

## Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Struktur Kristal pada Sintesis $\text{NaFeO}_2$

Dede Taufik<sup>1</sup>, Anggi Datiatur Rahmat<sup>2\*</sup>, Rifki Septawendar<sup>1</sup>, Wiendartun<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Balai Besar Keramik, Badan Penelitian Dan Pengembangan Industri, Kementerian Perindustrian

<sup>2</sup>Departemen Pendidikan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung

\*e-mail : dr.anggi00@upi.edu

### ABSTRAK

$\text{NaFeO}_2$  merupakan salahsatu bahan katoda yang menjanjikan untuk baterai ion sodium. Dimana baterai ion sodium merupakan alternatif dari baterai ion lithium. Katoda dalam baterai ion-sodium berfungsi sebagai tempat reduksi ion  $\text{Na}^+$  menjadi Na. Dalam penelitian ini, dilakukan sintesis  $\text{NaFeO}_2$  dengan metode sol-gel sebagai bahan katoda untuk baterai ion-sodium menggunakan metode *sol-gel*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui suhu kalsinasi optimum pada sintesis  $\text{NaFeO}_2$  dengan metode sol-gel. Pada penelitian ini, dilakukan investigasi suhu kalsinasi ketika pembakaran dengan variasi suhu yaitu 600, 700 dan 800°C. Karakterisasi dilakukan dengan pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dari sampel. Hasil penelitian diperoleh bahwa suhu kalsinasi mempengaruhi ukuran kristal pada sampel. Dengan menggunakan metode *Scherrer* didapatkan ukuran kristal masing-masing yaitu 2.7316Å, 8.14304Å, 10.8587Å untuk suhu 600, 700 dan 800°C. Hal tersebut menunjukkan bahwa semakin kecil ukuran maka semakin lebar puncak difraksi yang terbentuk. Selain itu, diketahui bahwa fase kristal untuk tiap sampel telah membentuk senyawa yang tidak jauh dari material awalnya

$\text{NaFeO}_2$  is a promising cathode material for sodium-ion batteries. Sodium-ion battery is an alternative to lithium-ion batteries. The function of the cathode in the sodium-ion battery as a place to reduce  $\text{Na}^+$  ions to Na. In this work, the synthesis of  $\text{NaFeO}_2$  using the sol-gel method as a cathode material for sodium-ion batteries. This work aims to determine the optimum calcination temperature in the synthesis of  $\text{NaFeO}_2$  using the sol-gel method. In this research, an investigation of calcination temperature during combustion was carried out with temperature variations such as 600, 700 and 800°C respectively. Characterization was carried out by using X-Ray Diffraction (XRD) to determine the crystal structure of the sample. The results showed that the calcination temperature affected the crystal size of the sample. By using the Scherrer method, the respective crystal sizes were 2.7316Å, 8.14304Å, 10.8587Å for temperatures of 600, 700, and 800°C. This shows that the smaller the size, the wider the diffraction peaks formed. Also, it is known that the crystalline phase for each sample has formed a compound not far from the original material

**Kata kunci** : baterai ion-sodium,  $\text{NaFeO}_2$ , suhu kalsinasi

### PENDAHULUAN

Baterai merupakan sumber energi yang utama pada berbagai peralatan elektronik portabel (Timmermans dkk. 2016). Baterai merupakan sebuah sarana yang mengubah energi kimia yang terkandung dalam bahan aktif secara langsung menjadi energi listrik melalui reaksi reduksi dan oksidasi elektrokimia (redoks) yang terjadi pada elektroda (Manthiram 2008).

Baterai terdiri dari 3 komponen utama yaitu anoda, elektrolit dan katoda.

Katoda harus menjadi agen pengoksidasi yang efektif dan stabil ketika kontak dengan elektrolit (Manthiram 2020). Oleh karena itu, katoda merupakan komponen penting dalam baterai. Katoda merupakan tempat reaksi reduksi ion  $\text{Na}^+$  menjadi Na. Katoda yang umum digunakan adalah kation logam transisi dengan konfigurasi elektron 3d seperti kobalt, nikel, mangan dan besi. (Hwang, Myung, and Sun

2017). Baterai yang berkembang saat ini yaitu baterai ion lithium (Yang dkk. 2020).

Kelangkaan sumber daya Lithium di seluruh dunia memengaruhi produksi baterai ion-lithium dalam skala besar dimana ketersediaan lithium pada alam sangat terbatas menyebabkan penerapan lithium di teknologi di masa depan terbatas. (Nishio and Furukawa 1998). Oleh karena itu, para peneliti mencari energi alternatif untuk menggantikan peran lithium tersebut. Untuk mengatasi hal tersebut, baterai yang menggunakan natrium (Na) telah berkembang sebagai penggantinya (Durai dkk. 2017). Na dikenal sebagai bahan melimpah keenam bumi, dimana hal tersebut telah menarik minat besar terhadap perangkat penyimpanan energi skala besar (Ma dkk. 2019). Selain itu, ion Na tersebut menjajikan sebagai alternatif energi pengganti dari ion lithium yang tepat karena keberadaan dari ion Na di bumi ini yang melimpah serta akan membuat baterai ion-Na jauh lebih ekonomis dibandingkan dengan menggunakan lithium (Palomares dkk. 2012).

