakukan dengan membersihkan sekam padi dari kotoran yang dicuci menggunakan air bersih. Kemudian, sekam padi 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.

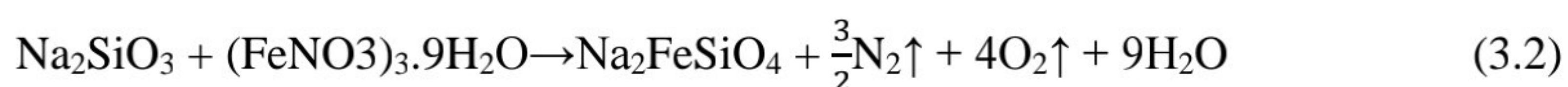
3.3.2. Ekstraksi Silika dari Sekam Padi

Serbuk silika diperoleh dari sekam padi menggunakan metode alkalis mengacu pada metode yang telah dilakukan oleh Sembiring dan Karo Karo (2007) dan Suka dkk (2008). 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 HNO_3 10% diteteskan secara perlahan-lahan ke dalam sol silika hingga pH larutan bernilai 7 dan terbentuk gel silika. Gel silika kemudian didiamkan selama 24 jam, tujuannya agar larutan HNO_3 10% dapat tercampur secara homogen. 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 Senyawa Na₂FeSiO₄

Sintesis senyawa 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.



Pertama-tama, 1,6 g NaOH; 8,08 g (FeNO₃)₃·9H₂O; dan 2 g C₆H₈O₇·H₂O masing-masing dilarutkan dalam 10 ml, 25 ml, dan 20 ml akuades. Sebanyak 1,2 g SiO₂ kemudian ditambahkan ke dalam larutan NaOH dan diaduk sambil dipanaskan pada suhu 60 °C selama 30 menit hingga SiO₂ larut. Larutan Fe(NO₃)₃·9H₂O kemudian ditambahkan ke dalam larutan tersebut secara perlahan. Setelah itu, ditambahkan larutan C₆H₈O₇·H₂O hingga pH larutan bernilai 7. Campuran larutan kemudian dimasukkan dalam sistem *refluks* pada suhu 80 °C selama 5 jam dengan terus diaduk menggunakan *hotplate magnetic stirrer* sambil dipanaskan hingga terbentuk larutan berwarna kekuning-kuningan. Larutan tersebut kemudian dikeluarkan dari sistem refluks dan dipindahkan ke gelas beker untuk terus diaduk sambil dipanaskan dengan *hotplate magnetic stirrer* pada suhu 75 °C agar seluruh pelarut menguap sehingga membentuk gel. Gel ini kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu 110 °C hingga kering. Selanjutnya, gel yang sudah kering digerus menggunakan mortar dan alu hingga berbentuk serbuk untuk kemudian *disinter*.

3.3.4. *Sintering*

Senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dilakukan *sintering* dengan variasi suhu 325 °C, 350 °C, 375 °C, dan 400 °C dengan kenaikan 3 °C tiap menit dan waktu tahan selama 10 jam. Sampel yang telah disinter selanjutnya digerus menggunakan mortar dan alu. Kemudian, sampel diayak dengan ayakan 200 mesh.

3.3.5. Pembuatan Bahan Katode dan Peletisasi

Elektrode koin di preparasi menggunakan bahan material aktif, karbon, dan *carboxyl metil celullose* (CMC) perbandingan (70:20:10) dengan variasi suhu 325 °C, 350 °C, 375 °C, dan 400 °C. 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 *pellet*.

3.4. Karakterisasi

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

3.4.1. Analisis Gugus Fungsi

Analisis gugus fungsi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ menggunakan iS10 FT-IR *spectrometer* dengan rentang panjang gelombang 4000-400 cm^{-1} . Preparasi sampel ini yaitu dengan menggerus serbuk sampel dengan kalium bromida (KBr) kemudian dicetak hingga berbentuk pelet. Hasil analisis dengan membandingkan hasil terhadap tabel bilangan gelombang dan gugus fungsi FT-IR serta hasil penelitian terdahulu.

3.4.2. Analisis Struktur Kristal

Struktur kristal $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dikarakterisasi menggunakan *X'Pert Powder PW 30/40* dengan radiasi $\text{Cu-K}\alpha$ yang dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA. *Step size* yang digunakan adalah 0,02 °C tiap menit pada rentang 2θ mulai dari 10 °C hingga 100 °C Analisis data secara kualitatif dilakukan pada perangkat lunak *QualX versi 2.24* dan analisis kuantitatif dilakukan pada perangkat lunak *rietica*. Sampel yang dikarakterisasi berbentuk serbuk.

3.4.3. Analisis Energi Band Gap

Reflektansi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis 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 (2.4) dan Persamaan Tauc pada Persamaan (2.5).

