

KARAKTERISASI MATERIAL PERAPAT SOFC BERBASIS RHA, ALUMINA, DAN MAGNESIA

*Raka Ramananda¹, Sulisty², Gunawan Dwi Haryadi²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

²Dosen Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

Jl. Prof. Sudharto, SH., Tembalang-Semarang 50275, Telp. +62247460059

*E-mail: ra.attaqi@gmail.com

Abstrak

Krisis energi global dan tuntutan dekarbonisasi mendorong pengembangan teknologi *Solid Oxide Fuel Cell* (SOFC). Namun, efisiensi jangka panjang SOFC sangat bergantung pada integritas komponen *sealant* (perapat) dalam mencegah kebocoran gas pada suhu tinggi. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan material *sealant* berbasis sistem $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ yang ekonomis dan berkelanjutan dengan memanfaatkan limbah Abu Sekam Padi (RHA) sebagai sumber silika amorf. Material komposit difabrikasi melalui metode pencampuran mekanik (*ball milling*) dan kompaksi dengan variasi pengikat *Polyvinyl Alcohol* (PVA) sebesar 0,3 g, 0,35 g, dan 0,4 g, diikuti proses sintering pada suhu 1300°C. Karakterisasi material dilakukan menggunakan XRF, XRD, SEM, dan uji permeabilitas gas standar ASTM D6539-13. Hasil uji XRF menunjukkan peningkatan konsentrasi silika menjadi 25,80% pasca-sintering akibat dekomposisi material organik. Analisis XRD mengungkap terbentuknya fasa kristalin dominan *Cristobalite* ($\pm 77,0\%$) yang memberikan stabilitas termal, berdampingan dengan fasa amorf yang berfungsi mengisi celah antar-partikel, serta fasa *Corundum* sebagai penguat mekanik. Pengamatan SEM memperlihatkan mikrostruktur yang terintegrasi baik dengan porositas tertutup. Evaluasi kinerja menunjukkan bahwa formulasi dengan 0,3 g PVA menghasilkan nilai permeabilitas terendah dan paling stabil pada kisaran 0,018–0,019 Darcy. Penelitian ini menyimpulkan bahwa komposit keramik berbasis RHA memiliki karakteristik struktur dan kemampuan penahanan gas yang memenuhi persyaratan sebagai material perapat SOFC yang efektif.

Kata kunci : abu sekam padi; permeabilitas; *sealant*; sintering; *solid oxide fuel cell* (sofc)

Abstract

Global energy crises and decarbonization demands have accelerated the development of *Solid Oxide Fuel Cell* (SOFC) technology. However, the long-term efficiency of SOFCs relies heavily on the integrity of *sealant* components to prevent gas leakage at high temperatures. This study aims to develop an economical and sustainable $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ based *sealant* material by utilizing Rice Husk Ash (RHA) waste as an amorphous silica source. Composite materials were fabricated via ball milling and compaction with Polyvinyl Alcohol (PVA) binder variations of 0.3 g, 0.35 g, and 0.4 g, followed by sintering at 1300°C. Material characterization was conducted using XRF, XRD, SEM, and gas permeability testing according to ASTM D6539-13 standards. XRF results showed an increase in silica concentration to 25.80% post-sintering due to organic decomposition. XRD analysis revealed the formation of a dominant *Cristobalite* crystalline phase ($\pm 77.0\%$) providing thermal stability, coexisting with an amorphous phase that functions to fill inter-particle voids, and a *Corundum* phase as mechanical reinforcement. SEM observations displayed a well-integrated microstructure with closed porosity. Performance evaluation indicated that the formulation with 0.3 g PVA yielded the lowest and most stable permeability in the range of 0.018–0.019 Darcy. This study concludes that RHA-based ceramic composites possess structural characteristics and gas containment capabilities that meet the requirements for effective SOFC sealing materials.

