

**PENGARUH VARIASI *DOPING* Ni TERHADAP FASA DAN ENERGI *BAND*
GAP BAHAN POLIANION $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ BERBASIS SILIKA SEKAM PADI**

(Skripsi)

Oleh

Tirana Dewi Aswanda



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2024**

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI *DOPING* Ni TERHADAP FASA DAN ENERGI *BAND GAP* BAHAN POLIANION $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ BERBASIS SILIKA SEKAM PADI

Oleh

Tirana Dewi Aswanda

Sampel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ *doping* nikel berhasil disintesis menggunakan metode sol-gel dari prekursor NaOH, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan silika sekam padi. Sampel disinter pada suhu 500°C dengan waktu tahan selama 10 jam. Untuk mengidentifikasi struktur dan sifat listrik, sampel dikarakterisasi menggunakan XRD dan Uv-Vis. Analisis XRD menunjukkan fasa kristalin $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ mengalami peningkatan komposisi fasa, sebesar 34,04 (%wt); 39,469(%wt); 42,73(%wt); 43,74(%wt) dengan bertambahnya komposisi nikel. Selain itu, analisis XRD juga menunjukkan kemunculan fasa pengotor, seperti FeSiO_3 dan SiO_2 . Analisis Uv-Vis menunjukkan energi *band gap* mengalami penurunan sebesar 1,89 eV; 1,89 eV; 1,87 eV; 1,83 eV dengan bertambahnya komposisi nikel.

Kata kunci: Energi *band gap*, Uv-Vis, $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, silika sekam padi, struktur kristal.

ABSTRACT

THE EFFECT OF VARIATIONS OF Ni DOPING ON THE PHASE AND ENERGY BAND GAP OF POLIANION $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ MATERIALS BASED ON RICE HUSK SILICA

By:

Tirana Dewi Aswanda

$\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ sample with nickel doping was successfully synthesized using the sol-gel method from the precursors NaOH, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ and rice husk silica. The sample was sintered at a temperature of 500°C with a holding time of 10 hours. To identify the structure and electrical properties, the samples were characterized using XRD and Uv-Vis. 43.74(%wt) with increasing nickel composition. Apart from that, XRD analysis also shows the appearance of impurity phases, such as FeSiO_3 and SiO_2 . Uv-Vis analysis shows that the band gap energy has decreased by 1,89 eV; 1,89 eV; 1,87 eV; 1,83 eV with increasing nickel composition.

Keywords: Bandgap energy, Uv-Vis, $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, rice husk silica, crystal structure.

**PENGARUH VARIASI *DOPING* Ni TERHADAP FASA DAN ENERGI BAND
GAP BAHAN POLIANION $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ BERBASIS SILIKA SEKAM PADI**

Oleh

TIRANA DEWI ASWANDA

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS

Pada

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



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2024**

Judul Skripsi : Pengaruh Variasi *Doping* Ni terhadap Fasa dan Energi *Band Gap* Bahan Polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ Berbasis Silika Sekam Padi

Nama Mahasiswa : Tirana Dewi Aswanda

Nomor Pokok Mahasiswa : 1817041068

Program Studi : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



1. Komisi Pembimbing

Pembimbing I

Pembimbing II

Suprihatin, S.Si., M.Si.
NIP. 197304141997022001

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

Ketua Jurusan FMIPA

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

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua

: Suprihatin, S.Si., M.Si.



Sekretaris

: Agus Riyanyanto, S.Si., M.Sc.



Penguji

Bukan Pembimbing

: Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si.



2. Dekan Fakultas maytematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Mengetahui/Menyetujui

Dekan

Dr. Eng. Hen Satria, S.Si., M.Si.

NIP. 197110012005011002

Tanggal lulus Ujian Skripsi : 29 Februari 2024

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain dan sepengetahuan saya 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, 29 Februari 2024

Tirana Dewi Aswanda
NPM. 1817041068

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Kota Batam, Provinsi Kepulauan Riau pada 4 Agustus 2000 sebagai anak kedua pasangan Bapak Suwandi dan Ibu Umi Sangadatun Nuriyah. Penulis memulai pendidikan di Taman Kanak-Kanak Al Hidayah Nongsa Batam pada tahun 2005 kemudian melanjutkan pendidikan di SD Negeri 001 Nongsa pada tahun 2006 hingga 2012. Penulis menempuh pendidikan di sekolah menengah di SMP Negeri 8 Batam pada tahun 2012 hingga 2015. Setelah itu, melanjutkan pendidikan di SMA Negeri 15 Batam pada tahun 2015 hingga 2018.

Penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN) pada tahun 2018. Selama menjalankan pendidikan di kampus Unila, penulis juga berpartisipasi aktif dalam organisasi mahasiswa sebagai anggota bidang Dana dan Usaha Himafi tahun 2019. Penulis telah melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Tanjung Bintang pada tahun 2021. Dalam bidang kepenulisan ilmiah, penulis memiliki pengalaman menulis laporan PKL dengan judul “Karakterisasi *basalt* cetak dengan variasi perlakuan panas melalui proses peleburan dengan pendinginan lambat”. Penulis juga

melakukan pengabdian masyarakat dengan mengikuti program Kuliah Kerja Nyata (KKN) unila periode I tahun 2021 di Labuhan Ratu Raya, Kecamatan Labuhan Ratu, Bandar Lampung.

MOTTO

**“Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan, sesungguhnya
sesudah kesulitan itu ada kemudahan”
(Q.S Al-insyirah: 5-6)**

**“Tak peduli seberapa berat yang kau jalani hari ini, kau tak akan menyerah
pada mimpi itu”
(Anonim)**

“Percayalah apa yang ditakdirkan untukmu tidak akan melewatkanmu”

PERSEMBAHAN

Bismillahirrohmaanirrohiim..

Dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWT, kupersembahkan karya ini kepada:

Ayahanda Suwandi dan Ibunda Umi Sangadatun Nuriyah

Terimakasih atas semua kasih sayang, doa tulus, dukungan, perjuangan dan pengorbanan selama ini. Terimakasih telah menjadi orang tua terbaik di dunia.
Aalhamdulillah sudah mendidik hingga mampu mencapai gelar sarjana.

Bapak-Ibu Dosen

Terimakasih atas segala ilmu pengetahuan yang telah di berikan, semoga dapat bermanfaat dan menjadi ladang pahala yang selalu mengalir untuk Bapak dan Ibu.

Kakak-kakakku tersayang, Yulianah dan Ahmad Novariyadi Nur Cahyo

Terimakasih telah memberikan banyak keceriaan dan teman bagi penulis.

Rekan-rekan seperjuangan Fisika FMIPA Unila 2018

Almamater tercinta

Universitas Lampung

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis haturkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberi hikmat, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi *Doping* Ni Terhadap Fasa dan Energi *Band Gap* Bahan Polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ Berbasis Silika Sekam Padi”** yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada bidang Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa dalam penyajian skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak demi perbaikan dan penyempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi rujukan untuk penelitian selanjutnya agar lebih sempurna dan dapat memperkaya ilmu pengetahuan.

Bandar Lampung, 25 Februari 2024

Tirana Dewi Aswanda

SANWACANA

Puji syukur atas karunia Allah SWT, karena atas berkat karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul “Pengaruh Variasi *Doping* Ni terhadap Fasa dan Energi *Band Gap* pada Bahan Polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ Berbasis Silika Sekam Padi” 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. Ibu Suprihatin, S.Si., M.Si. selaku Pembimbing Utama yang telah memberikan bimbingan, saran dan nasihat dalam penelitian dan penulisan skripsi ini.
2. Bapak Agus Riyanto S.Si., M.Si. selaku Pembimbing Kedua yang telah memberikan bimbingan dan bantuan dalam penyelesaian skripsi.
3. Kedua orang tuaku Bapak Suwandi dan Ibu Umi Sangadatun Nuriyah serta abang yang selalu memberi cinta kasih, dukungan dan doa untuk penulis.
4. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T. selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Unila dan Pembimbing Akademik.

5. Ibu Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si. selaku Sekretaris Jurusan Fisika FMIPA Unila dan Pembahas telah memberi saran serta pemahaman baru dalam penulisan skripsi.
6. Sahabat terbaik Nindya Fajrina Febriani, Novia Rahmadiana Putri dan Siti Rahmadiarti yang telah meluangkan banyak waktunya untuk memberikan dukungan, pendengar yang baik, dan bantuan dalam penyelesaian skripsi. Semoga Allah SWT membalas dengan hal yang lebih baik.
7. Serta teman-teman seperjuangan 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 menyelesaikan skripsi ini. Aamiin.