Berbagai penelitian menyatakan bahwa baterai ion-sodium telah berkembang tetapi masih membutuhkan bahan elektroda yang ideal dengan siklus yang sangat baik dan kapasitas spesifik yang tinggi (Jian Zhang, 2019). Kikkawa dkk. melaporkan mekanisme desosiasi berlapis Katoda  $\beta$ -NaFeO<sub>2</sub> dalam baterai ion-sodium sebagai reaksi deinterkalasi yang berhubungan dengan oksidasi Fe<sup>3+</sup> pada struktur (Kikkawa, Miyazaki, and Koizumi 1985). Okada dkk. melaporkan siklus natrium reversibel di  $\alpha$ -NaFeO<sub>2</sub> menggunakan natrium anoda logam (Kugai dkk. 2020; Okada dkk. 2006). Penelitian terbaru menyatakan bahwa katoda  $\beta$ -NaFeO<sub>2</sub> menunjukkan kapabilitas tingkat yang sangat baik dan retensi kapasitas di perbandingan dengan bahan katoda lain (Durai, Gopalakrishnan, and Badhulika 2020). Selain itu pada sintesis bahan katoda  $\beta$ -NaFeO<sub>2</sub> yang telah dilakukan mendemonstrasikan sintesis mudah dengan kinerja luar biasa yaitu menggunakan metode solid state (Durai, Gopalakrishnan, and Badhulika 2020). Selain metode solid state, ditemukan alternatif lain untuk sintesis NaFeO<sub>2</sub> yang menawarkan keuntungan waktu sintesis yang lebih singkat dan biaya pembuatan yang lebih murah yaitu metode sol-gel (Vidinha dkk. 2006). Berdasarkan hal tersebut, maka dalam

penelitian ini dilakukan sintesis NaFeO<sub>2</sub> dengan metode sol-gel dengan memvariasikan suhu kalsinasi pada proses pembakaran yaitu 600,700 dan 800°C. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur kristal tiap sampel. Dimana analisis struktur kristal tersebut menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD).

## METODE

### a. Sintesis

Bahan yang digunakan dalam sintesis NaFeO<sub>2</sub> yaitu FeNO<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O dan NaCO<sub>3</sub> sebagai bahan utama prekursor NaFeO<sub>2</sub> serta Etilen Glikol sebagai pelarut pada prekursor. Selain itu, digunakan NH<sub>4</sub>OH sebagai pengatur pH.

FeNO<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O dicampurkan kedalam etilen glikol, kemudian diaduk diatas hot stirrer dengan temperatur 60°C. Selama pengadukan berlangsung ditambahkan sedikit demi sedikit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> hingga larut dengan baik. Setiap menambahkan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, diukur secara berkala pH larutan dengan menggunakan pH indicator. Apabila belum terbentuk Gel, tambahkan NH<sub>4</sub>OH hingga pH yang terukur 7 dan terbentuk gel. Kemudian, gel yang terbentuk dibiarkan dalam wadah selama 1 hari atau lebih dari 4 jam dengan tujuan untuk memastikan kestabilan Gel. Lalu gel disaring untuk mengurangi kandungan airnya. Kemudian proses pembakaran menggunakan tungku listrik dilakukan untuk suhu kalsinasi yang berbeda yaitu pada suhu 600, 700 dan 800°C yang diberi nama sampel masing-masing yaitu NFO600, NFO700 dan NFO800.