Keywords : permeability; rice husk ash; *sealant*; sintering; *solid oxide fuel cell* (sofc)

1. Pendahuluan

Peristiwa geopolitik, ekonomi, konflik regional, serta pandemi COVID-19 telah mengganggu rantai pasokan barang, yang berimplikasi pada perubahan permintaan dan lonjakan harga energi yang signifikan di seluruh dunia [1]. Krisis energi global ini dipicu oleh tiga faktor utama: gerakan global melawan emisi karbon bahan bakar fosil sejak tahun 2000-an, gangguan rantai pasok akibat pandemi COVID-19, dan ketidakmampuan pasokan bahan bakar fosil memenuhi permintaan yang meningkat [2]. Meskipun secara historis energi fosil telah menopang pertumbuhan PDB dan industrialisasi global sejak tahun 1700-an [3], bukti kuat menunjukkan bahwa penggunaannya berkontribusi besar terhadap emisi gas rumah kaca dan perubahan iklim [4][5].

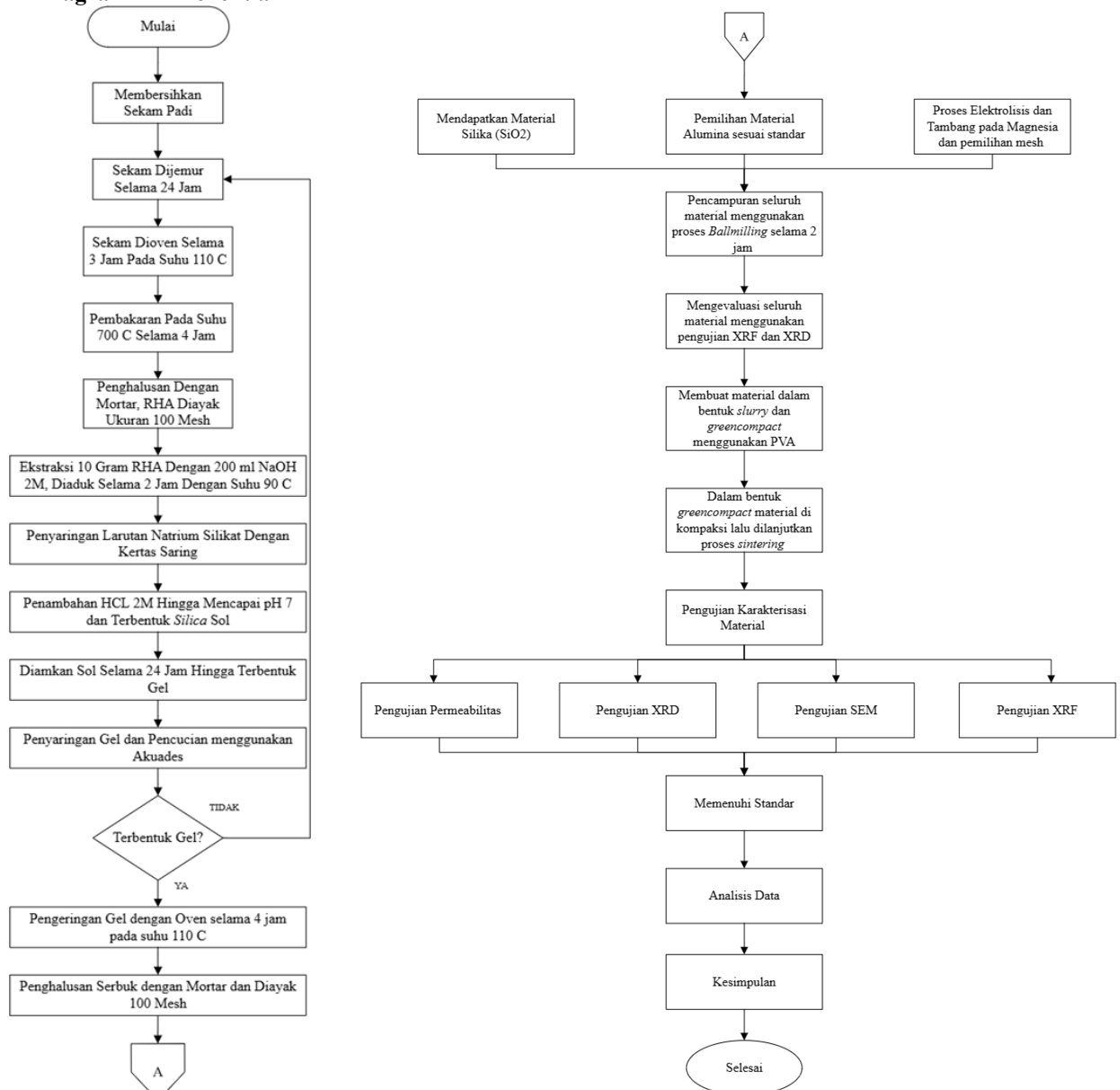
Merespons tantangan energi bersih tersebut, *Solid Oxide Fuel Cell* (SOFC) muncul sebagai teknologi konversi energi elektrokimia yang menjanjikan karena efisiensinya yang tinggi dan emisi yang rendah [6]. Kinerja SOFC