Bandar Lampung, 25 Februari 2024

Tirana Dewi Aswanda

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
HALAMAN PENGESAHAN	v
PERNYATAAN.....	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
MOTO	ix
PERSEMBAHAN.....	x
KATA PENGANTAR.....	xi
SANWACANA	xii
DAFTAR ISI.....	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xvii
DAFTAR TABEL	xix
I. PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1

1.2. Rumusan Masalah	4
1.3. Tujuan Penelitian	4
1.4. Batasan Masalah	4
1.5. Manfaat Masalah.....	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Bahan Polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ <i>Doping</i> Ni	6
2.2. Silika dari Sekam Padi	9
2.3. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	11
2.4. Energi <i>Band Gap</i>	15
III. METODELOGI PENELITIAN	
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	17
3.2. Alat dan Bahan.....	17
3.3. Prosedur Penelitian	19
3.3.1. Ekstraksi Silika Sekam Padi	19
3.3.2. Sintesis $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$	20
3.3.3. <i>Sintering</i>	22
3.3.4. Karakterisasi	22
3.3.4.1. Analisis Fasa	22
3.3.4.2. Analisis Energi <i>Band Gap</i>	23
3.4. Diagram Alir Penelitian	23
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1. Pengaruh Variasi <i>Doping</i> Ni Terhadap Fasa dan Energi <i>Band Gap</i>	
$\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$	26

i. Pengaruh Variasi <i>Doping</i> Ni Terhadap Fasa	26
ii. Pengaruh Variasi <i>Doping</i> Ni Terhadap Energi <i>Band Gap</i>	33

V. KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan	36
5.2. Saran.....	36

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Struktur molekul $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$	6
Gambar 2.2. Polimorf struktur kristal $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ (a) Pn (2 f.u) (b) Pn (4 f.u) (c) Pbn2 ₁ (d) Pna2 ₁ (e) P2 ₁ /c (f) C222 ₁	7
Gambar 2.3. Polimorf struktur kristal $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ doping nikel	9
Gambar 2.4. Difraksi sinar-X	11
Gambar 2.5. Tampilan umum QualX	13
Gambar 2.6. Tampilan POW_COD.....	13
Gambar 2.7. Prinsip spektroskopi pemantulan.....	15
Gambar 3.1. Diagram alir ekstraksi silika dari sekam padi.....	24
Gambar 3.2. Diagram alir sintesis $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$	25
Gambar 4.1. Difraktogram sampel $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ (a) $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{SiO}_4$, (b) $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,97}\text{Ni}_{0,03}\text{SiO}_4$, (c) $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,96}\text{Ni}_{0,04}\text{SiO}_4$ dan (d) $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,95}\text{Ni}_{0,05}\text{SiO}_4$	27
Gambar 4.2. Hasil <i>refinement</i> data XRD $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{SiO}_4$	30
Gambar 4.3. Hasil <i>refinement</i> data XRD $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,97}\text{Ni}_{0,03}\text{SiO}_4$	30
Gambar 4.4. Hasil <i>refinement</i> data XRD $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,96}\text{Ni}_{0,04}\text{SiO}_4$	31

Gambar 4.5. Hasil <i>refinement</i> data XRD $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,95}\text{Ni}_{0,05}\text{SiO}_4$	31
Gambar 4.6. Plot Tauc analisis energi <i>band gap</i> $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{SiO}_4$	33
Gambar 4.7. Plot Tauc analisis energi <i>band gap</i> $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,97}\text{Ni}_{0,03}\text{SiO}_4$	33
Gambar 4.8. Plot Tauc analisis energi <i>band gap</i> $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,96}\text{Ni}_{0,04}\text{SiO}_4$	34
Gambar 4.9. Plot Tauc analisis energi <i>band gap</i> $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,95}\text{Ni}_{0,05}\text{SiO}_4$	34

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 3.1. Bahan-bahan penelitian	18
Tabel 3.2. Alat-alat preparasi	18
Tabel 3.3. Alat-alat karakterisasi.....	19
Tabel 4.1. Presentase parameter kesesuaian <i>refinement</i> data XRD	
$\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$	28
Tabel 4.2. Presentase fasa dalam persen berat (%wt)	28
Tabel 4.3. Parameter sel $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$	32
Tabel 4.4. Parameter sel FeSiO_3	32
Tabel 4.5. Parameter sel SiO_2	32
Tabel 4.6. Energi <i>band gap</i> pada sampel $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$	35

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Baterai merupakan alat untuk menyimpan energi yang terdiri dari satu atau lebih sel elektrokimia yang dapat mengubah energi kimia menjadi energi listrik. Setiap baterai memiliki komponen yang terdiri dari kutub positif (*katode*) dan kutub negatif (*anode*) serta elektrolit yang berfungsi sebagai penghantar. Diantara komponen baterai tersebut yang paling dominan memberikan kontribusi pada performa baterai adalah katoda (Park *et al.*, 2014). Saat ini, bahan polianion X_2MSiO_4 ($X = Li, Na$ dan $M = Fe, Co, Mn$) banyak diteliti untuk dikembangkan sebagai material katode karena memiliki beberapa keunggulan, diantaranya stabilitas termal dan kimiawi yang sangat baik, tidak beracun, mampu menyimpan energi dengan kerapatan tinggi, serta memiliki siklus pengisian dan pengosongan (*charge/discharge*) yang sangat panjang (Zhang *et al.*, 2015; Park *et al.*, 2017). Salah satu contoh katode berbasis polianion adalah Li_2FeSiO_4 (Gong *et al.*, 2008).

Li_2FeSiO_4 termasuk dalam bahan litium polianion Li_2MSiO_4 ortosilikat ($M = Fe, Mn, Co, Ni$) yang memiliki sistem kristal ortorombik, memiliki bentuk struktur tetrahedral dengan empat atom oksigen (Nytén *et al.*, 2006; Li, Gong and Yang, 2007; Wu *et al.*, 2007; He, Popov and Nazar, 2013), dan memiliki kapasitas teori hingga 330 mAhg^{-1}

(Nyten *et al.*, 2005; Larsson *et al.*, 2006). Namun, kelangkaan sumber daya litium di seluruh dunia mempengaruhi produksi baterai ion-litium dalam skala besar, dengan ketersediaan litium pada alam yang sangat terbatas menyebabkan penerapan litium di teknologi masa depan terbatas (Anonim, 2022). Oleh karena itu, diperlukan bahan alternatif yang mampu menggantikannya. Saat ini, bahan yang sedang dikembangkan sebagai pengganti litium adalah sodium, karena memiliki ketersediaan yang sangat melimpah (Durai *et al.*, 2017; Eftekhari and Kim, 2018; Liang *et al.*, 2018).

Bahan berbasis natrium memiliki sifat kimia seperti radius ionik dan potensial redoks yang serupa dengan litium (Yabuuchi *et al.*, 2014; Hwang, Myung and Sun, 2017; Nayak *et al.*, 2018). Berdasarkan hal tersebut, litium pada $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$ dapat digantikan dengan sodium menjadi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Bahan natrium pada $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memungkinkan terjadinya pertukaran dua elektron tiap satuan formula (Bianchini *et al.*, 2017). Selain itu, bahan berbasis natrium memiliki kapasitas secara teori hingga 278 mAhg^{-1} (Ye *et al.*, 2016; Guo *et al.*, 2017). Bahan polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki konduktivitas listrik dan ionik lebih tinggi dibandingkan $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$ (Zhu *et al.*, 2018), namun bahan ini belum dapat memberikan energi *band gap* yang lebih rendah.

Penambahan *dopant* kation telah diverifikasi sebagai cara yang sangat efektif untuk meningkatkan konduktivitas listrik, koefisien difusi ion, dan stabilitas struktur kristal. Diantara berbagai *dopant* kation, *doping* nikel memiliki efek penting pada peningkatan debit kapasitas, mencegah kapasitas ireversibel memudar serta

meningkatkan kinetika *katode*, dan penambahan *doping* biasanya sering digunakan pada lithium berbasis silikat. Sebagai contoh, Jaen *et al.* 2015 mengeksplorasi dampak *doping* Ni pada fasa, melaporkan bahwa jumlah Ni (tidak melebihi 10% mol) memiliki sedikit efek terhadap polimorf dan fitur paramagnetik dari $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$.

Berdasarkan penelitian Amalia (2019) dan Bai *et al.* (2020), sintesis $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ *doping* Ni menggunakan metode sol-gel dengan CH_3COONa (AR, 99%, Aladdin), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (AR, 98,5%, Aladdin), $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (AR, 99%, Aladdin) dan tetraetil ortosilikat (TEOS, 99%, Aladdin), masing-masing sebagai sumber natrium, besi, nikel, dan silikanya. Namun bahan-bahan tersebut relatif mahal harganya. Hal ini dapat diupayakan dengan mengganti silika sintesis dengan silika organik, misalnya sekam padi. Amalia (2019) telah berhasil memanfaatkan sekam padi sebagai sumber silika $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$. Menurut Bianchini *et al.* (2017), penambahan *doping* Ni pada $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dapat membantu meningkatkan konduktivitas ion-elektron, meningkatkan dataran tinggi tegangan sodiasi dan menurunkan penghalang migrasi kekosongan Na. Menurut penelitian Bai *et al.* (2020), $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ dengan *doping* Ni 3% menghasilkan energi *band gap* yang cukup rendah yaitu 1,79 eV. Rendahnya energi *band gap* $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ akan berkurang ketika *doping* Ni dioptimalkan untuk Fe.

Berdasarkan penjelasan di atas, maka dilakukan penelitian mensintesis $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ indeks $x = 0,02; 0,03; 0,04; 0,05$ dengan memanfaatkan sekam padi sebagai

sumber silika pada suhu *sintering* 500 °C. Penelitian ini juga mengkaji struktur fasa dan energi *band gap*.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana pengaruh komposisi nikel terhadap fasa dan energi *band gap* $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ dengan indeks $x = 0,02; 0,03; 0,04$ dan $0,05$?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh komposisi nikel terhadap struktur fasa dan energi *band gap* $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ dengan indeks $x = 0,02; 0,03; 0,04$ dan $0,05$.

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Silika yang digunakan adalah silika organik dari sekam padi;
2. Sampel $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ di *sintering* pada suhu 500 °C;
3. Sampel $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ menggunakan *doping* nikel dengan indeks $x = 0,02; 0,03; 0,04; 0,05$;
4. Karakterisasi yang dilakukan meliputi XRD dan Uv-Vis.