3.4.4. Analisis Konduktivitas Listrik

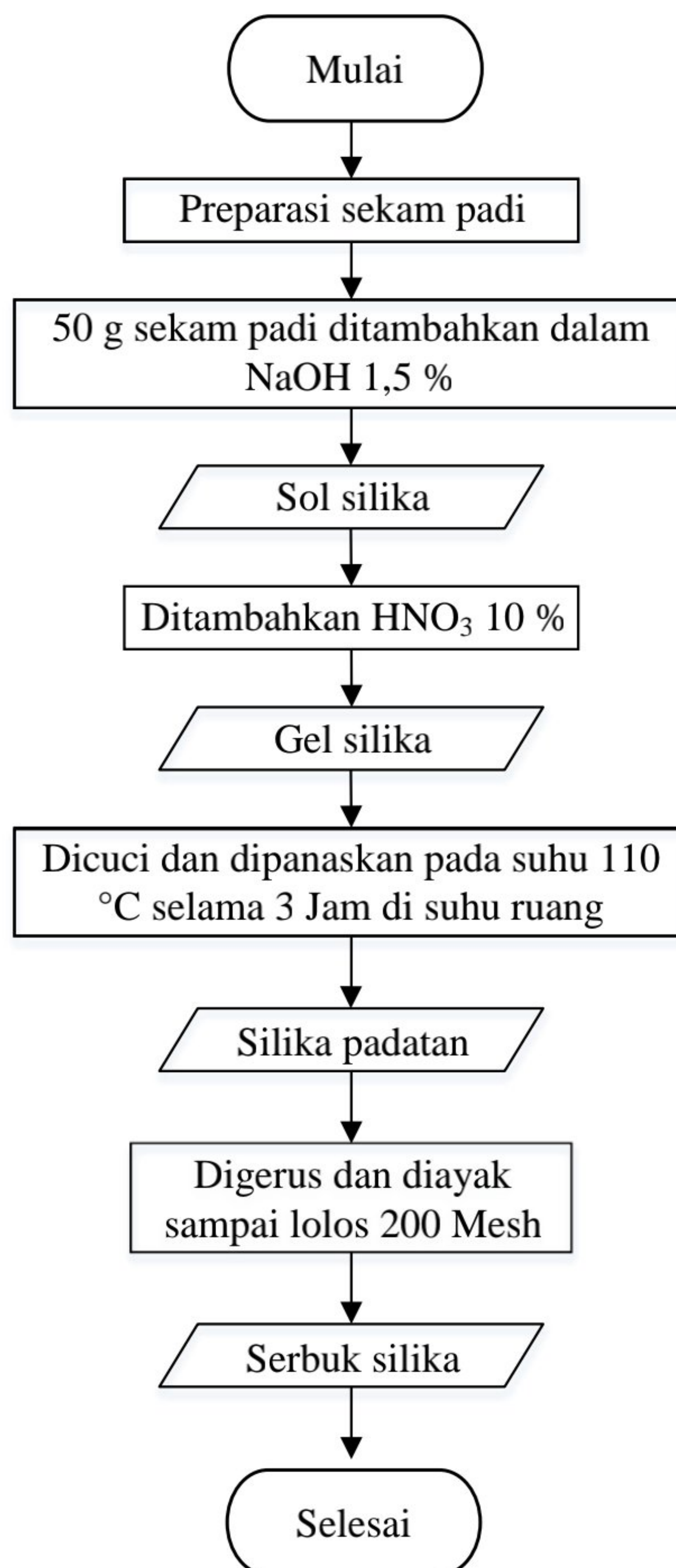
Konduktivitas listrik $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ diukur menggunakan LCR *meter HIOKI 3520-52* pada rentang frekuensi 0,1 Hz hingga 100 kHz dengan arus AC dan dapat dihitung dengan persamaan (2.6).

3.4.5. Diagram Alir

Diagram alir penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.1, Gambar 3.2, dan Gambar 3.3.