bergantung pada integritas komponen utamanya: anoda sebagai tempat oksidasi bahan bakar [7], katoda untuk reduksi oksigen [8], elektrolit seperti *Ytria-Stabilized Zirconia* (YSZ) untuk penghantaran ion [9], serta *sealant* (perapat). *Sealant* memegang peranan vital untuk menjamin isolasi gas antar kompartemen dan menjaga stabilitas struktural tumpukan sel [10], guna mencegah pencampuran gas bahan bakar dan oksidan yang dapat menurunkan efisiensi [11].

Umumnya, komponen *sealant* tersusun dari oksida seperti SiO_2 , B_2O_3 , Al_2O_3 , CaO , BaO , dan MgO . Penelitian ini berinovasi dengan mengkaji pemanfaatan Abu Sekam Padi (*Rice Husk Ash* - RHA) sebagai sumber silika SiO_2 alternatif. Silika dari RHA memiliki struktur amorf yang lebih reaktif dibandingkan kuarsa, sehingga potensial untuk meningkatkan ketahanan termal *sealant* sekaligus mendukung prinsip ekonomi sirkular dengan mengurangi limbah biomassa [12]. Pemanfaatan RHA ini menawarkan alternatif bahan baku lokal yang berkelanjutan untuk menggantikan sumber mineral konvensional dalam pengembangan material keramik fungsional SOFC [13].

2. Metode Penelitian

2.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

2.2 Alat dan Bahan

Material utama yang digunakan dalam sintesis perapat (*sealant*) ini meliputi Abu Sekam Padi (*Rice Husk Ash/RHA*) sebagai sumber silika, Alumina (Al_2O_3), dan Magnesia (MgO). Bahan kimia pendukung meliputi Natrium Hidroksida ($NaOH$) dan Asam Klorida (HCl) untuk proses ekstraksi/pemurnian, serta *Polyvinyl Alcohol* (*PVA*) yang berfungsi sebagai *binder* (pengikat) dalam pembentukan *green body*. Air suling digunakan sebagai pelarut netral selama proses preparasi.

Peralatan utama yang digunakan untuk fabrikasi sampel meliputi *Ball Milling* untuk homogenisasi serbuk, timbangan analitik untuk pengukuran massa presisi, *magnetic stirrer* untuk pencampuran larutan, serta *furnace* untuk proses kalsinasi dan sintering pada suhu 1300 °C. Sampel dicetak menjadi bentuk koin keramik menggunakan alat kompaksi dengan beban 6,55 ton. Karakterisasi material dilakukan menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (*XRD*), *Scanning Electron Microscope* (*SEM*), *X-Ray Fluorescence* (*XRF*), dan alat uji permeabilitas gas. Sampel keramik hasil kompaksi dapat dilihat pada Gambar 2 berikut.