1.5. Manfaat Penelitian

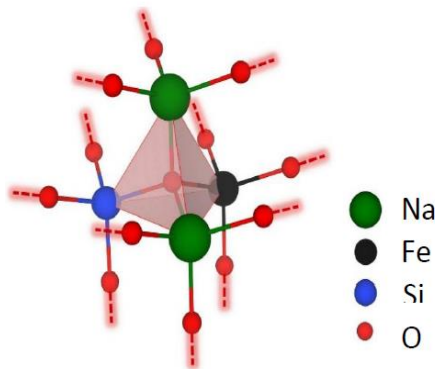
Manfaat yang didapat dari penelitian ini adalah:

1. Memberi informasi mengenai pengaruh komposisi nikel terhadap sifat listrik bahan $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ dengan indeks $x = 0,02; 0,03; 0,04; \text{ dan } 0,05$ yang meliputi struktur fasa dan energi *band gap*;
2. Sebagai rujukan dasar pengembangan ketode baterai Na-ion;
3. Sebagai referensi ilmiah di Jurusan Fisika, khususnya bidang material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

II. TINJAUAN PUSTAKA

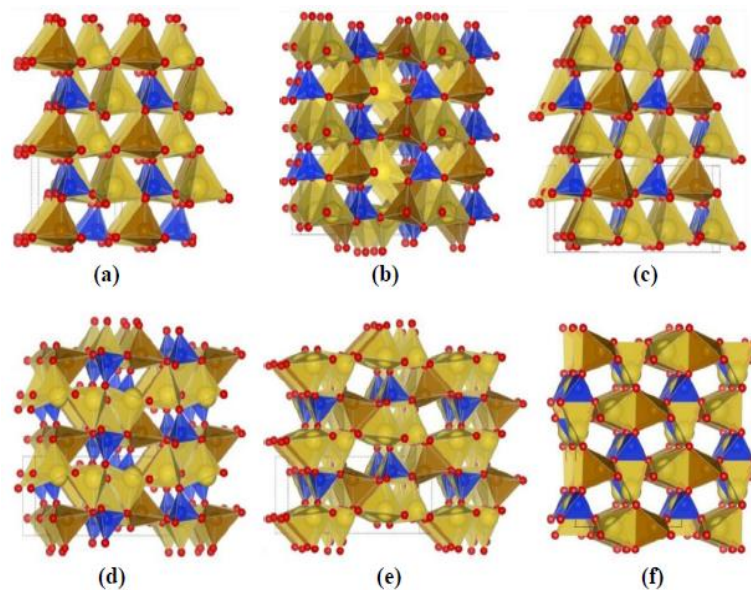
2.1. Bahan Polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ dan $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ *doping* Ni

Polianion merupakan senyawa yang dapat menghasilkan lebih dari satu ion bermuatan negatif. $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ termasuk dalam bahan polianion jenis Na_2MSiO_4 ($\text{M} = \text{Fe, Mn, Co, Ni}$) (Guo *et al.*, 2017). Struktur $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ sangat stabil karena tersusun dari molekul-molekul yang berikatan membentuk struktur tetrahedra seperti pada Gambar 2.1 dan bersifat sangat kaku (*stiff*) (Bianchini *et al.*, 2017; Ali *et al.*, 2018). Menurut beberapa peneliti, hasil komputasi $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki bentuk struktur kristal polimorfik (Zhao *et al.*, 2015; Wu *et al.*, 2016) seperti monoklinik, ortorombik (Guo *et al.*, 2017), dan kubus (Li *et al.*, 2016; Wu *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; Li *et al.*, 2016).



Gambar 2.1. Struktur molekul $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ (Zhao *et al.*, 2015).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Kee *et al.* (2016), $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki struktur menyerupai senyawa prototipe $\text{Na}_2\text{ZnSiO}_4$ dengan grup ruang kristal P_1n_1 dan sesuai dengan struktur monoklinik Pn pada $\text{Na}_2\text{MnSiO}_4$ (Chen *et al.*, 2014). Penelitian Kaliyappan dan Chen (2018) menunjukkan hasil struktur kristal yang sama. Struktur monoklinik Pn dapat terbentuk pada suhu antara 800 °C hingga 900 °C (Treacher *et al.*, 2016). Penelitian lain yang dilakukan oleh Guan *et al.* (2017) memperoleh hasil bahwa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki struktur triklinik setelah diberi perlakuan termal pada suhu 600 °C selama 8 jam.

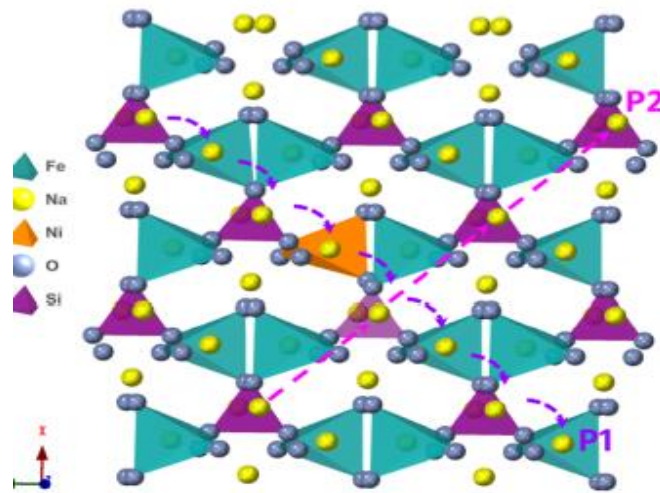


Gambar 2.2. Polimorf struktur kristal $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ **(a)** Pn (2 f.u) **(b)** Pn (4 f.u) **(c)** $Pbn2_1$ **(d)** $Pna2_1$ **(e)** $P2_1/c$ **(f)** $C222_1$ (Yu *et al.*, 2018)

Hasil studi komputasi oleh Yu *et al.* (2018) menunjukkan bahwa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ memiliki 6 polimorf 3 dimensi seperti pada Gambar 2.2 dengan Na berwarna kuning, Fe berwarna coklat, Si berwarna biru, dan O berwarna merah. Polimorf-polimorf

tersebut adalah Pn (2 f.u), Pn (4 f.u), $Pbn2_1$, $Pna2_1$, $P2_1/c$, dan $C222_1$ dengan Pn (2 f.u), $Pna2_1$, dan $P2_1/c$ merupakan struktur yang paling stabil. Selain memiliki struktur yang stabil, Bianchini *et al.* (2017) memperkirakan bahwa Na_2FeSiO_4 memiliki energi *band gap* cukup rendah dan dikategorikan sebagai semikonduktor. Bianchini *et al.* (2017) juga memperkirakan bahwa salah satu parameter yang mempengaruhi energi *band gap* ini adalah polimorf grup kekisinya. Hal ini ditunjukkan dengan adanya perbedaan nilai energi *band gap* pada tiap-tiap grup kekisi Na_2FeSiO_4 . Sebagai contoh polimorf $Pna2_1$ memiliki energi *band gap* 1,42 eV, $P2_1/c$ memiliki energi *band gap* 2,51 eV, dan $C222_1$ memiliki energi *band gap* 2,47 eV.

Akhir-akhir ini *doping* Ni juga digunakan dalam bahan polianion Na_2FeSiO_4 . Menurut Bianchini *et al.* (2017) menyimpulkan bahwa penambahan *doping* Ni pada Na_2FeSiO_4 dapat membantu meningkatkan konduktivitas ion-elektron, meningkatkan dataran tinggi tegangan sodiasi dan menurunkan penghalang migrasi kekosongan Na. Pada tahun (2020) Bai *et al.* mensintesis Na_2FeSiO_4 *doping* nikel menggunakan metode sol-gel dengan CH_3COONa , $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$, tetraetil ortosilikat dan $Ni(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ masing-masing digunakan sebagai sumber natrium, besi, silikon dan nikel dengan suhu *sintering* 400 °C dan 600 °C. Berdasarkan hasil penelitian tersebut, Sampel NFNS/C-0.03 dengan *doping* Ni 3% menghasilkan energi *band gap* yang cukup rendah yaitu 1,79 eV, sehingga dapat disimpulkan bahwa rendahnya energi *band gap* Na_2FeSiO_4 akan berkurang dengan cepat ketika *doping* Ni dioptimalkan untuk Fe. Hasil studi komputasi oleh Bai *et al.* (2020) menunjukkan bahwa Na_2FeSiO_4 *doping* nikel memiliki polimorf $C222_1$ seperti Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Polimorf struktur kristal $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ *doping* nikel (Bai *et al.*, 2020).

