

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA BISMUTH TITANAT
($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) DENGAN METODE LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

Oleh:

SHELEY DEA MARELLA

NIM. 13630059



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2017**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA BISMUTH TITANAT
($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) DENGAN METODE LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

Oleh:

SHELEY DEA MARELLA
NIM. 13630059

Diajukan Kepada:

Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017

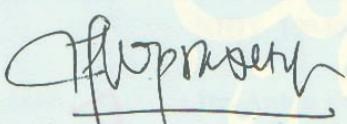
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA BISMUTH TITANAT
($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) DENGAN METODE LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

Oleh:
SHELEY DEA MARELLA
NIM. 13630059

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 22 Desember 2017

Pembimbing I



Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

Pembimbing II



Rif'atul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 201608012 068

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia



Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA BISMUTH TITANAT
($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) DENGAN METODE LELEHAN GARAM

SKRIPSI

Oleh:
SHELEY DEA MARELLA
NIM. 13630059

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 22 Desember 2017

Penguji Utama	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Ketua Penguji	: Nur Aini, M.Si NIDT. 19840608 20160801 2 070	(.....)
Sekretaris Penguji	: Dr. Anton Prasetyo, M.Si NIP. 19770925 200604 1 003	(.....)
Anggota Penguji	: Rif'atul Mahmudah, M.Si NIDT. 19830125 201608012 068	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Sheley Dea Marella

Nim : 13630059

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : "Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan Metode Lelehan Garam"

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 22 Desember 2017

Yang membuat pernyataan,



Sheley Dea Marella

NIM. 13630059

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum, Wr. Wb.

Syukur Alhamdulillah penulis haturkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Hidayahnya, sehingga penulis dapat menyelesaikan hasil penelitian ini dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan Metode Lelahan Garam”.

Dengan segala kerendahan hati, penulis menyadari bahwa selama berlangsungnya proses penulisan hasil penelitian ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua penulis, Bapak Khoirul Mujahidin Rahman dan Ibu Dra. Ida Rusyani serta saudara penulis adik Nezilly Fatim el-Zahra yang telah memberikan semangat penuh, nasihat, doa dan dukungan moral dan materil sehingga penyusunan hasil penelitian dapat terselesaikan.
2. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Nur Aini, M.Si, dan Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si karena atas bimbingan, pengarahan, dan kesabarannya penulisan hasil penelitian ini dapat terselesaikan.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si sebagai penguji sekaligus ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang karena atas masukan dan sarannya skripsi ini bisa menjadi lebih baik
4. Bapak dan Ibu dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

5. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
6. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
7. Laboran dan Admin Jurusan Kimia serta keluarga tim riset kimia anorganik 2017 yang membantu dalam menjalankan penelitian
8. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu-persatu

Penyusun menyadari atas terbatasnya ilmu yang penyusun miliki.

Penyusunan hasil penelitian ini tentu masih jauh dari sempurna. Untuk itu penyusun dengan senang hati mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan dalam penyusunan selanjutnya. Terlepas dari segala kekurangan, semoga hasil penelitian ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta bermanfaat bagi kita semua. Amin.

Malang, 22 Desember 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGAJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRACT	xiv
الملخص	xv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Karakteristik Senyawa Aurivillius	7
2.2 Material Feroelektrik Bismuth Titanat	8
2.3 Pandangan Islam tentang Manfaat Bismuth Titanat	10
2.4 Sintesis Bismuth Titanat dengan Metode Lelehan Garam	11
2.5 Analisis Produk dengan Difraksi Sinar-X	13
2.6 Analisis Morfologi dengan SEM	16
2.7 Karakterisasi Lokal Struktur dengan Spektroskopi Raman	18
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Pelaksanaan Penelitian	21
3.2 Alat dan Bahan	21
3.2.1 Alat	21
3.2.2 Bahan	21
3.3 Pola dan Rancangan Penelitian	22
3.4 Prosedur Kerja	22
3.4.1 Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal	22
3.4.2 Sintesis Bismuth Titanat dengan Metode Lelehan Garam	23
3.4.3 Karakterisasi dan Analisis Data $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan Instrumen XRD	23
3.4.4 Karakterisasi Morfologi dan Analisis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan Instrumen SEM	24
3.4.5 Karakterisasi dan Analisis Spektra $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan Spektroskopi Raman	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan Metode Lelehan Garam	25