3.4.5.1. Diagram Alir Ekstraksi Silika Sekam Padi

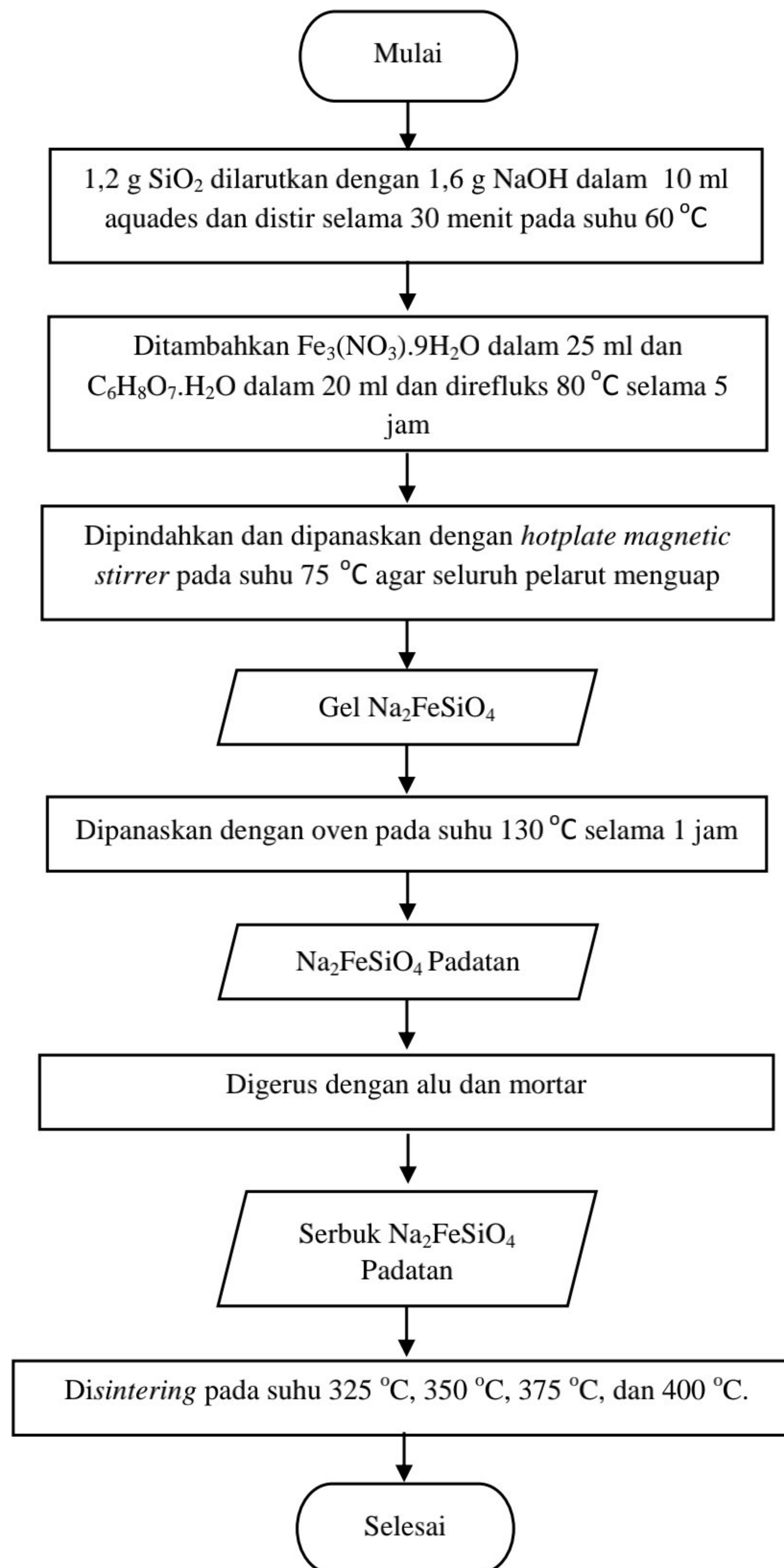
Proses ekstraksi silika sekam padi dapat dilihat pada diagram alir Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir ekstraksi silika dari sekam padi.

3.4.5.2. Diagram Alir Sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$

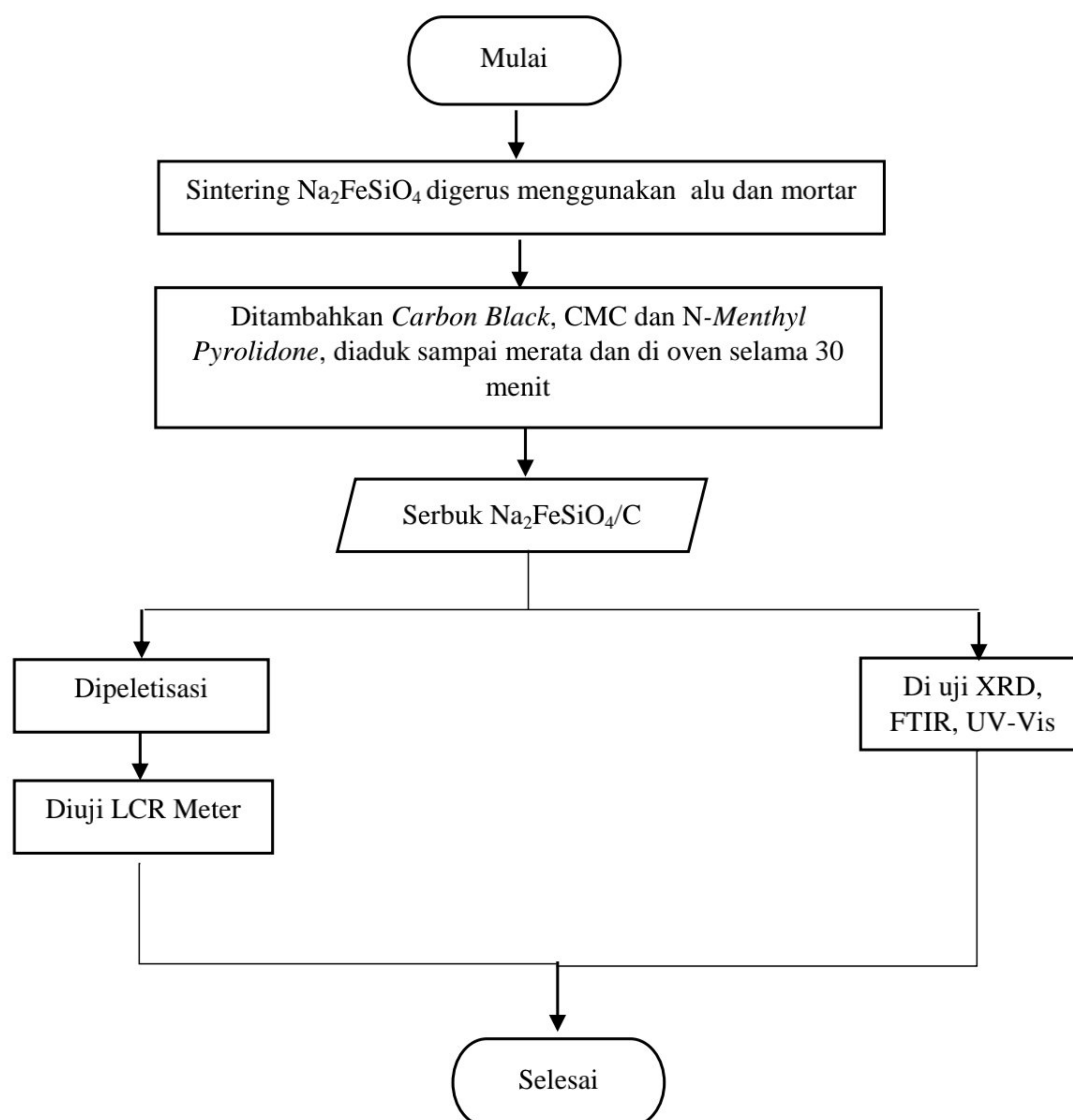
Untuk proses sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dapat dilihat dari diagram alir Gambar 3.2.