2.2. Silika dari Sekam Padi

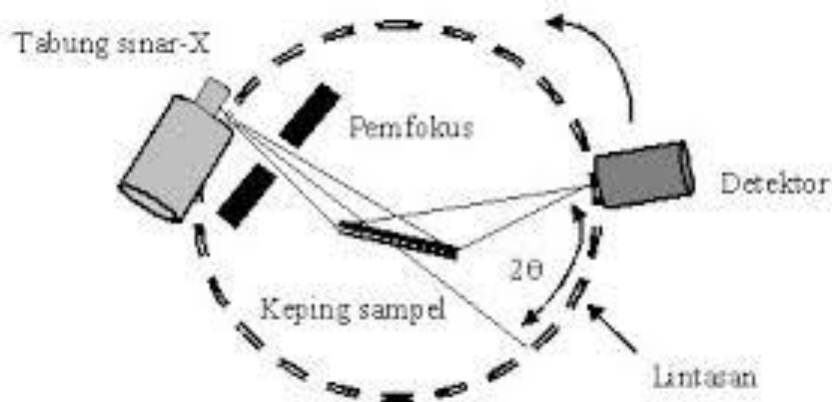
Sekam padi merupakan kulit padi yang telah dipisahkan dari bulir beras melalui proses penggilingan (Bakar *et al.*, 2016; Singh, 2018). Sekam padi mengandung selulosa, hemiselulosa, lignin, dan silika. Persentase unsur silika yang terkandung dalam sekam padi berkisar antara 15% hingga 22% (Ismail and Waliuddin, 1996; Shen, 2017; Singh, 2018). Silika hasil perolehan dari sekam padi ini memiliki beberapa kelebihan, silika sekam padi memiliki struktur amorf (Trisnawati, 2008; Andreas, Kristianto and Kurniawan, 2016; Bakar, Yahya and Gan, 2016; Shen, 2017; Rivas *et al.*, 2018) dan lebih reaktif (Soepardi *et al.*, 1982). 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% (Trisnawati, 2008; Saceda *et al.*, 2011; Bakar, Yahya and Gan, 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 (Fadhlulloh *et al.*, 2014; Athinarayanan *et al.*, 2015).

Metode yang digunakan untuk memperoleh silika dari sekam padi dapat dilakukan dengan menggunakan metode alkalis (Kalapathy *et al.*, 2001). Metode ini didasarkan pada sifat kelarutan silika dalam larutan alkali dan pengendapan silika terlarut dalam asam (Sembiring *et al.*, 2018). Derajat keasaman (pH) merupakan faktor penting yang perlu diperhatikan dalam metode ini. Hal ini disebabkan silika dapat larut dengan baik dalam larutan alkali dengan $\text{pH} > 10$ (Kalapathy, Proctor and Shultz, 2001; Crundwell, 2014) dan mengendap secara optimum pada pH 7 (Handayani *et al.*, 2014). Wibowo dkk (2018) dan Suka dkk (2008) melakukan penelitian mengenai ekstraksi silika dari sekam padi menggunakan metode alkalis dengan variasi konsentrasi pelarut KOH dan konsentrasi HCl 1 M. Berdasarkan kedua penelitian tersebut, hasil silika tertinggi diperoleh pada konsentrasi KOH 5%. Sembiring dan Karo Karo (2007) melakukan ekstraksi menggunakan pelarut KOH 5% dengan perbandingan pelarut dan sekam padi sebesar 1:10. Larutan asam yang digunakan adalah HCl dengan konsentrasi 10%. Silika hasil ekstraksi kemudian *disintering* dengan suhu bervariasi. Penelitian lain dilakukan oleh Pandiangan dan Simanjuntak (2010) dengan variasi konsentrasi pelarut KOH dan larutan HCl 10%. Penelitian ini memperoleh hasil bahwa kondisi optimum untuk ekstraksi silika dari sekam padi adalah menggunakan larutan KOH 1,5%.

2.3. X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) adalah sebuah alat yang digunakan untuk memeriksa struktur kristal dari bahan atau zat yang halus, dengan metode analisis data untuk mengetahui jenis dan sifat mineral tertentu agar terlihat pola difraksi mineral yang dihasilkan (Oktamuliani *et al.*, 2015). Analisis XRD adalah contoh yang digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan suatu senyawa dengan mengamati pola pembiasan cahaya sebagai akibat dari berkas cahaya yang dibiaskan oleh material yang memiliki susunan atom pada kisi kristalnya (Setiabudi, 2012). Skema difraksi sinar-X ditampilkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Difraksi sinar-X.

Berdasarkan Gambar 2.4 menunjukkan skema sinar-X yang menembak kepingan sampel padatan, kemudian mendifraksikan sinar_X ke segala arah dengan berdasarkan Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sinar yang sefase akan saling menguatkan dan yang tidak sefase akan saling meniadakan atau

melemahkan. Berkas sinar sefase tersebut yang menghasilkan puncak difraksi. Puncak-puncak difraksi sinar-X akan membentuk sudut θ_{hkl} pada arah tertentu dan memuat informasi dimensi kristal suatu bahan. Intensitas puncak-puncak tersebut ditentukan oleh sebaran atom dalam struktur kristalnya (Bunaciu *et al.*, 2015). Basis analisis struktur kristal menggunakan difraksi sinar-X adalah Hukum Bragg yang dituliskan secara matematis pada Persamaan (2.1).

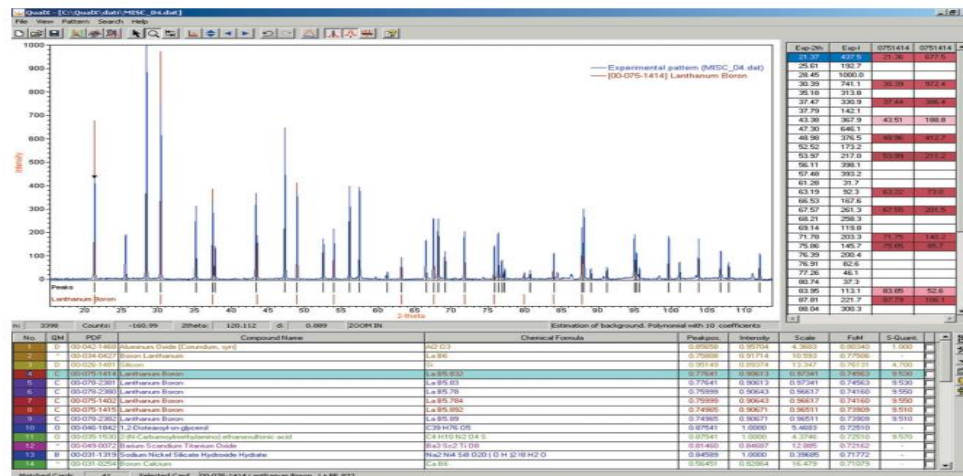
$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (2.1)$$

dengan λ adalah panjang gelombang radiasi (m), d adalah jarak antar bidang atomik (m), θ adalah sudut hamburan (Kvick, 2017), dan n adalah bilangan bulat = 1, 2, 3, dan seterusnya sampai n (Beiser, 2003).

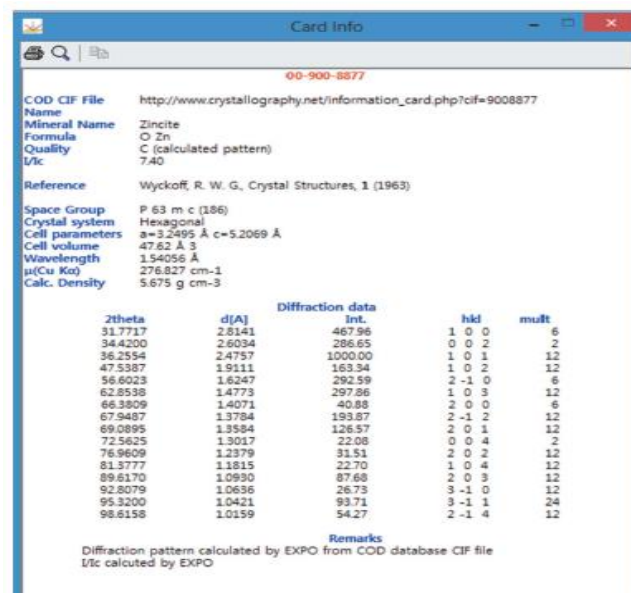
Identifikasi hasil analisis XRD dapat dilakukan menggunakan perangkat lunak QualX. QualX merupakan perangkat lunak komputer yang digunakan untuk identifikasi fasa secara kualitatif dan dapat diunduh secara gratis pada <http://www.ic.cnr.it> (Altomare *et al.*, 2008). QualX dapat dioperasikan pada sistem operasi windows. Selain itu, perangkat lunak ini dinilai mudah digunakan karena tampilannya yang sederhana.

Identifikasi data eksperimental pada QualX berbasis pada pencocokan data difraksi dengan data pada POW_COD. POW_COD merupakan database yang terdiri dari kumpulan informasi pada Powder Diffraction Data (PDF) atau Crystallography Open Database (COD). Informasi ini mencakup rumus kimia, grup ruang, sistem kristal,

parameter sel, dan panjang gelombang difraksi. Dari hasil pencocokan dengan database tersebut, dapat ditentukan rentang data eksperimental beserta puncak-puncaknya, bentuk struktur, serta parameter selnya (Altomare *et al.*, 2015). Tampilan umum QualX ditunjukkan pada Gambar 2.5 dan tampilan data POW_COD ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.5. Tampilan umum QualX (Altomare *et al.*, 2008).



Gambar 2.6. Tampilan POW_COD (Altomare *et al.*, 2015).