Gambar 2. Koin Keramik Hasil Kompaksi

2.4 Karakterisasi

Evaluasi kualitas material perapat (*sealant*) berbasis RHA dilakukan melalui empat tahapan pengujian utama. Analisis komposisi unsur kimia bahan baku dan sampel dilakukan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (*XRF*). Identifikasi fasa dan struktur kristal yang terbentuk pasca-sintering dianalisis menggunakan *X-Ray Diffraction* (*XRD*). Untuk mengamati morfologi permukaan, porositas, dan integrasi antar-partikel, digunakan *Scanning Electron Microscopy* (*SEM*). Selanjutnya, kinerja fungsional *sealant* dievaluasi melalui uji permeabilitas untuk menentukan kemampuan material dalam menahan laju aliran gas melalui pori-pori, yang krusial bagi aplikasi *SOFC*.

3. Hasil dan Pembahasan

Tabel 1. Hasil Pengujian XRF Sebelum Sintering.

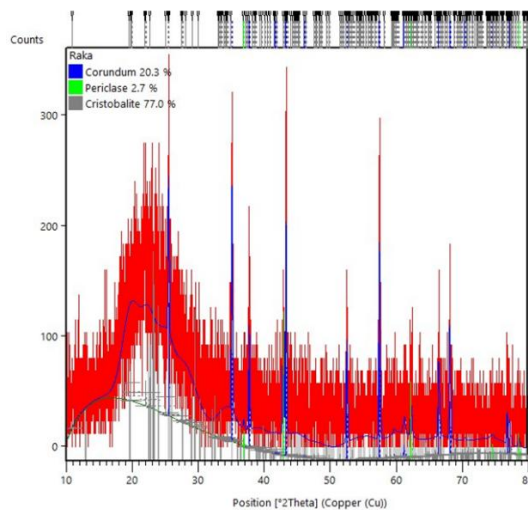
No	Component	Result	Unit
1	Total	113	mg/cm ²
2	MgO	0,495	mass%
3	Al ₂ O ₃	1,41	mass%
4	SiO ₂	13,6	mass%
5	SO ₃	0,148	mass%
6	Cl	0,0023	mass%
7	K ₂ O	0,0057	mass%
8	CaO	0,0186	mass%
9	Fe ₂ O ₃	0,0116	mass%
10	CuO	0,0022	mass%
11	ZrO ₂	0,0129	mass%
12	Ag ₂ O	0,0559	mass%
13	Balance	84,2	mass%

Tabel 2. Hasil Pengujian XRF Pasca Sintering

No	Compound	Conc (Konsentrasi)	Unit
1	SiO ₂	25,801	%
2	Al ₂ O ₃	5,689	%
3	K ₂ O	1,311	%
4	MgO	0,754	%

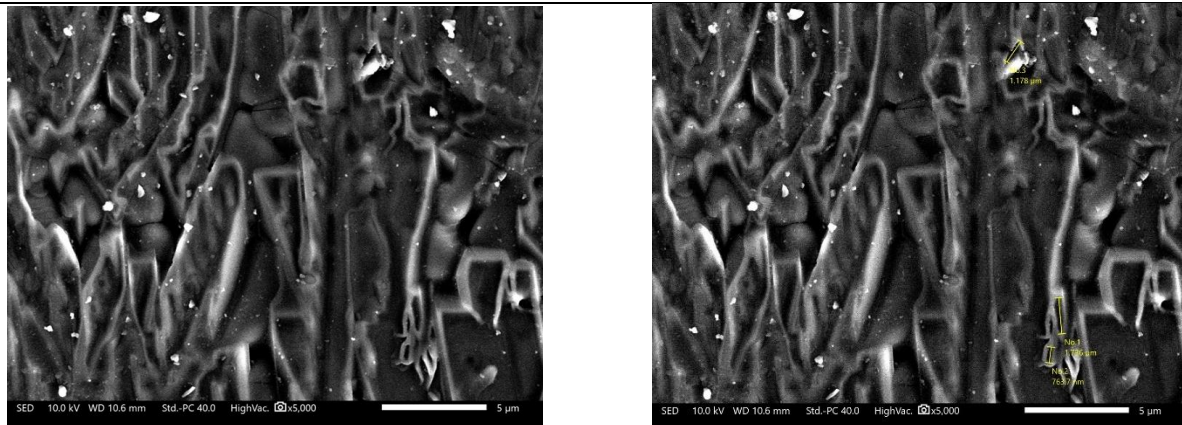
5	NiO	0,594	%
6	CaO	0,588	%
7	P ₂ O ₅	0,582	%
8	MnO	0,465	%
9	Fe ₂ O ₃	0,41	%
10	TiO ₂	0,202	%
11	BaO	0,164	%
12	ClO ₂	0,123	%
13	CuO	180,134	ppm
14	Cr ₂ O ₃	97,044	ppm
15	V ₂ O ₅	94,794	ppm
16	ZnO	57,261	ppm