4.2	Karakterisasi Struktur Senyawa Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) menggunakan XRD	27
4.3	<i>Refinement</i> Data XRD Senyawa Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$)	28
4.4	Karakterisasi Lokal Struktur Senyawa Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan Spektroskopi Raman	31
4.5	Karakterisasi Morfologi Partikel Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan SEM.....	32
4.6	Sintesis dan Karakterisasi dalam Perspektif Islam	34

BAB V PENUTUP

5.1	Kesimpulan	38
5.2	Saran	38

DAFTAR PUSTAKA LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur senyawa bismuth titanat	8
Gambar 2.2	Prosedur metode sintesis lelehan garam	12
Gambar 2.3	Difraksi sinar-X oleh kristal	14
Gambar 2.4	Geometri difraksi sinar-X	15
Gambar 2.5	Difraktogram bismuth titanat yang dipanaskan dengan suhu berbeda selama 2 jam; (a) 850, (b) 900 dengan laju penurunan 10 °C/menit sampai 850, (c) 950 dengan laju penurunan 10 °C/menit sampai 850, dan (d) 950 °C dengan laju penurunan 0,8 °C/menit	16
Gambar 2.6	Mikrograf SEM dari senyawa bismuth titanat dengan variasi suhu: (a) 850, (b) 900 dengan laju penurunan 10 °C/menit sampai 850, (c) 950 dengan laju penurunan 10 °C/menit sampai 850, dan (d) 950 °C dengan laju penurunan 0,8 °C/menit	18
Gambar 2.7	Hamburan Stoke dan anti-Stoke	19
Gambar 2.8	Spektra Raman bismuth titanat kristal tunggal dengan metode lelehan garam	20
Gambar 4.1	$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (a) sebelum, dan (b) sesudah pemanasan dengan metode lelehan garam (c) setelah pencucian dengan akuades	26
Gambar 4.2	Difraktogram $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis (a) reaksi padatan, metode lelehan garam dengan suhu sintesis (b) 800, (c) 850, (d) 900, dan (e) 950 °C	27
Gambar 4.3	Hasil <i>refinement</i> $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan suhu sintesis (a) 800, (b) 850, (c) 900, dan (d) 950 °C	29
Gambar 4.4	Spektra Raman $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis (a) reaksi padatan, metode lelehan garam dengan suhu sintesis (b) 800, (c) 850, (d) 900, dan (e) 950 °C	31
Gambar 4.5	Gambar SEM yang disintesis dengan metode lelehan garam pada suhu (a) 800, (b) 850, (c) 900, dan (d) 950 °C dengan perbesaran 800 x	34
Gambar L.3.1	Difraktogram standar database $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ No 24-0210	46
Gambar L.4.1	Hasil XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Variasi Suhu 800 °C	47
Gambar L.4.2	Hasil XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Variasi Suhu 850 °C	48
Gambar L.4.3	Hasil XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Variasi Suhu 900 °C	49
Gambar L.4.4	Hasil XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Variasi Suhu 950 °C	50
Gambar L.4.5	Hasil <i>refinement</i> XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 800 °C	51
Gambar L.4.6	Hasil <i>refinement</i> XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 850 °C	52
Gambar L.4.7	Hasil <i>refinement</i> XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 900 °C	53
Gambar L.4.8	Hasil <i>refinement</i> XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 950 °C	54
Gambar L.5.1	Gambar SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ variasi suhu 800 °C dengan perbesaran (a) 2.000, (b) 6.000, (c) 8.000, dan (d) 12.000 kali ..	56
Gambar L.5.2	Gambar SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ variasi suhu 850 °C dengan perbesaran (a) 2.000, (b) 6.000, (c) 8.000, dan (d) 12.000 kali ..	57
Gambar L.5.3	Gambar SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ variasi suhu 900 °C dengan perbesaran (a) 2.000, (b) 6.000, (c) 8.000, dan (d) 12.000 kali ..	58