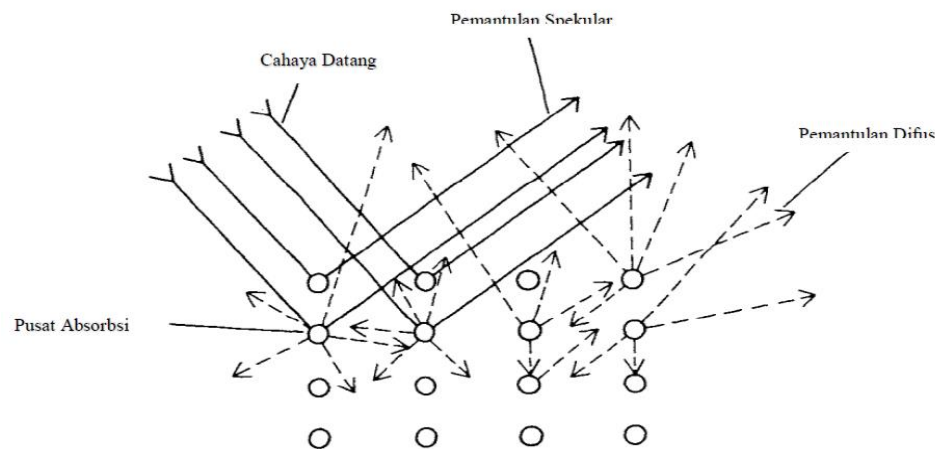
Secara umum hasil pengukuran data kuantitatif XRD adalah dalam bentuk spektrum yang mengandung informasi mengenai struktur melalui ukuran partikel, simetri atom, bentuk kristal atau amorph, orientasi bahan seperti tegangan, vibrasi thermal, dan cacat kristal (Sembiring *and* Simanjuntak, 2015). Semua informasi tersebut tercakup dalam posisi, tinggi, bentuk, dan lebar puncak difraksi (Louër *and* Mittemeijer, 2001). Untuk mengetahui informasi tersebut diperlukan analisis lebih lanjut dengan menggunakan metode *rietveld*. Metode *rietveld* adalah analisis secara detail mengenai struktur dan komposisi sampel prokristalin secara objektif dengan meminimalkan selisih antara data intensitas perhitungan dengan data intensitas pengamatan melalui pola difraksi (Hunter *and* Howard, 1997; Kisi, 1994). Rietica digunakan untuk *refinement* struktur menggunakan metode *Rietveld*. Untuk memperoleh kesesuaian antara data pengamatan dan perhitungan, parameter yang di *refine* pada rietica adalah *background*, parameter sel, faktor skala, grup ruang, dan *preferred oriented* dari masing-masing atom.

Dalam proses penghalusan ditentukan oleh indeks GoF (*Goodness of Fitting*) atau χ . Indeks tersebut dipengaruhi oleh besarnya nilai kecocokan indeks R pada R_p , R_{wp} dan R_{exp} . R_p merupakan kecocokan profil indeks R . R_{wp} merupakan indeks kecocokan bobot dari R , dan R_{exp} merupakan nilai indeks R yang diharapkan dalam penococokan. Dalam proses penghalusan tersebut *refinement* dapat diterima jika nilai $\chi < 4$ (Young, 1993; Kisi, 1994).

2.4. Energi *Band Gap*

Energi *band gap* merupakan rentang energi antara pita valensi dan pita konduksi dalam bahan semikonduktor atau isolator yang terdiri dari dua bahan semikonduktor yaitu *direct band gap* dan *indirect band gap*. *Direct band gap* merupakan transisi celah pita yang berlangsung pada saat energi berubah tetapi momentumnya kekal, hal ini terbentuk pada saat titik energi terendah dari pita konduksi dan titik energi tertinggi dari pita valensi yang memiliki nilai yang sama pada ruang k . Sedangkan *indirect band gap* merupakan transisi celah pita dimana energi dan momentumnya tidak berubah dan terbentuk antara titik energi terendah pita konduksi dan titik energi tertinggi pita valensi yang memiliki nilai berbeda pada ruang k .

Energi *band gap* dapat dihitung dari spektra reflektansi *Ultraviolet Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy* (Uv-Vis DRS). Teknik karakterisasi dengan Uv-Vis DRS mendeskripsikan perilaku elektronik dan memberikan informasi transisi orbital elektron dalam struktur suatu bahan dan diilustrasikan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Prinsip spektroskopi pemantulan (Danielson, 1996).

Dua jenis pemantulan, yaitu pemantulan spekular (pemantulan teratur) dan pemantulan difus (pemantulan baur) akan terjadi ketika radiasi elektromagnetik diarahkan pada permukaan bahan serbuk padatan. Ketika cahaya mengenai suatu permukaan akan terjadi pemantulan cahaya atau refleksi. Untuk permukaan yang halus, sinar cahaya yang dipantulkan bergerak ke arah yang sama. Ini disebut pemantulan spekular (pemantulan teratur). Untuk permukaan yang kasar, sinar cahaya yang dipantulkan menyebar ke segala arah. Ini disebut pemantulan difusi (pemantulan baur). Pemantulan spekular terjadi di permukaan bahan sedangkan pemantulan difus terjadi akibat interaksi cahaya dengan berbagai faktor kimia dan fisik suatu bahan meliputi absorpsi, transmisi, dan penghamburan. Jumlah pemantulan difus dalam suatu bahan ini memuat fungsi hamburan yang kemudian digunakan dalam pengukuran (Abdullahi *et al.*, 2016).

Nilai energi *band gap* dapat diperoleh dengan mengolah data reflektansi menggunakan teorema Kubelka-Munk pada Persamaan (2.2) dan persamaan Tauc pada Persamaan (2.3).

$$F(R_{\infty}) = \frac{K}{S} = \frac{(1-R_{\infty})^2}{2R_{\infty}} \quad (2.2)$$

$$[F(R_{\infty})hv]^2 = A(hv - E_g) \quad (2.3)$$

dengan $F(R_{\infty})$ merupakan fungsi Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorpsi (m^2/kg), S adalah koefisien hamburan (m^2/kg), R_{∞} adalah pemantulan difusi, h adalah konstanta Planck ($6,6 \times 10^{-34} \text{ m}^2 \text{ kg/s}$), A adalah konstanta proporsionalitas (*Joule*), v adalah frekuensi (Hz), dan E adalah energi *band gap* (eV) (Abdullahi *et al.*, 2016).

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada Desember 2022 – Februari 2023 di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Pengujian fasa dilakukan di Greenlabs (Glabs) Bandung dan pengujian nilai reflektansi Uv-Vis di Laboratorium Universitas Negeri Padang.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 3.1. Alat-alat preparasi yang digunakan ditunjukkan pada Tabel 3.2 dan Tabel 3.3 menunjukkan alat-alat karakterisasi.

Tabel 3.1 Bahan-bahan penelitian

No	Nama Bahan	Fungsi
1	Sekam padi	Sumber silika
2	Akuades	Melarutkan <i>precursor</i>
3	HNO ₃ 68% (<i>Rp Chemical Product</i>)	Mengubah pH agar <i>sol</i> silika berubah menjadi silika <i>gel</i>
4	NaOH 90% (<i>Rp Chemical Product</i>)	Sumber Na dan pelarut serbuk silika
5	Fe(NO ₃).9H ₂ O 99% (<i>Merck</i>)	Sumber Fe
6.	Asam Sitrat Monohidrat 100% (<i>Merck</i>)	Agen perekat <i>precursor</i>
7.	Ni(CH ₃ COO) ₂ ·4H ₂ O (AR, 99%, Aladdin)	Sumber Ni

Tabel 3.2 Alat-alat preparasi

No	Nama Alat	Fungsi
1	<i>Beaker glass</i>	Menampung larutan
2	Spatula	Pengaduk larutan
3	Gelas ukur	Mengukur volume larutan
4	Labu ukur	Mengencerkan larutan
5	Labu refluks	Tempat larutan prekursor yang akan di refluks
6	Labu erlenmeyer	Menampung <i>sol</i> silika
7	Kondensor refluks	Tempat air mengalir sebagai pendingin gas yang menguap
8	Kompor listrik	Memanaskan larutan
9	Termometer	Mengukur suhu larutan
10	<i>Hotplate magnetic stirrer</i>	Mengaduk larutan agar homogen dan memanaskan larutan
11	<i>Oven</i>	Mengeringkan <i>gel</i>
12	<i>Neraca analitic</i>	Menimbang massa bahan
13	Ayakan 200 <i>mesh</i>	Menyaring serbuk silika

14	Mortar	Menghaluskan serbuk
15	<i>Pestle</i>	Menggerus sampel padatan menjadi serbuk
16	Plastik <i>wrap</i>	Menutup sampel
17	<i>Alumunium foil</i>	Tempat <i>gel</i> yang akan dikeringkan di <i>oven</i>
18	Kertas saring	Menyaring <i>sol</i> silika dan <i>gel</i> silika
19	Kertas pH	Mengukur pH larutan
20	Corong	Alat bantu untuk memindahkan larutan
21	Plastik <i>zipper</i>	Menyimpan serbuk

Tabel 3.3 Alat-alat karakterisasi

No	Nama Alat	Fungsi
1	XRD (X ^o Pert Powder PW 30/40)	Analisis struktur kristal
2	Uv-Vis (DRS Shimidzu UV-2450)	Analisis energi <i>band gap</i>

3.3. Prosedur Penelitian

Prosedur yang dilakukan pada penelitian ini yaitu preparasi sekam padi, ekstraksi silika dari sekam padi, sintesis $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$, *sintering* dan karakterisasi.