Evaluasi menyeluruh terhadap material perapat (*sealant*) SOFC berbasis Abu Sekam Padi (RHA), Alumina, dan Magnesia dilakukan untuk memvalidasi kelayakannya dari aspek komposisi kimia, struktur kristal, morfologi, hingga kinerja penahanan gas seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1. Tahap awal karakterisasi difokuskan pada evolusi komposisi kimia menggunakan uji *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk membandingkan spesimen sebelum dan sesudah proses *sintering* pada suhu 1300 °C. Data awal sebelum *sintering* menunjukkan dominasi komponen tak teridentifikasi (*balance*) mencapai 84,2%, yang merepresentasikan tingginya kandungan material organik dari *binder* (PVA) dan zat volatil lainnya. Namun, pasca-*sintering* (Tabel 2), terjadi transformasi signifikan di mana komponen organik tersebut terdekomposisi sempurna, menyebabkan konsentrasi oksida anorganik meningkat drastis. Kandungan silika SiO₂ sebagai matriks utama meningkat dari 13,6% menjadi 25,80%, sementara alumina (Al₂O₃) terkonsentrasi menjadi 5,69%. Peningkatan ini mengonfirmasi keberhasilan proses kalsinasi dan *sintering* dalam mengubah prekursor mentah menjadi keramik oksida padat. Selain itu, terdeteksinya unsur minor seperti K₂O (1,31%) dari abu sekam padi memberikan keuntungan teknis, karena alkali oksida dapat bertindak sebagai *fluxing agent* yang membantu menurunkan suhu pembentukan fase kaca selama pemanasan.



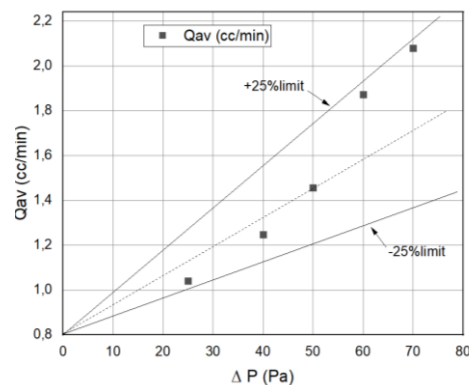
Gambar 3. Hasil Pengujian XRD

Pemahaman mengenai fasa yang terbentuk diperoleh melalui analisis X-Ray Diffraction (XRD) yang dapat dilihat pada Gambar 3. Difraktogram menunjukkan adanya hump yang melebar pada rentang sudut 2θ antara 15° hingga 30°, yang menjadi indikator kuat bahwa material memiliki struktur dominan amorf atau glassy phase. Keberadaan fase amorf ini sangat krusial bagi aplikasi sealant, karena fase kaca memiliki kemampuan viscous flow yang memungkinkan material mengisi celah mikroskopis dan menutup pori saat beroperasi pada suhu tinggi SOFC. Di sisi lain, analisis kuantitatif fasa kristalin mengidentifikasi kehadiran Cristobalite (SiO₂) sebagai fasa kristal mayoritas ($\pm 77,0\%$), diikuti oleh Corundum (Al₂O₃, $\pm 20,3\%$) dan sedikit Periclase (MgO, $\pm 2,7\%$). Dominasi Cristobalite menandakan transformasi alotropik silika RHA akibat suhu tinggi, sementara tingginya persentase Corundum menunjukkan bahwa partikel alumina berfungsi sebagai fase penguat (*reinforcement*) yang stabil dan tidak sepenuhnya larut ke dalam matriks kaca. Kombinasi antara matriks amorf yang "menutup" dan partikel kristalin yang "menguatkan" ini diharapkan memberikan keseimbangan antara sifat kedap gas dan stabilitas mekanik termal.