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

3.4.5.3. Diagram Alir Sintesis dan Karakterisasi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$

Proses sintesis dan karakterisasi untuk senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ dapat dilihat dari diagram alir Gambar 3.3.



Gambar 3.3. Diagram alir sintesis dan karakterisasi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Identifikasi penelitian sampel senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dengan penambahan karbon menunjukkan hasil karakterisasi bahwa pengaruh penambahan karbon yang disesuaikan dengan perlakuan suhu *sintering* pada suhu $325\text{ }^\circ\text{C} - 400\text{ }^\circ\text{C}$ mempengaruhi struktur kristal, sifat listrik, dan kemurnian fasa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$. Dari hasil spektrum FTIR yang mengindikasikan terdapat gugus fungsi Na-O, Fe-O, dan Si-O yang berasosiasi dengan struktur tetrahedral NaO_4 , FeO_4 , dan SiO_4 . Kemudian, analisis fasa menunjukkan bahwa sampel didominasi oleh $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan diikuti oleh FeSiO_3 , dan grafit. 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. Nilai energi *band gap* yang diperoleh pada penelitian ini kurang dari 1,80 eV. Rendahnya nilai energi *band gap* memperoleh nilai konduktivitas listrik yang cukup tinggi. Hasil penelitian yang dilakukan dengan penambahan karbon berhasil menaikkan volume unit sel fasa dan meningkatkan nilai konduktivitas listrik dengan nilai orde sebesar $10^{-2}\text{ S/m} - 10^{-1}\text{ S/m}$.

5.2. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengembangkan katode baterai Na-ion dengan variasi suhu yang lebih tinggi dan pengujian elektrokimia. Pengujian untuk melihat sifat elektrokimia katode dari bahan senyawa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ yaitu *Cyclic Voltametry* (CV), dan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS).

DAFTAR PUSTAKA

- Abadi, M. H. S., Delbari, A., Fakoor, Z., dan Baedi, J. 2015. Effects of Annealing Temperature on Infrared Spectra of SiO₂ Extracted Rice Husk. *Journal of Ceramics Science and Technology*. 1-7.
- Abdullah, M., dan Khairurrijal. 2009. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains and Nanoteknologi*. 2(1): 1-9.
- Abdullahi, S. S., Güner, S., Koseoglu, Y., Musa, I. M., Adamu, B. I., dan 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: 241-246.
- Agung M, G. F., Hanafie Sy, M. R., & Mardina, P. (2013). Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi Dengan Pelarut Koh. *Konversi*, 2(1), 28. <https://doi.org/10.20527/k.v2i1.125>.
- Altomare, A., Cuocci, C., Giacobazzo, C., Moliterni, A., dan Rizzi, R. 2008. QUALX: a computer program for qualitative analysis using powder diffraction data. *Journal of Applied Crystallography*. 41: 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 Applied Crystallography*. 48: 1-6.
- Amalia, A. R. 2019. *Pengaruh perlakuan termal terhadap struktur kristal dan karakteristik sifat listrik pada bahan polianion Na₂FeSiO₄ berbasis Silika Sekam Padi*. (Skripsi). Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Amaria. 2012. Adsorpsi Ion Sianida dalam Larutan Menggunakan Adsorben Hibrida Aminopropil Silika Gel dari Sekam Padi Terimpregnasi. *Jurnal Manusia dan Lingkungan*. 19(1): 56-65.
- Aminullah, M. W., Setiawan, H., Huda, A., Samaulah, H., Haryati, S., dan Bustan, M.D. 2019. Pengaruh komposisi material semikonduktor dalam menurunkan energi band gap dan terhadap konversi gelombang mikri. *Jurnal EECCIS*. 65-70.
- Anika, F., Djamal, D. dan Ramli. 2015. Pengaruh Variasi Penambahan Serbuk Grafit Dalam Pasir Terhadap Konduktivitas Listrik Beton K-350. *Pillar Of Physics*. (6).