3.3.1 Ekstraksi Silika Sekam Padi

Prosedur ekstrasi silika sekam padi pada penelitian inia adalah sebagai berikut :

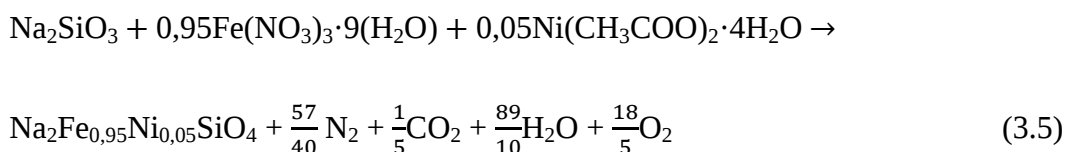
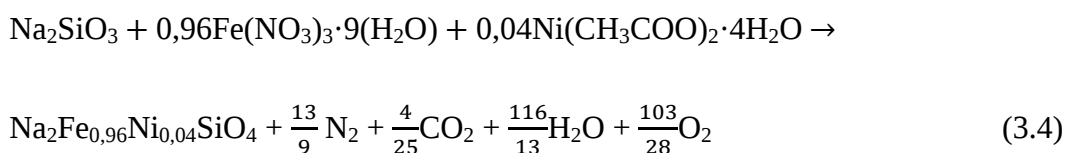
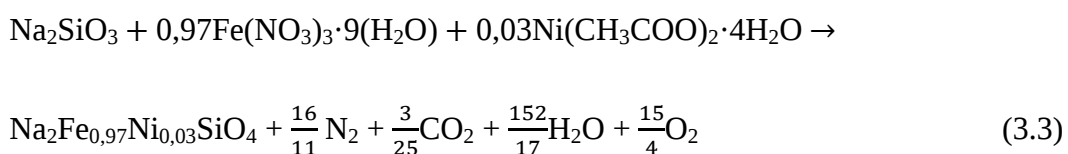
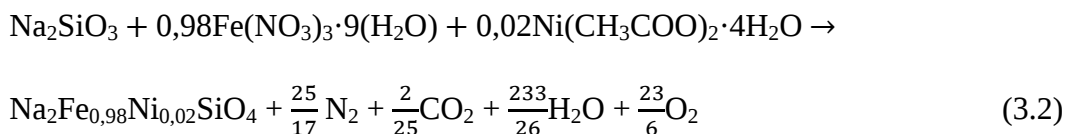
1. Mula-mula sekam padi dibersihkan dari kotoran.
2. Sekam padi yang sudah dihilangkan dari kotoran kemudian dicuci hingga bersih dan direndam selama 1 jam.
3. Sekam padi yang mengapung dibuang dan diambil yang tenggelam saja. Sekam padi yang tenggelam tersebut kemudian direndam kembali menggunakan air panas selama 6 jam.

4. Sekam padi ditiriskan dan dijemur hingga kering. Serbuk silika yang diperoleh dari sekam padi menggunakan metode alkalis mengacu pada metode yang telah dilakukan oleh Sembiring dan Karo Karo (2007), Suka *et al.* (2004), dan Amalia (2019).
5. Sebanyak 50 g sekam padi ditambahkan ke dalam 500 ml larutan NaOH 5% dan dipanaskan selama 30 menit hingga terbentuk *sol* silika berwarna coklat pekat.
6. *Sol* silika diletakkan di gelas *beaker* dalam keadaan tertutup rapat selama 24 jam, kemudian disaring menggunakan 200 *mesh* untuk memisahkan *sol* silika dengan residu sekam padi.
7. *Sol* silika ditambah dengan 10% larutan HNO₃ secara perlahan sambil diaduk hingga terbentuk *gel* dengan pH 7.
8. Silika *gel* diletakkan kembali di gelas *beaker* dalam keadaan tertutup rapat selama 24 jam sebelum dicuci menggunakan akuades.
9. Silika *gel* yang telah dicuci hingga bersih dikeringkan menggunakan oven pada suhu 110 °C sampai terbentuk padatan.
10. Silika padatan digerus agar menjadi serbuk menggunakan *mortar* dan *pestle*. Serbuk yang telah dihaluskan selanjutnya diayak menggunakan ayakan 200 *mesh*.

3.3.2 Sintesis Na₂Fe_{1-x}Ni_xSiO₄

Sintesis Na₂Fe_{1-x}Ni_xSiO₄ dilakukan menggunakan metode *sol-gel* mengacu pada metode yang telah dilakukan oleh Bai *et al* (2020). Sampel dibuat dari NaOH 99% (*Rp Chemical Product*), Fe(NO₃)₃·9H₂O 99% (*Merck*), SiO₂ dari sekam padi,

$\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 100% (*Merck*) dengan perbandingan mol 2:(1-x):x:1 (x = 0,02; 0,03; 0,04; dan 0,05) sesuai dengan reaksi kimia pada Persamaan (3.1)-(3.5).



Proses sintesis $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ pada penelitian ini dilakukan sebagai berikut:

1. NaOH 90%, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 99%, $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 100% masing-masing dilarutkan dalam akuades.
2. Larutan NaOH dipindahkan ke labu destilasi.
3. SiO_2 dari sekam padi ditambahkan ke dalam larutan NaOH dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 60°C selama 30 menit hingga SiO_2 larut.
4. Larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ perlahan-lahan dicampur ke dalam larutan tersebut berurutan hingga pH larutan bernilai 1.

5. Campuran larutan tersebut dipanaskan dalam sistem refluks pada suhu 80°C selama 5 jam sampai terbentuk endapan kental seperti *gel*. Warna *gel* secara bertahap akan berubah menjadi jingga.
6. Endapan *gel* tersebut dikeringkan pada suhu 130 °C hingga kering.
7. *Gel* yang telah kering digerus menggunakan *mortar* dan *pestle* hingga terbentuk serbuk untuk kemudian *disintering*

3.3.3 Sintering

Sintering dilakukan pada suhu 500°C dengan kenaikan suhu 3°C tiap menit dan waktu tahan selama 10 jam. Sampel yang telah di-*Sintering* selanjutnya digerus menggunakan *mortar* dan *pestle*, untuk selanjutnya diayak menggunakan ayakan 200 *mesh*. Sebanyak 1,2 g serbuk $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{SiO}_4$, $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,97}\text{Ni}_{0,03}\text{SiO}_4$, $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,96}\text{Ni}_{0,04}\text{SiO}_4$, $\text{Na}_2\text{Fe}_{0,95}\text{Ni}_{0,05}\text{SiO}_4$ hasil *sintering* kemudian dikarakterisasi.

3.3.4. Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan meliputi struktur kristal dan energi *band gap*.

3.3.4.1. Analisis Fasa

Struktur $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ yang telah disintesis dikarakterisasi menggunakan XRD *Powder* PW 30/40 dengan radiasi Cu-K α yang dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA. Step size yang digunakan adalah 0,02° tiap menit pada rentang 2 θ mulai dari 5° hingga 90°. Data difraksi yang diperoleh dari hasil penelitian dianalisis menggunakan metode pencocokkan (*search match*) pada perangkat lunak QualX versi 2.24. untuk mendapatkan data kristalografi yang sesuai. Data

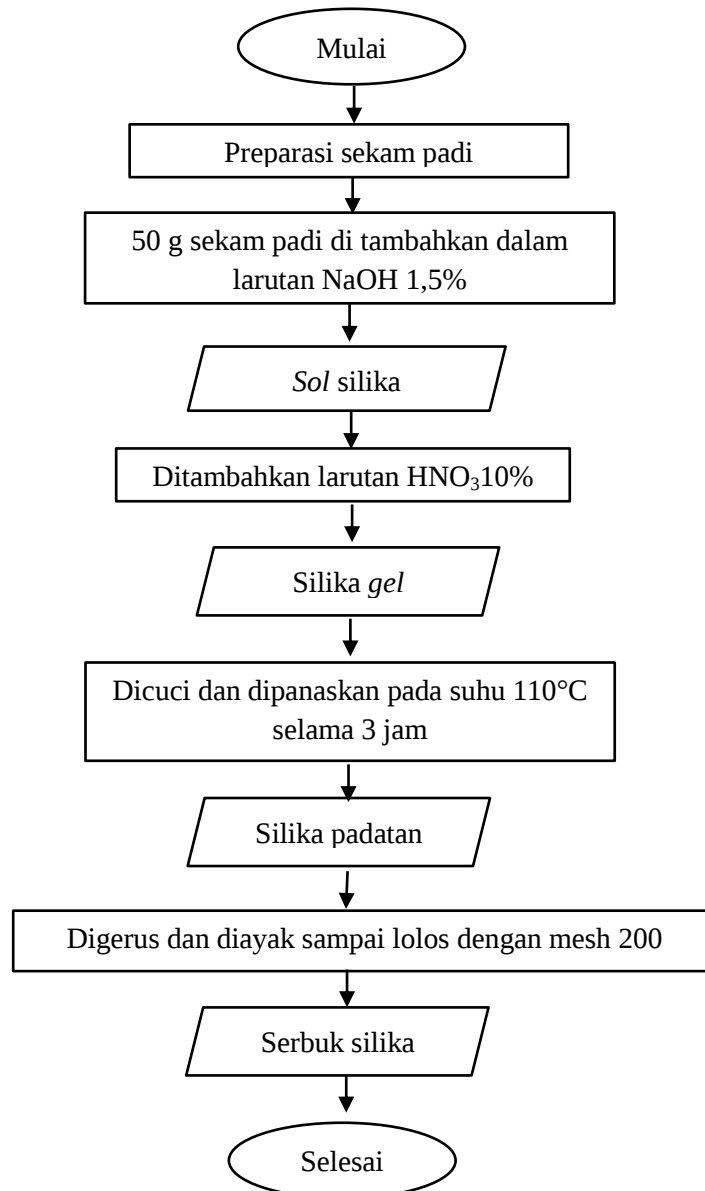
yang diperoleh diolah menggunakan Rietica untuk mengetahui presentase kecocokan dari data perhitungan dan data hasil eksperimen.