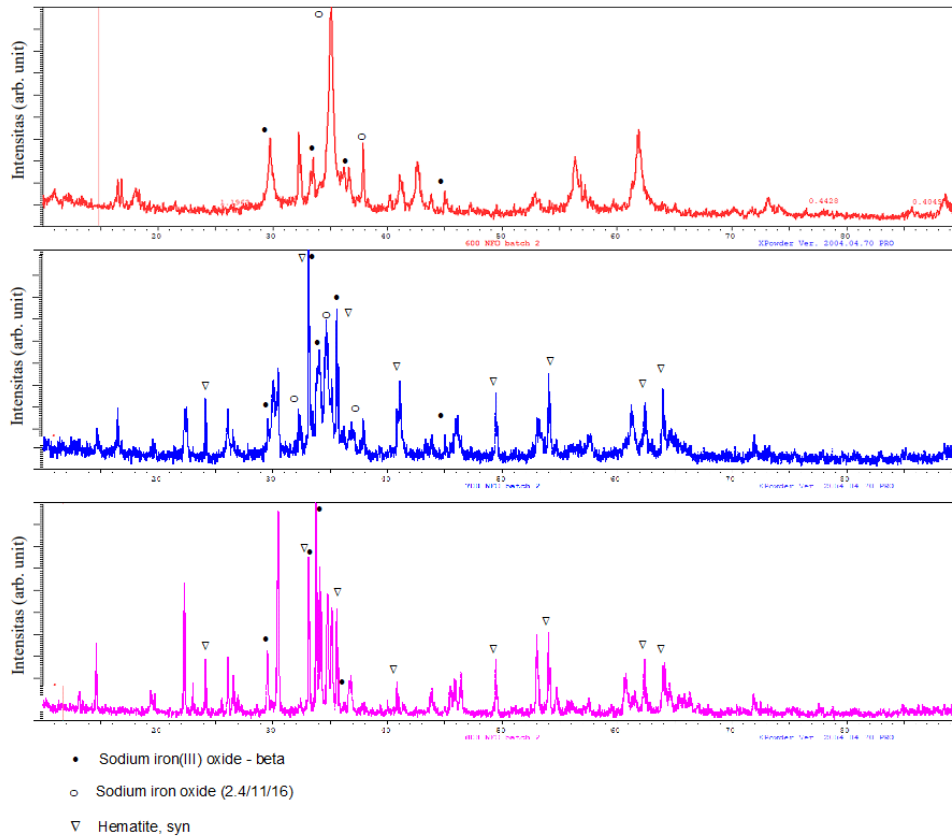
### b. Karakterisasi

Sampel NaFeO<sub>2</sub> hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk pada masing-masing sampel.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis NaFeO<sub>2</sub> menggunakan metode sol-gel telah dilakukan dengan variasi suhu kalsinasi ditetapkan sebagai parameter yang diamati pada penelitian ini.

Hasil karakterisasi sampel menggunakan X-ray diffraction (XRD) ditunjukkan pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Pola Difraksi Sinar-X dan fase sekunder tiap sampel

Dengan karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dapat mengetahui kandungan material dari tiap sampel yaitu dengan cara mengetahui fase kristal dari masing-masing sampel. Berdasarkan Gambar 1. menyatakan tiap-tiap fase kristal yang muncul untuk setiap sampel. Fase kristal yang terbentuk untuk ketiga sampel tidak satu fasa tetapi terdiri dari beberapa fasa mineral sodium ferrat dan oksida besi. Suhu kalsinasi mempengaruhi jenis fasa mineral yang terbentuk. Dimana pada suhu 600 °C yang dominan adalah senyawa beta  $\text{NaFeO}_2$  dan senyawa sodium ferrate lainnya. Pada temperature 700 °C fasa yang terbentuk beta  $\text{NaFeO}_2$  dan mulai terbentuk senyawa oksida besi hematit dan sedikit magnetit. Pada temperatir 800 °C fasa *hematite* semakin dominan, meskipun begitu beta- $\text{NaFeO}_2$  masih

terlihat signifikan. Berdasarkan hal tersebut, maka diketahui bahwa senyawa yang terbentuk tidak jauh dari material awalnya.

Dari pola difraksi *X-Ray Diffraction* (XRD) didapatkan data FWHM (*Full Width at Half-maximum Height*). Data tersebut dapat diolah menggunakan metode *Scherrer* dengan tujuan memprediksi ukuran kristal dalam material yang ditunjukkan oleh persamaan (1).

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

Dimana K adalah kontanta tak berdimensi yang memiliki besar 0,9,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X,  $\beta$  adalah FWHM, dan D adalah ukuran grain rata-rata yang terbentuk pada sampel.

**Tabel 1.** Perolehan data ukuran dari pengolahan FWHM

Sampel	2θ	Intensitas	FWHM	θ	Cos θ	D (nm)
NFO600	35,14	1000	0,5326	17,57	0,9526	2,73
NFO700	33,18	1000	0,1776	16,59	0,9583	8,14
NFO800	33,8	1000	0,1334	16,9	0,9568	10,8

Berdasarkan Metode *Schrrer* yang ditunjukkan pada Tabel 1. didapatkan bahwa ukuran grain dari  $\text{NaFeO}_2$  untuk tiap sampel

memiliki ukuran yang berbeda dan memiliki hubungan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi pembakaran maka semakin besar ukuran

(diameter) kristalin. NFO600 memiliki besar ukuran paling kecil, dengan demikian sampel ini memiliki lebar puncak difraksi dibanding yang lainnya.

Selain itu, menggunakan eksperimen difraksi sinar-X, pada struktur padat dapat dipisahkan menjadi kristal atau amorf (tidak mengkristal).