Gambar L.5.4 Gambar SEM Bi₄Ti₃O₁₂ variasi suhu 950 °C dengan perbesaran (a) 2.000, (b) 6.000, (c) 8.000, dan (d) 12.000 kali .. 59



DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Massa tiap reaktan hasil perhitungan	23
Tabel 3.2	Modus vibrasi Modus vibrasi bismuth titanat dan jenis ikatannya (Ranieri, dkk., 2013; Kojima, dkk., 1994; Balachandran dan Eror, 1982; Du, dkk., 2003)	24
Tabel 4.1	Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil refinement	30
Tabel 4.2	Modus vibrasi spektra $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis dan jenis ikatannya (Ranieri, dkk. 2013; Kojima, dkk. 1994; Balachandran dan Eror 1982; Du, dkk. 2003)	32
Tabel L.4.1	Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 800 °C	52
Tabel L.4.2	Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 850 °C	53
Tabel L.4.3	Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 900 °C	54
Tabel L.4.4	Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 950 °.....	55

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Diagram Alir	42
Lampiran 2.	Perhitungan	44
Lampiran 3.	Standar Database XRD	46
Lampiran 4.	Hasil Karakterisasi XRD	47
Lampiran 4.1	Pola Difraksi Material	47
Lampiran 4.1.1	Hasil Karakterisasi XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Variasi Suhu 800 °C	47
Lampiran 4.1.2	Hasil Karakterisasi XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Variasi Suhu 850 °C	48
Lampiran 4.1.3	Hasil Karakterisasi XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Variasi Suhu 900 °C	49
Lampiran 4.1.4	Hasil Karakterisasi XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Variasi Suhu 950 °C	50
Lampiran 4.2	Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le-Bail Program Rietica	51
Lampiran 4.2.1	$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ 800 °C	51
Lampiran 4.2.2	$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ 850 °C	52
Lampiran 4.2.3	$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ 900 °C	53
Lampiran 4.2.3	$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ 950 °C	54
Lampiran 5.	Gambar SEM Lengkap	56
Lampiran 5.1	Gambar SEM Lengkap suhu 800 °C	56
Lampiran 5.2	Gambar SEM Lengkap suhu 850 °C	57
Lampiran 5.3	Gambar SEM Lengkap suhu 900 °C	58
Lampiran 5.4	Gambar SEM Lengkap suhu 950 °C	59

ABSTRAK

Sheley Dea Marella. 2017. **Sintesis dan Karakterisasi senyawa Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan Metode Lelehan Garam.** Pembimbing 1: Dr. Anton Prasetyo, M.Si. Pembimbing 2: Rif'atul Mahmudah, M.Si. Konsultan: Nur Aini, M.Si

Bismuth titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) adalah salah satu dari senyawa Aurivillius lapis tiga yang dikenal mempunyai sifat feroelektrik sehingga berpeluang digunakan pada industri elektronik. Morfologi partikel dengan tipe *grain oriented ceramic* dilaporkan meningkatkan sifat feroelektrik, sehingga banyak dilakukan usaha mensintesisnya. Salah satu metode yang dilaporkan berhasil mensintesis senyawa dengan Morfologi partikel *grain oriented ceramic* adalah metode lelehan garam. Oleh karena itu dalam penelitian ini dilakukan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam dengan menggunakan garam tunggal pada variasi suhu kalsinasi 800, 850, 900, dan 950 oC. Data *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa sampel yang dihasilkan merupakan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan grup ruang *B2cb*. Dan tidak ditemukan adanya pengotor. Spektra Raman menunjukkan modus-modus vibrasi yang identik dengan modus vibrasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Morfologi partikel yang diperoleh menunjukkan bahwa partikel mempunyai bentuk *platelet-like* dan semakin tinggi suhu sintesis maka ukuran dari partikel semakin besar.