3.3.4.2. Analisis Energi *Band Gap*

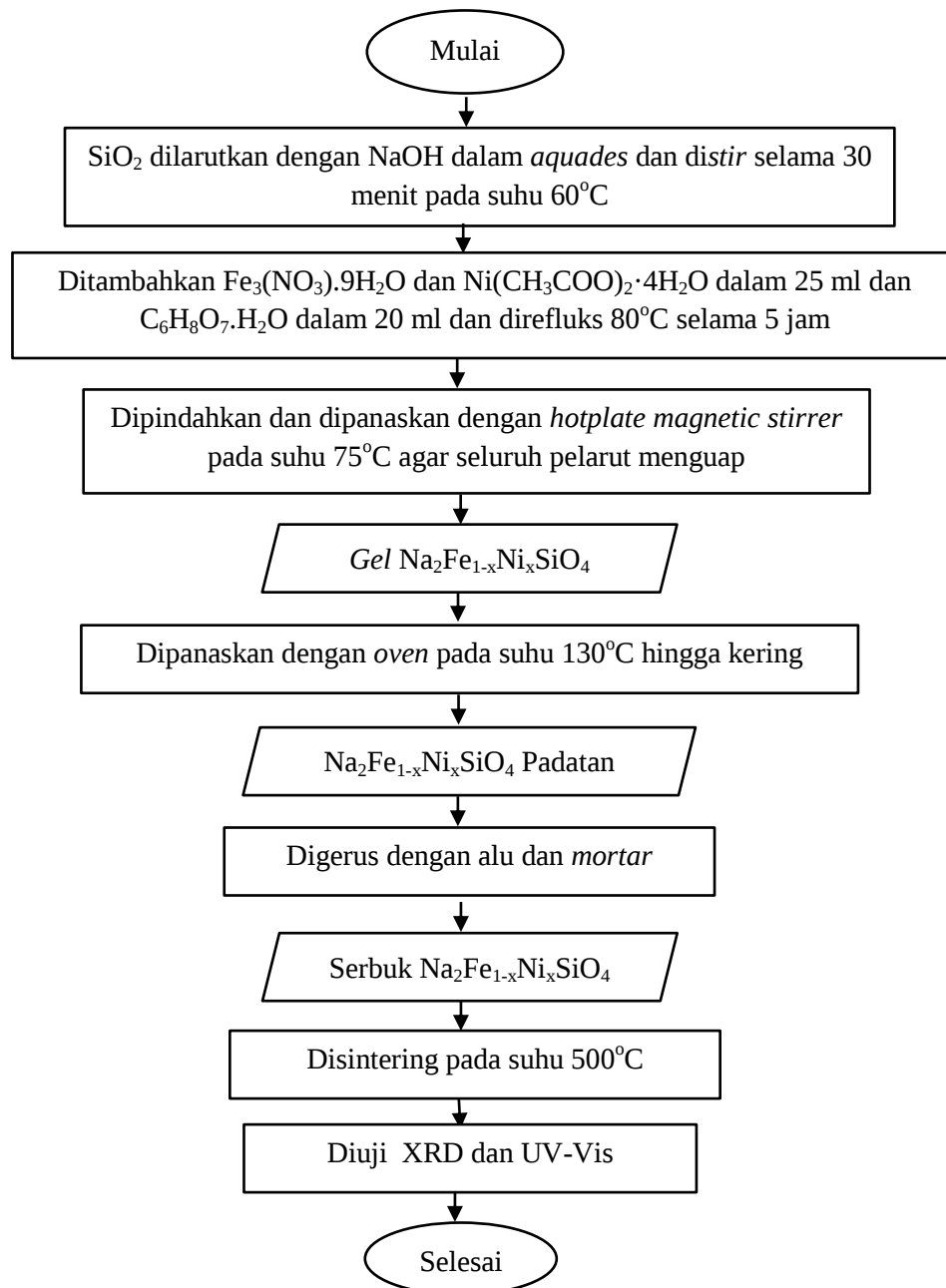
Reflektansi $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ dianalisis menggunakan spektrometer Uv-Vis DRS Shimidzu UV-2450 pada rentang panjang gelombang 200 – 800 nm. Analisis energi *band gap* kemudian dilakukan dengan mengolah data reflektansi difusi melalui teorema Kubelka-Munk dan Tauc dapat dilihat pada Persamaan (2.2) dan (2.3).

3.4. Diagram Alir Penelitian

Diagram alir pada penelitian ini terdiri dari diagram alir ekstraksi silika sekam padi yang ditunjukkan oleh **Gambar 3.1.** dan diagram alir sintesis $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ yang ditunjukkan oleh **Gambar 3.2.**



Gambar 3.1. Diagram alir ekstraksi silika dari sekam padi.



Gambar 3.2. Diagram alir sintesis $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan pada bahan polianion $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ dengan indeks $x = 0,02; 0,03; 0,04$; dan $0,05$ yang disintesis menggunakan metode sol gel, diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa *doping* Ni pada $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ dengan indeks $x = 0,02; 0,03; 0,04$ dan $0,05$ memperoleh fasa kristalin $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$, FeSiO_3 , SiO_2 yang memiliki struktur kristal berturut-turut *triclinic*, *monoclinic*, dan *orthorhombic*. Fasa kristalin $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ *doping* Ni tidak mengalami perubahan ukuran parameter sel seiring bertambahnya komposisi nikel.
2. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa *doping* Ni pada $\text{Na}_2\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{SiO}_4$ dengan indeks $x = 0,02; 0,03; 0,04$ dan $0,05$ memperoleh energi *band gap* yang rendah. Hal ini disebabkan karena persentase fasa $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ mengalami peningkatan. Energi *band gap* yang diperoleh sebesar $1,89 \text{ eV}$; $1,89 \text{ eV}$; $1,87 \text{ eV}$; dan $1,83 \text{ eV}$.

5.2. Saran

Saran yang bisa disampaikan untuk penelitian selanjutnya adalah diperlukan penelitian lebih lanjut tentang pengaplikasian doping unsur logam lainnya seperti

Al, Ca, Mn dan lain-lain, selain itu dapat dilakukan beberapa uji lain diantaranya *Cyclic Voltametry (CV)*, *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*, dan galvanostatik untuk memberikan informasi lebih luas mengenai karakteristik dan sifat listrik pada bahan polianion $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullahi, S. S., Güner, S., Koseoglu, Y., Musa, I.M., Adamu, B.I., Abdulhamid, and Mahmud, 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.
- Ali, B., Ur-Rehman, A., Ghafoor, F., Shahzad, M.I., Shah, S.K., and Abbas, S.M. 2018. Interconnected mesoporous Na₂FeSiO₄ nanospheres supported on carbon nanotubes as a highly stable and efficient cathode material for sodium-ion battery. *Journal of Power Sources*. 396 : 467–475.
- Altomare, A., Cuocci, C. and Giacovazzo, C. 2008. QualX : a computer program for qualitative analysis using powder diffraction data. *Journal of Application Crystallography*. 41(4) : 815–817.
- Altomare, A., Corriero, N., Cuocci, C., Falcicchio, A., Moliterni, Anna and Rizzi, and Rosanna.. 2015. QualX2.0 : a qualitative phase analysis software using the freely available database POW _ COD. *Journal of 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. 1-57.
- Andreas, A., Kristianto, H. and Kurniawan, D.F. 2016. Prosiding seminar nasional teknik kimia “kejuangan” sintesis nanosilika dari sekam padi menggunakan metode sol gel dengan pelarut etanol. 1–7.
- Athinarayanan, J., Periasamy, V.S., Alhazmi, M., Alatiah, K.A., and Alshatwi, A.A. 2015. Synthesis of biogenic silica nanoparticles from rice husks for biomedical

- Applications. *Ceramics International*. 41(1) : 275–281.
- Bai, Y., Zhang, X., Wang, X., Luo, Z., Chen, G. 2019. Studies on the kinetic behaviors of Na ions insertion/extraction in $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ cathode material at various desodiation states. *ACS Applied Materials and Interfaces*. 11(35) : 31980–31990.
- Bai, Y., Zhang, X., Shu, H., Luo, Z., Hu, H., Zhao, Q., Wang, Y., and Wang, X. 2020. Superior Na-storage properties of nickel-substituted $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4/\text{C}$ microspheres encapsulated with the in situ-synthesized alveolation-like carbon matrix. *ACS Applied Materials and Interfaces*. 12(31) : 34858–34872.
- Bakar, R.A., Yahya, R. and Gan, S.N. 2016. Production of high purity amorphous silica from rice husk. *Procedia Chemistry*. 19 : 189–195.
- Bianchini, F., Fjellvåg, H. and 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(22) : 14462–14470.
- Chen, C.Y., Matsumoto, K., Nohira, T., Hagiwara, R. 2014. $\text{Na}_2\text{MnSiO}_4$ as a positive electrode material for sodium secondary batteries using an ionic liquid electrolyte. *Electrochemistry Communications*. 45 : 63–66.
- Crundwell, F.K. 2014. The mechanism of dissolution of minerals in acidic and alkaline solutions: Part I - A new theory of non-oxidation dissolution. *Hydrometallurgy*. 149 : 252–264.
- Eftekhari, A. and Kim, D.W. 2018. Sodium-ion batteries: New opportunities beyond energy storage by lithium. *Journal of Power Sources*. 395 : 336–348.
- Fadhlulloh, M.A., Rahman, T., Nandiyanto, A.B.D., Mudzakir, A. 2014. Review tentang sintesis SiO_2 Nanopartikel. *Jurnal Integrasi Prose*. 5(1) : 30–45.
- Faria, R., Moura, P., Delgado, J., and De Almeida, A.T. 2014. Managing the charging of electrical vehicles: Impacts on the electrical grid and on the environment. *IEEE Intelligent Transportation Systems Magazine*. 6(3) : 54–65.
- Gong, Z.L., Li, Y.X., He, G.N., Li, J., and Yang, Y. 2008. Nanostructured $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$ electrode material synthesized through hydrothermal-assisted sol-gel process.