- Astsatryan, H., Abajyan, H., Narsisian, W., Da Costa, G., dan Gurout, T. (2015). Dynamic voltage and frequency scaling for 3D Classical Spin Glass application. *CSIT 2015 - 10th International Conference on Computer Science and Information Technologies*. 121–124, 7358263.
- Bachtiar, M. 2013. Analisis faktor-faktor yang mempengaruhi Permintaan konsum terhadap listrik pada rumah tangga di desa guntarano kecamatan tanantovea kabupaten donggala. *Jurnal Katalogis*. 1-14, 2302-2019.
- Backsik, Z., Mink, J., dan Keresztury, G. 2004. FTIR Spectroscopy of the atmosphere. I. Principles and Methods. *Applied Spectroscopy Reviews*. 39(3): 295-363.
- Bakar, R. A., Yahya, R., dan Gan, S. N. 2016. Production of high purity Amorphous silica from rice husk. *5th International Conference on Recent Advances in Materials, Minerals and Environment (RAMM) and 2nd International Postgraduate Conference on Materials, Mineral and Polymer (MAMIP)*. Malaysia: Elsevier. 19: 189-195.
- Berthomieu, C., dan Hienerwadel, R. 2009. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. *Photosynth Research*. 101: 157-170.
- Bianchini, F., Fjellvag, H., dan Vajeeston, P. 2017. First-principles study of the Structural stability and electrochemical properties of Na_2MSiO_4 (M = Mn, Fe, Co and Ni) polymorphs. *Physical Chemistry Chemical Physics*. 19:1446214470.
- Blythe, T., dan Bloor. D. 2005 , *Electrical Properties of Polymers*. Cambridge: Cambridge University Press. 115-149.
- Borg, R., dan Dienes, G. (1992). *The physical chemistry of solids*. Boston: Academic Press.
- Chakraverty, A., Mishra, P. dan Banerjee, H. D. 1988. Investigation of combustion of raw and acid-leached rice husk for production of pure amorphous white silica. 21-24.
- Chandrasekhar, S., Satyanaryana, K.G., Pramada, P.N., dan Raghavan, P. 2003. Processing, properties and applications of reactive silica from rice husk an overview. *Journal of Materials Science*. 3159–3168.
- Christianto, P., dan Purwaningsih, H. 2013. Analisa rietveld terhadap transformasi fasa ($\alpha \rightarrow \beta$) pada solid solution Ti-3 at.% Al pada proses mechanical alloying dengan variasi milling time. *Jurnal Teknik Pomits*. 2(1):78-83.
- Cullity, B. D. (1978). *Elements of x-ray diffraction*. Reading, MA: Addison-Wesley Publishing Company, Inc.
- Dahlia, D., Sembiring, S., dan Simanjuntak, W. 2013. Pengaruh suhu sintering terhadap karakteristik fisis komposit MgO-SiO_2 berbasis silika sekam padi. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. 1(1): 49-52.