Kata Kunci: Bismuth titanat, metode lelehan garam, *platelet-like particle*

ABSTRACT

Sheley Dea Marella. 2017. Synthesis and Characterization of Bismuth titanate ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) using Molten Salt Method. Supervisor 1: Dr. Anton Prasetyo, M.Si. Supervisor 2: Rif'atul Mahmudah, M.Si. Consultant: Nur Aini, M.Si

Bismuth titanate ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) is one of three layer Aurivillius compound family which has ferroelectric properties so its potentially to be applied in electronic industry. The Particle morphology with grain oriented ceramic type was reported can increase ferroelectric. The molten salt was reported successfully synthesized particle with grain oriented ceramics morphology. in this research $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ synthesized using single molten salt NaCl with temperature variations at 800, 850, 900, 950 °C. X-Ray Diffraction (XRD) data shows that $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ have space group *B2cb* and there is no impurities. Raman spectra shows identically vibration modes for $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ vibration modes. The morphological particle shows the plate-like form and the bigger size of grain size as results the higher temperature of synthesized.

Keywords: Bismuth Titanate, molten salt method, plate-like particle

ملخص البحث

شيلي ديا ماريلا. ٢٠١٧. التوليف والتوصيف المركب البزموت تيتانات Bismuth Titanat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ مع طريقة تذوب الملح. المشرف ١: الدكتور أنthon فراستيو، الماجستير ورقة المحمودة، الماجستير المستشار: نور عيني، الماجستير

الbizmoot تيتانات ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) هي واحدة من المركبات أوريفيليوس مع ثلاث طبقات التي عرفت مع خصائص الحديدية الكهربائية لأن تستخدم في صناعة الإلكترونية. مورفولوجيا الجسيمات مع نوع السيراميك الحبوب الموجهة (*grain oriented ceramic*) يمكن ان يحسن خصائص الحديدية الكهربائية ، بذل الجهود لتجمیعه. واحدة منها هي طريقة تذوب الملح. ولذلك، في هذا البحث، اجرى توليف $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ مع طريقة تذوب الملح باستخدام الملح الواحد في درجة مئوية ٨٥٠، ٩٠٠، و ٩٥٠ درجة الحرارة. وأشارت بيانات حيود الأشعة السينية (*X-Ray Diffraction* (XRD) إلى أن العينة الناتجة هي مركب $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ مع المجموعة المساحة *B2cb*. وليس هناك القادر. ودلت أطياف رaman وسائل الاهتزاز المتطابقة إلى وسائل الاهتزاز $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. ظهر مورفولوجيا الجسيمات أن له شكل تشبه الصفائح الدموية *platelet-like* وارتفاع درجة حرارة للتوليف فأكبر لحجم الجسيمات.

الكلمات الرئيسية: البزموت تيتانات ، طريقة تذوب الملح ، *platelet-like particle*

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Aurivillius memiliki rumus umum $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+} (\text{A}_{m-1}\text{B}_m\text{O}_{3m+1})^{2-}$, yang terdiri dari gugus *pseudo perovskite* $(\text{A}_{m-1}\text{B}_m\text{O}_{3m+1})^2$ yang dipisahkan oleh blok bismuth $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2-}$ dengan m menyatakan jumlah lapis *pseudo perovkite*. Kation **A** merupakan kation besar dengan muatan kecil (Na^+ , Pb^{2+} , dan Bi^{3+}), dan kation **B** merupakan kation kecil dengan muatan besar (Fe^{3+} , Ti^{4+} , Ta^{5+} , dan W^{6+}) (Kasap dan Capper, 2006). Salah satu sifat penting di senyawa Aurivillius adalah sifat ferroelektrik. Sifat lain yang penting dari Aurivillius adalah sifat *photoluminescence*, fotokatalis, dan termoelektrik (Lazarevic, dkk., 2005; Yao, dkk., 2003; Zhao, dkk., 2014).

Bismuth Titanat merupakan salah satu senyawa yang termasuk dalam kelas Aurivillius lapis tiga dengan rumus molekul $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Bismuth titanat banyak dipelajari karena memiliki sifat khas ferroelektrik, yakni memiliki suhu transisi ferroelektrik (T_c) yang tinggi, yakni 675°C . Keunggulan lain dari bismuth titanat adalah memiliki konstanta dielektrik yang tinggi dan juga merupakan material yang tidak mudah hancur (Lazarevic, dkk., 2005). Sifat inilah yang menjadi alasan bismuth titanat banyak di sintesis dan dikaji sifat feroelektriknya.