(b) (a)
Gambar 4. Hasil Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pemuan XRD tersebut divalidasi secara visual melalui pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM) yang dapat dilihat pada Gambar 4a. Mikrograf permukaan memperlihatkan struktur mikro komposit yang heterogen namun terintegrasi, di mana matriks silika tampak membentuk fase kontinyu yang menyelimuti partikel-partikel bersudut (angular) yang diidentifikasi sebagai alumina. Distribusi fasa ini menciptakan ikatan antar-butir yang efektif. Meskipun proses densifikasi telah terjadi, pengamatan pada perbesaran tinggi (5.000x) masih mendeteksi keberadaan mikropori dengan ukuran berkisar antara $\pm 0,76 \mu\text{m}$ hingga $\pm 1,74 \mu\text{m}$ (Gambar 4b). Keberadaan pori sub-mikron ini wajar dalam keramik berbasis sintering tanpa tekanan (pressureless sintering). Mengacu pada literatur [14], porositas mikro pada material glass-ceramic masih dapat ditoleransi untuk aplikasi SOFC selama pori tersebut bersifat tertutup (closed pores) dan tidak membentuk jejaring yang saling terhubung (interconnected) yang dapat menjadi jalur kebocoran gas masif.



Gambar 5. Grafik Hasil Pengujian Permeabilitas Variasi 0,3 PVA.

Pembuktian akhir dari integritas struktur tersebut diuji melalui pengukuran permeabilitas gas berdasarkan standar ASTM D6539-13. Grafik hubungan antara laju alir (Q_{av}) dan beda tekanan (ΔP) pada Gambar 5 menunjukkan tren linier yang konsisten, mengonfirmasi bahwa aliran udara melalui media berpori ini mematuhi Hukum Darcy. Pengujian terhadap tiga variasi kandungan pengikat PVA (0,3 gr, 0,35 gr, dan 0,4 gr) mengungkap pengaruh kritis jumlah binder terhadap densitas akhir. Spesimen dengan variasi PVA 0,3 gram menunjukkan kinerja terbaik dengan nilai permeabilitas terendah dan paling stabil pada kisaran 0,018–0,019 Darcy. Sebaliknya, penambahan PVA yang berlebih (0,35 gr dan 0,4 gr) justru meningkatkan nilai permeabilitas hingga 0,065 Darcy. Hal ini disebabkan karena PVA yang terlalu banyak akan meninggalkan volume kosong (pori) yang lebih besar setelah proses burn-out, yang akhirnya mengurangi densitas akhir keramik.

Secara keseluruhan, integrasi hasil karakterisasi menyimpulkan bahwa formulasi dengan 0,3 gram PVA menghasilkan struktur glass-ceramic yang paling optimal. Rendahnya nilai permeabilitas pada variasi ini merupakan hasil langsung dari sinergi antara matriks silika amorf yang mengisi ruang (dikonfirmasi XRD), kontinuitas struktur mikro yang baik (dikonfirmasi SEM), serta pemadatan partikel yang efektif pasca-hilangnya organik (dikonfirmasi XRF). Material ini dinilai memiliki potensi menjanjikan sebagai kandidat sealant SOFC yang ekonomis dan berbasis limbah berkelanjutan.