- Daifullah, A. A. M., Awwad, N. S. dan El-Reefy, S.A. 2004. Purification of wet phosphoric acid from ferric ions using modified rice husk. *Chemical Engineering and Processing*. 193-201.
- Della, V.P., Kuhn, I., Hotza, D. 2002. Rice husk ash an alternate source for active silica production. *Journal Materials Letters*. 818-821.
- 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.
- Eftekhari, Ali., dan Kim, D. 2018. Sodium-ion batteries: New opportunities beyond energy storage by lithium. *Journal of Power Sources*. 0378-7753.
- Faniyi, I. O., Fasakin, O., Olofinjana, B., Adekunle, A. S., Oluwasusi, T. V., Eleruja, M. A., dan Ajayi, E. O. B. (2019). The comparative analyses of reduced graphene oxide (RGO) prepared via green, mild and chemical approaches. *SN Applied Sciences*, 1(10): 1–7. <https://doi.org/10.1007/s42452-019-1188-7>.
- Feng, S., dan Li, G. 2011. Hydrothermal and Solvothermal Syntheses. Dalam R. Xu, W. Pang, and Q. Huo, *Modern Inorganic Synthetic Chemistry*. Amsterdam: Elsevier B.V. 63-69.
- Fuente, D., B. Chici., I. Diaz., J.A. Jimenez., dan M. Morcillo. 2016. Characterisation of Rust Surfaces Formed on Mild Steel Exposed Tomarine Atmospheres Using XRD and SEM/Micro-Raman Techniques. *Journal of Corrosion Science*. 30: 1-12.
- Ghaffari, A., dan Behzad, M. 2018. Facile synthesis of layered sodium disilicates as efficient and recoverable nanocatalysts for biodiesel production from rapeseed oil. *Advanced Powder Technology*. Pp. 1–7.
- Guan, W., Pan, B., Zhou, P., Mi, J. X., Zhang, D., Xu, J., and Jiang, Y. 2017. A high capacity, good safety and low cost Na₂FeSiO₄. *ACS Applied Materials and Interfaces*. 9(27): 22369-22377.
- Guo, S. P., Li, J. C., Xu, Q. T., Ma, Z., and Xue, H. G. 2017. Recent achievements on polyanion-type compounds for sodium-ion. *Journal of Power Sources*. 361: 285-299.
- Hunter, B., dan Howard, C. 1997. LHPM Manual, *A Computer Program for Rietveld Analysis of X-ray and Neutron Powder Diffraction Patterns*. Australia: Australian Nuclear Science and Technology Organization.
- Irwan, F., dan Afdal. 2019. Analisis hubungan konduktivitas listrik dengan total dissolved solid (tds) dan temperatur pada beberapa jenis air. *Jurnal Fisika Unand*. 2302-8491.
- Jain, R., Luthra, V., Arora, M., dan Gokhale, S. 2018. Infrared Spectroscopic Study of Magnetic Behavior of Dysprosium Doped Magnetite Nanoparticles. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*. Pp. 9.

- Jiang, X., Li, S., Xiang, G., Li, Q., He, L. dan Gu, K. 2016. Determination of the acid values of edible oils via FTIR spectroscopy based on the OAH stretching band. *Food Chemistry*. Pp. 585–589.
- Jittiarporn, P., Badilescu, S., Al Sawafta, M. N., Sikong, L., dan Truong, V. V. 2017. Electrochromic properties of sol-gel prepared hybrid transition metal oxides a short review. *Journal of Science Advanced Materials and Devices*. 2(3): 286-300.
- Kalapathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J. (2000). A simple method for production of pure silica from rice hull ash. *Fuel and Energy Abstracts*. 42(1): 45. [https://doi.org/10.1016/s0140-6701\(01\)80487-2](https://doi.org/10.1016/s0140-6701(01)80487-2).
- Kaliyappan, K., dan Chen, Z. 2018. Facile solid-state synthesis of eco-friendly sodium iron silicate with exceptional sodium storage behavior. *Electrochimica Acta*. 283: 1384-1389.
- Kamon-in, O., Srilomsak, S., dan Meethong, N. 2018. The utility of rice husk ash from biomass power plant of nakhon ratchasima province for synthesis of nano-silica for using cathode material of lithium ion battery. *Traditional and Advanced Ceramics III*. 766: 51-57.
- Karamipour, S., Sadjadi, M. S. dan Farhadyar, N. 2015. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy Fabrication and spectroscopic studies of folic acid-conjugated Fe₃O₄ for targeted drug delivery application. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 146–155.
- Kee, Y., Dimov, N., Staykov, A., dan Okada, S. 2016. Investigation of metastable Na₂FeSiO₄ as a cathode material for Na-ion. *Materials Chemistry and Physics*. 171: 45-49.
- Khairiah, dan Destini, Rita. 2017. Analisis kelistrikan pasta elektrolit limbah Kulit durian (*durio zibethinus*) sebagai bio baterai. *Prosiding Seminar Nasional Pendidikan FKIP UNTIRTA*. 978-602-19411-2-6.
- Khan, M. S., Sohail, M., Khattak, N. S., Sayyed, M. 2016. Industrial ceramic waste in Pakistan, valuable material for possible applications. *Journal of Cleaner Production*. S0959-6526(16)31295-1.
- Kisi, E. 1994. Rietveld analysis of powder diffraction patterns. *Material Forum*. Pp. 135-153.
- Kumar, S., Kumar, P., Deb, A., Maiti, D., and Jain, S. L. 2016. Graphene oxide grafted with iridium complex as a superior heterogeneous catalyst for chemical fixation of carbon dioxide to dimethylformamide. *Carbon*. 100: 632-640.
- Kusumawati, D. H., dan Nurhuda, M. 2019. Analysis of the Effect of Temperature and Time for Ultrasonication on Graphite Structure. *Advances in Computer Science Research*. 56-58.