Berdasarkan perolehan data yang didapat diketahui bahwa semakin besar suhu menunjukkan struktur kristal yang baik. Hal tersebut terjadi karena suhu mempengaruhi struktur kristal yang terbentuk (Guo dkk. 2018). Semakin tinggi suhu menyebabkan global area yang terbentuk seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Perolehan data persentase kristal dan amorf

Sampel	%Cristalinity	%Amorphous	Global area	Reduced area
NFO600	62,1	37,9	55,99	34,75
NFO700	69,2	30,8	62,87	43,97
NFO800	78,8	21,2	61,09	48,12

Berdasarkan Tabel 2. diketahui bahwa semakin tinggi suhu, maka semakin besar persentase kristal yang terbentuk. Hal tersebut juga mempengaruhi global area yang terbentuk lebih banyak daripada reduced area.

## PENUTUP

Berdasarkan hasil penelitian, sintesis NaFeO<sub>2</sub> dengan menggunakan metode sol-gel telah dilakukan. Sampel yang telah disintesis lalu dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Fase kristal yang terbentuk untuk ketiga sampel tidak satu fasa tetapi terdiri dari beberapa fasa mineral sodium ferrat dan oksida besi. Dengan menggunakan metode *Scherrer* didapatkan ukuran kristal masing-masing sampel yaitu 2.7316Å, 8.14304Å, 10.8587Å untuk suhu 600, 700 dan 800°C. Berdasarkan hal tersebut, ukuran kristal pada sampel 600 memiliki ukuran paling kecil diantara ketiga sampel serta mempengaruhi persentase kristal dan amorf pada sampel. Berdasarkan hasil karakterisasi menyatakan bahwa suhu kalsinasi mempengaruhi struktur kristal pada sampel.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih disampaikan untuk seluruh pihak yang telah membantu dalam penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Durai, L et al. (2017). "Electrochemical Properties of BiFeO<sub>3</sub> Nanoparticles: Anode Material for Sodium-Ion Battery Application." *Materials Science in Semiconductor Processing* 68: 165–71.
- Durai, Lignesh, Arthi Gopalakrishnan, and Sushmee Badhulika. 2020. "One-Step

Solid-State Reaction Synthesis of b - NaFeO<sub>2</sub> Nanoparticle as High Capacity Cathode Material for Sodium Ion Batteries." *Materials Letters* 270: 127739.

<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.127739>.

- Guo, Min et al. (2018). "Coupling Plasmonic Nanoparticles with TiO<sub>2</sub> Nanotube Photonic Crystals for Enhanced Dye-Sensitized Solar Cells Performance." *Electrochimica Acta* 263: 373–81.
- Hwang. (2017). "Sodium-Ion Batteries: Present and Future." *Chemical Society Reviews* 46(12): 3529–3614.
- Kikkawa, S. (1985). "Sodium Deintercalation from α-NaFeO<sub>2</sub>." *Materials research bulletin* 20(4): 373–77.
- Kugai, J et al. (2020). "Effects of Sodium Nitrate and Heat Treatment Atmosphere on the Synthesis of α-NaFeO<sub>2</sub> Layered Oxide." *Materials Chemistry and Physics*: 122948.
- Ma, Jingyao et al. (2019). "Electrophoretic Deposition of ZnSnO<sub>3</sub>/MoS<sub>2</sub> Heterojunction Photoanode with Improved Photoelectric Response by Low Recombination Rate." *Journal of Alloys and Compounds* 810: 151845.
- Manthiram, A. (2008). "Smart Battery Materials." In *Smart Materials*, CRC Press, 116–23.
2020. "A Reflection on Lithium-Ion Battery Cathode Chemistry." *Nature Communications* 11(1): 1–9.
- Nishio, (1998). "Practical Batteries." *Handbook*

- of Battery Materials*: 19–61.
- Okada, S. (2006). "ESC Meeting Abstracts." *MA2006-02* 201.
- Palo mares et al. (2012). "Na-Ion Batteries, Recent Advances and Present Challenges to Become Low Cost Energy Storage Systems." *Energy & Environmental Science* 5(3): 5884–5901.
- Timmermans et al. (2016). "Batteries 2020—Lithium-Ion Battery First and Second Life Ageing, Validated Battery Models, Lifetime Modelling and Ageing Assessment of Thermal Parameters." In *2016 18th European Conference on Power Electronics and Applications (EPE'16 ECCE Europe)*, IEEE, 1–23.
- Vidinha, Pedro et al. (2006). "Sol–Gel Encapsulation: An Efficient and Versatile Immobilization Technique for Cutinase in Non-Aqueous Media." *Journal of biotechnology* 121(1): 23–33.
- Yang, Xiye et al. (2020). "A Truxenone-based Covalent Organic Framework as an All-Solid-State Lithium-Ion Battery Cathode with High Capacity." *Angewandte Chemie International Edition* 59(46): 20385–89.