4. Kesimpulan

Penelitian ini berhasil memvalidasi potensi silika dari Abu Sekam Padi (RHA) sebagai bahan baku utama sealant SOFC yang berkelanjutan. Analisis XRF dan XRD mengonfirmasi bahwa silika RHA mengalami transformasi fase menjadi Cristobalite ($\pm 77,0\%$) pasca-sintering, namun tetap mempertahankan dominasi matriks amorf yang krusial untuk mekanisme penutupan pori. Sinergi antara fase amorf dengan fase kristalin Corundum (Al_2O_3) sebagai penguat dan Periclase (MgO) sebagai modifier menghasilkan mikrostruktur yang homogen dan padat. Kinerja optimum dicapai pada formulasi dengan penambahan binder PVA sebesar 0,3 gram, yang menghasilkan permeabilitas terendah pada kisaran 0,018–0,019 Darcy. Rendahnya nilai permeabilitas ini membuktikan bahwa komposit berbasis RHA mampu membentuk barikade yang efektif terhadap kebocoran gas, memenuhi persyaratan fungsional sebagai komponen perapat pada sistem Solid Oxide Fuel Cell.

5. Daftar Pustaka

- [1] B. C. Herrejón *et al.*, "The impact of the energy crisis on the global economy and the environment," *Energy Rep.*, vol. 9, pp. 123–135, 2023.
- [2] P. K. Ozili and E. Ozen, "Global energy crisis, finance and climate change: The case of the COVID-19 pandemic," *Int. J. Energy Econ. Policy*, vol. 13, no. 4, pp. 1–13, 2023.
- [3] B. Zakeri *et al.*, "Pandemic, war, and global energy transitions," *Energy Res. Soc. Sci.*, vol. 92, Art. no. 102775, 2022.
- [4] D. Tan, "The negative impact of fossil fuel on climate change," *Appl. Energy*, vol. 113, pp. 10–20, 2014.
- [5] V. Ramanathan and Y. Feng, "Air pollution, greenhouse gases and climate change: Global and regional perspectives," *Atmos. Environ.*, vol. 43, no. 1, pp. 37–50, 2009.
- [6] L. Smith *et al.*, "Comparative environmental profile assessments of commercial and novel material structures for solid oxide fuel cells," *Appl. Energy*, vol. 235, pp. 1300–1313, 2018.
- [7] W. Jin-Hua *et al.*, "Performance of $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_3$ cathode for solid oxide fuel cells," *J. Power Sources*, vol. 136, no. 1, pp. 34–40, 2004.
- [8] M. Singh, D. Zappa, and E. Comini, "Solid oxide fuel cell: Decade of progress, future perspectives and challenges," *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 46, no. 57, pp. 29320–29339, 2021.
- [9] E. L. Corral and R. E. Loehman, "Ultra-high-temperature ceramic coatings for oxidation protection of carbon-carbon composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 91, no. 5, pp. 1467–1470, 2008.
- [10] T.-L. Tsai, C.-C. Yang, and C.-T. Liu, "Glass-ceramic sealants for planar ITSOFCs: Effects of B_2O_3 content on the crystallization and thermal properties," *J. Power Sources*, vol. 176, no. 1, pp. 220–230, 2008.
- [11] F. Baldi, S. Moret, K. Tammi, and F. Maréchal, "The role of solid oxide fuel cells in future ship energy systems," *Energy*, vol. 194, Art. no. 116811, 2020.
- [12] Y. Su and J. Xu, "Circular economy in agriculture: Utilization of rice husk ash," *J. Clean. Prod.*, vol. 380, pp. 135–148, 2023.
- [13] K. Selvaranjan, S. Navaratnam, P. Rajeev, and N. Ravinthiran, "Rice husk ash as a sustainable source of silica in construction materials: A review," *Constr. Build. Mater.*, vol. 276, Art. no. 122106, 2021.
- [14] R. Spotorno *et al.*, "Sintering and crystallization behavior of a glass-ceramic sealant for SOFC," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 40, no. 13, pp. 4567–4575, 2020.