- Larcher, D., dan Tarascon, J.M. 2015. Towards greener and more sustainable batteries For electrical energy storage. *Nat Chem.* (1): 19-29. PMID: 25515886.
- Liang, Y., Lai, W. H., Miao, Z., and Chou, S. L. 2018. Nanocomposite materials for the sodium-ion battery: *Advanced Science News.* 14(5): 1-20.
- Li, S., Guo, J., Ye, Z., Zhao, X., Wu, S., Mi, J., Wang, C., Gong, Z., Donald, M. J., Zhu, Z., Ho, K and Yang, Y. 2016. Zero-Strain $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ as Novel Cathode Material for Sodium-Ion Batteries. *ACS Applied Materials and Interfaces.* 17233-17238.
- Li, Y. Sun, W., Liang, J., Sun, H., Marco, I. D., Ni, L., Tang, Shuwei , dan Zhang, J. 2016. Understanding the electrochemical properties of Na_2MSiO_4 (A = Li and Na; M = Fe, Mn, Co and Ni) and the Na doping effect on Li_2MSiO_4 from first-principles calculations. *Journal of Materials Chemistry.* 17455-17463.
- Louër, D., dan Mittemeijer, E. 2001. *The rietveld methode.* Material and Science Forum. 378-381.
- Morales, A. E., Mora, E. S., dan Pal, U. 2007. Use of diffuse reflectance spectroscopy for optical characterization of un-supported nanostructures. *Revista Mexicana De Física S.* 53(5): 18-22.
- Mujiyanti, D. R., Nuryono., dan E. S. Kurniati. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang Diimobilisasi dengan 3(Trimetoksisilil)-1-Propantiol. *Sains dan Terapan Kimia.* 4(2): 150–167.
- Nopianingsih, N. N. S., Sudiarta, I. W., dan Sulihingtyas, W. D. 2015. Sintesis Silika Gel Termobilisasi Difenilkabazon dari Abu Sekam Padi Melalui Teknik Sol Gel. *Jurnal Kimia.* 9: 226-234.
- Ojeda, J.J., adan Dittrich, M. 2012. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Protocols.* New York: Human Press. Pp 187-211.
- Okutani, T. 2020. Retention of Amorphous Silica in Rice Hulls at High Temperatures. *Journal Metals, Materials, and Mineral.* 24–29
- Palomares, V., Serras, P., Villaluenga, I., Hueso, K. B., dan Gonzales, J. C. 2012. Na-ion batteries, recent advances and present challenges to become low cost energy storage system. *Energy and Environmental Science.* 5: 5884-5901.
- Perdana, F.A. 2020. Baterai Lithium. *Jurnal Pendidikan IPA.* 2252-7893.
- Permatasari, N., Sucahya, T. N., dan Nandiyanto, A. B. 2016. Review: agricultural wastes as a source of silica material. *Indonesian Journal of Science and Technology.* 1(1): 82-106.
- Rangasamy, V. S., Thayumanasundaram, S., and Locquet, J.P. 2018. Solvothermal synthesis and electrochemical properties of $\text{Na}_2\text{CoSiO}_4$ and

- $\text{Na}_2\text{CoSiO}_4$ /carbon nanotube cathode materials for sodium-ion batteries. *Electrochimica Acta*. 276: 102-110.
- Rivas, A. L., Vera, G., Palacios, V., Cornejo, M., Rigail, A., dan Solórzano, G. 2018. Phase Transformation of Amorphous Rice Husk Silica. M. Muruganat, *Frontiers in Materials Processing, Applications, Research and Technology*. Singapore: Springer Nature Singapore Pte Ltd. 17-27.
- Riyanto, A., Ginting, O. M., dan Sembiring, S. 2009. Pengaruh suhu sintering terhadap pembentukan gugus borosiloksat (B-O-Si) bahan keramik borosilikat berbasis silika sekam padi. *Seminar Nasional Sains MIPA dan Aplikasinya*. Lampung: FMIPA Universitas Lampung. 219-224
- Riyanto, A., Sembiring, S., dan 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 $\text{Li}_2\text{CoSiO}_4$ yang dipreparasi dari silika sekam padi dan produk daur ulang katoda baterai ion litium bekas. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*. 15(1): 89-103.
- Riyanto, A., Suprihatin., Syafriadi., Sembiring, S., Sari, N., Suhesti, E.Y., Karimah. S. K., Almusawi, R., 2022. Effect of thermal treatment on the phase formation and electrical properties of rice husk silica based $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ precursors. *Ceramic-Silikaty*. 66(1): 95-103.
- Rondinini, S., Ardizzzone, S., Cappelletti, G., Minguzzi, A., and Vertova, A. 2009. Sol-gel synthesis. *Materials*. 613-624.
- Sawicki, B., Tomaszewicz, E., Piatkowska, M., Gron, T., Duda, H., dan Gorny, K. 2016. Correlation between the band-gap energy and the electrical conductivity in $\text{MPr}_2\text{W}_2\text{O}_{10}$ tungstates (where M = Cd, Co, Mn). *Proceedings the 44th International School and Conference on the Physics of Semiconductors "Jaszowiec 2015"*. Wisla. 129: 94-96.
- Sakka, S. 2013. Sol-Gel Process and Application. Dalam S. Somiya, *Handbook of Advanced Ceramics (Second Edition)*. Amsterdam: Elsevier. 883-910.
- Sarangi, M., S. Bahattacharyya., dan R. C. Behera. 2009. Effect of Temperature on Morphology and Phase Transformations of Nanocrystalline Silica Obtained From Rice Husk. *Phase Transition A Multinational Journal*. 82(5): 377-386.
- Sari, N. 2021. *Pengaruh variasi suhu sintering (425°C, 450°C, dan 475°C) terhadap pembentukan fasa kristal dan sifat listrik polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ berbasis silika sekam padi*. (Skripsi). Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Sembiring, S. and Karo-Karo, P. 2007. Pengaruh Suhu Sinterring Terhadap Karakteristik Termal dan Mikrostruktur Silika Sekam Padi. *Jurnal Sains MIPA*. 233-239.