Electrochemical and Solid-State Letters. 11(5) : 60–63.

- 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 batteries: Syntheses, crystal chemistry and electrochemical performance. *Journal of Power Sources*. 361 :285–299.
- Handayani, P.A., Nurjanah, E. and Rengga, W.D.P. 2014. Pemanfaatan limbah sekam padi menjadi silika gel. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*. 3(2) : 55–59.
- He, G., Popov, G. and Nazar, L.F. 2013. Hydrothermal synthesis and electrochemical properties of $\text{Li}_2\text{CoSiO}_4/\text{C}$ nanospheres. *Chemistry of Materials*. 25(7) : 1024–1031.
- Hunter, B., and 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.
- Hwang, J.Y., Myung, S.T. and Sun, Y.K. 2017. Sodium-ion batteries: Present and future. *Chemical Society Reviews*. 46(12) : 3529–3614.
- Ismail, M.S. and Waliuddin, A.M. 1996. Effect of rice husk ash on high strength concrete. *Construction and Building Materials*. 10(7) : 521–526.
- Jaén, J. A., Jiménez, M., Flores, E., Muñoz, A., Tabares, J. A., Pérez Alcázar, G. A. 2015. Structural Study on Nickel Doped $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$. *Hyperfine Interact*. 232 : 127-140.
- Kalapathy, U., Proctor, A. and Shultz, J. 2001. A simple method for production of pure silica from rice hull ash. *Fuel and Energy Abstract*. 42(1) : 45.
- Kee, Y., Dimov, N., Staykov, A., and Okada, S. 2016. Investigation of metastable $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ as a cathode material for Na-ion secondary battery. *Materials Chemistry and Physics*. 171 : 45–49.
- Kisi, E. 1994. Rietveld analysis of powder diffraction patterns. *Material Forum*. 18 : 135-153.
- Li, S., Guo, J., Ye, Z., Zhao, X., Wu, S., Mi, J.X., Wang, C.Z., Gong, Z., McDonald, M.J., Zhu, Z., Ho, K.M., 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*. 8(27) : 17233–17238.

- Li, Y., Sun, W., Liang, J., Sun, H., Di Marco, I., and Ni, L. 2016. Understanding the electrochemical properties of A_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 A*, 4(44) : 17455–17463.
- Li, Y.X., Gong, Z.L. and Yang, Y. 2007. Synthesis and characterization of Li_2MnSiO_4/C nanocomposite cathode material for lithium ion batteries. *Journal of Power Sources*. 174(2) : 528–532.
- Liang, Y., Lai, W. H., Miao, Z., and Chou, S.L. 2018. Nanocomposite materials for the sodium-ion battery: A Review. *Small*. 14(5) : 1–20.
- Lignesh Durai, B., Moorthy, B., Issac Thomas, C., Kyung Kim, D., Kamala Bharathi, K. 2017. Electrochemical properties of $BiFeO_3$ nanoparticles: Anode material for sodium-ion battery application. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 68 : 165–171.
- Lin, Z., Zeng, Y., Wen, J., Li, L., and Cheng, T. 2018. Structural and electrochemical properties of Na_2FeSiO_4 polymorphs for sodium-ion batteries. *Electrochimica Acta*. 292. 190–198.
- Louër, D., and Mittemeijer, E. 2001. The rietveld methode. *Material and Science Forum*. 378-381.
- Nayak, P.K., Yang, L., Brehm, W., and Adelhelm, P. 2018. From lithium-Ion to sodium-Ion batteries: advantages, challenges, and surprises. *Angewandte Chemie - International Edition*. 57(1) : 102–120.
- Nytén, A., Kamali, S., Häggström, L., Gustafsson, T., Thomas, J.O. 2006. The lithium extraction/insertion mechanism in Li_2FeSiO_4 . *Journal of Materials Chemistry*. 16(23) : 2266–2272.
- Oktamuliani, S., Samsidar, Nasri, Nehru. 2015. Identifikasi mineral pada batuan granit di geopark merangin provinsi jambi menggunakan x-ray diffraction (XRD) dan scanning electron microscopy. *JoP ((Journal Online of Physics)*. 1(1) : 12–17.
- Park, H. *et al.* 2014. Li_2MnSiO_4 /carbon nanofiber cathodes for Li-ion batteries. *Ionics*. 20(10) : 1351–1359.

- Park, Y.M. *et al.* 2017. High-yield one-pot recovery and characterization of nanostructured cobalt oxalate from spent lithium-ion batteries and successive re-synthesis of LiCoO_2 . *Metals*.
- Rivas, A.L., Vera, G., Palacios, V., Cornejo, M., Rigail, A., and Solórzano, G. 2018. Phase transformation of amorphous rice husk silica. *Frontiers in Materials Processing, Applications. Research and Technology*. 17–26.
- Riyanto, A., Sembiring, S. and Junaidi. 2017. Karakteristik fisis aluminosilikat geopolimer berbasis silika sekam padi untuk aplikasi fast ionic conductor. *Reaktor*. 17(2) : 96–103.
- Saceda, J.J.F., De Leon, R.L., Rintramee, K., Prayoonpokarach, S., and Wittayakun, J. 2011. Properties of silica from rice husk and rice husk ash and their utilization for zeolite y synthesis. *Quimica Nova*. 34(8) : 1394–1397.
- Scrosati, B. and Garche, J. 2010. Lithium batteries: Status, prospects and future. *Journal of Power Sources*. 195(9) : 2419–2430.
- Sembiring, S., Simanjuntak, W., Situmeang, R. Riyanto, A. 2017. Precursors characteristics derived from amorphous rice husk silica.
- Sembiring, S., Simanjuntak, W., Situmeang, R. Riyanto, A., and Junaidi. 2018. Structural and physical properties of refractory cordierite precursors prepared from rice husk silica with different MgO addition. *Ceramics - Silikat*. 62(2) : 163–172.
- Setiabudi, A., Hardian, R. and Muzakir, A. 2012. Karakterisasi material: Prinsip dan aplikasinya dalam penelitian kimia. *UPI Press*.
- Shen, Y. 2017. Rice husk silica derived nanomaterials for sustainable applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 80 : 453–466.
- Singh, B. 2018. *Rice husk ash, waste and supplementary cementitious materials in concrete: characterisation, properties and applications*. Elsevier Ltd.
- Treacher, J.C., Wood, S. M., Islam, M. S., and Kendrick, E. 2016. $\text{Na}_2\text{CoSiO}_4$ as a cathode material for sodium-ion batteries: Structure, electrochemistry and diffusion pathways. *Physical Chemistry Chemical Physics*. 18(48) : 32744–32752.

- Trisnawati, S.I.G.S.S.E. 2008. Karakteristik keasaman katalis berbasis silika sekam padi yang diperoleh dengan teknik sol-gel. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi II*. 37 : 342–456.
- Wu, S.Q., Zhang, J.H., Zhu, Z.Z., Yang, Y. 2007. Structural and electronic properties of the Li-ion battery cathode material $\text{Li}_x\text{CoSiO}_4$. *Current Applied Physics*, 7(6) : 611–616.
- Wu, P., Wu, S.Q., Lv, X., Zhao, X., Ye, Z., Lin, Z., Wang, C.Z., and Ho, K.M. 2016. Fe-Si networks in $\text{Na}_2\text{FeSiO}_4$ cathode materials. *Physical Chemistry Chemical Physics*. 18(34) : 23916–23922.
- Yabuuchi, N., Kubota, K., Dahbi, M., and Komaba, S. 2014. Research development on sodium-ion batteries. *Chemical Reviews*. 114(23) : 11636–11682.
- Ye, Z., Zhao, X., Li, S., Wu, S., Wu, P., Nguyen, M.C., Guo, J., Mi, J., Gong, Z., Zhu, Z., Yang, Y., Wang, C., and Ho, K.M. 2016. Robust diamond-like Fe-Si network in the zero-strain $\text{Na}_x\text{FeSiO}_4$ cathode. *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: first-principles calculations. *Journal of Solid State Electrochemistry*. 22(7) : 2237–2245.
- Zainuri, M., Fisika, J. and Negeri, U. 2012. Batuan dan pasir sebagai sumber material cerdas (CaCO_3 DAN SiO_2). *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)* ISSN: 2087-9946. 2(1) : 20–29.
- Zhang, L.L. *et al.* 2015. Insight into cobalt-doping in $\text{Li}_2\text{FeSiO}_4$ cathode material for lithium-ion battery. *Journal of Power Sources*. 274 : 194–202.
- Zhao, X., Wu, S., Lv, X., Nguyen, M.C., Wang, C.Z., Lin, Z., Zhu, Z.Z., and Ho, K. M. 2015. Exploration of tetrahedral structures in silicate cathodes using a motif-network scheme. *Scientific Reports*. 5(1) : 1–9.