- Sembiring, S., Manurung, P., dan Karo Karo, P. 2009. Pengaruh suhu tinggi terhadap karakteristik keramik cordierite berbasis silika sekam padi. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*. 5(1): 1-4.
- Sheykhan, M., Yahyazadeh, A. dan Ramezani, L. 2017. A novel cooperative Lewis acid/Bronsted base catalyst Fe_3O_4 , SiO_2 -APTMS-Fe $(\text{OH})_2$: An efficient catalyst for the Biginelli reaction. *Molecular Catalysis*. 166–173.
- Simanjuntak, W., Sembiring, S., Kamisah, D. P., Syani, F., and Situmeang, R. T. M. 2016. The Use of Liquid Smoke as a Substitute for Nitric Acid for Extraction of Amorphous silica from Rice husk through Sol-Gel Route. *Oriental Journal of Chemistry*. 2079-2085.
- Siriliuk dan Yuttapong. 2005. Structure of mesoporous MCM-41 prepared from rice husk ash. *Asian Symposium on Visualization*, Chaingmai, Thailand.
- Smallman, R.E. dan Bishop, R.J. 1999. *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering 6th Edition*. Butterworth Heinemann. Oxford. p. 24-25, 143.
- Suka, I. G., Simanjuntak, W., Sembiring, S., dan Trisnawati, E. 2004. Karakteristik silika sekam padi dari provinsi lampung yang diperoleh dengan metode ekstraksi. *MIPA*, 37(1): 47–52.
- Thakur, S., Rai, R., Bdikin, I., Valente, M. A. 2016. Impedance and modulus spectroscopy characterization of Tb modified $\text{BiO}_{0.8}\text{A}_{10}\text{PbFe}_{2.9}\text{TiO}_3$ ceramics. *Journal of Material Research*. 19(1): 1-8.
- Todkar, B. S., Deorukhkar, O. A., dan Deshmukh, S. M. 2016. Extraction of silica from rice husk. *International Journal of Engineering Research and Development*. 12(3): 60-74.
- Wu, P. Wu, S. Q., Zhao, Lv X., Ye, Z., Lin, C., Wang, C. Z. dan Ho, K. M.. 2016. Fe-Si networks in $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ cathode materials. *Physical Chemistry Chemical Physics*. 23916-23922.
- Yalcin, N. dan Sevinc, V. 2001. Studies on silica obtained from rice husk. *Ceramics International*. 27: 219–224.
- Yamamura, H., Nishino, H., Kakinuma, K., and Nomura, K. 2003. Crystal Phase and Electrical Conductivity in the Pyrochlore-Type Composition Systems, $\text{Ln}_2\text{Ce}_2\text{O}_7$ (Ln = La, Nd, Sm, Eu, Y and Yb). *Journal of Ceramic Society of Japan*. 111: 902-906.
- Yang, J., Kang, X., Hu, lin., Gong, X., dan Mu, S. 2014. Nanocrystalline $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$ Synthesized by Carbon Frameworks as an advanced Cathode Material For Li-Ion Batteries. *Journal Of Materials Chemistry A*. (2), 6870–6878.
- Ye, Z., Li, S., Wu, S., Wu, P., Nguyen, M. C., Guo, J., Mi, J., Gong, Z., Zhu, Z. Z., Yang, Y., Wang, Z. C., and Ho, K. M. 2016. Robust diamond-like Fe-Si network in the zero-strain $\text{Na}_x\text{FeSiO}_4$. *Electrochimica Acta*. 212: 934-940.

- Yu, S., Hu, J. Q., Hussain, M. B., Wu, S. Q., Yang, Y., and Zhu, Z. Z. 2018. Structural stabilities and electrochemistry of $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ polymorphs: Firstprinciples calculations. *Journal of Solid State Electrochemistry*. 22(7), 22372245.
- Zaghib, K., Salah, Ait A., Ravet, N., Mauger, A., Gendron, F., Julien, C.M. 2006. 66 Structural, magnetic and electrochemical properties of lithium iron orthosilicate. *Journal of Power Sources*. Pp. 1381–1386.
- Zhao, X., Wu, S., Lv, X., Nguyen, M.C., Wang, C. Z., Zijing, L., Zhu, Z., dan Ho, K. 2015. Exploration of tetrahedral structures in silicate cathodes using a motif-network scheme. *Scientific Reports. Nature Publishing Group*. 1-9.
- Zhu, L., Zeng, Y.R., Wen, J., Li, L., dan Cheng, T.M. 2018. Structural and electrochemical properties of $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ polymorphs for sodium-ion batteries. *Electrochimica Acta. Elsevier*. Pp. 190-198.