Bismuth titanat memiliki banyak manfaat. Hal ini berkaitan dengan sifat feroelektrik dan paraelektrik yang dimilikinya. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT yang menjelaskan bahwa semua penciptaan Allah SWT tidak diciptakan tanpa hikmah yang telah dijelaskan dalam QS. Shad (38) 27:

وَمَا خَلَقْنَا الْسَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطِلاً^١ ذَلِكَ ظُنُونُ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ
كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

Artinya: “*dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, Maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka.*

Ayat diatas menjelaskan bahwa Allah Ta’ala memberitakan bahwa Dia tidak menciptakan makhluk-Nya dengan sia-sia. Akan tetapi Dia menciptakan mereka untuk beribadah kepada-Nya dan mengesankan-Nya (Abdullah, 1994). Salah satu cara untuk beribadah kepada-Nya dan mengesakan-Nya adalah dengan memberikan manfaat, yang mana manfaat tersebut juga dimiliki oleh bismuth titanat.

Sintesis bismuth titanat telah dilakukan dengan berbagai metode. Metode yang paling banyak digunakan adalah (a) metode reaksi padatan dengan kalsinasi pada suhu yang sangat tinggi (Villegas, dkk., 1999), (b) metode sol-gel (Kim, dkk., 2003), (c) Metode hidrotermal yang dilakukan pada suhu 150 °C (Pookmanee, dkk., 2004), dan (d) metode lelehan garam (Zhao, dkk., 2014).

Metode lelehan garam memiliki kelebihan jika dibandingkan dengan metode lainnya. Keunggulan dari metode ini adalah (a) menggunakan suhu yang relatif lebih rendah daripada metode padatan, (b) menggunakan garam yang dilelehkan sebagai pelarutnya, sehingga penguapan dapat diminimalisir, (c) garam relatif stabil, mudah digunakan, dan mudah dihilangkan dengan adanya penambahan air, (d) menghasilkan produk yang relatif murni dengan suhu yang

relatif rendah dan (e) metode ini lebih ramah lingkungan (Ke, dkk., 2007; Kimura dan Kanazawa, 1983; Porob dan Maggard, 2006).

Beberapa faktor berpengaruh pada proses sintesis bismuth titanat menggunakan metode lelehan garam ini, yakni suhu sintering, waktu sintering, laju pendinginan, dan konsentrasi material awal. Faktor-faktor ini akan berpengaruh terhadap morfologi partikel yang dihasilkan. Pertumbuhan partikel akan semakin besar jika waktu dan suhu sintering dinaikkan dan laju pendinginan diturunkan (Zhao, dkk., 2014). Ukuran partikel berpengaruh terhadap konstanta dielektrik dari suatu material, yaitu dengan meningkatnya ukuran partikel, maka nilai konstanta dielektriknya juga semakin tinggi, sehingga akan meningkatkan sifat feroelektriknya (Ueda, dkk., 1999).

Sintesis menggunakan metode lelehan garam telah banyak diteliti menggunakan berbagai macam jenis garam, seperti garam KCl, NaCl, Na₂SO₄, K₂SO₄, dan juga campuran dari beberapa jenis garam. Campuran beberapa jenis garam tersebut akan memiliki titik leleh yang lebih rendah daripada titik leleh garam itu sendiri (Kimura, 2011). Kan, dkk. (2003) menggunakan campuran garam NaCl-KCl dan Na₂SO₄-K₂SO₄ untuk sintesis bismuth titanat dan dengan campuran garam NaCl-KCl menghasilkan kristal yang semakin besar. Metode ini juga telah digunakan untuk mensintesis kristal tunggal berbagai oksida, seperti (a) Co₃O₄ (Ke, dkk., 2007), (b) niobate batangan (Xu, dkk., 2007), dan (c) *nanowires* Mn₃O₄ (Wang, dkk., 2002).

Sanson dan Whatmore, (2005) mensintesis bismuth titanat dengan metode lelehan garam dengan menggunakan garam NaCl. Hasil difraktogram menunjukkan bahwa penggunaan garam NaCl tidak menghasilkan fasa pengotor

dan tingkat kristalinitas produk yang dihasilkan juga cukup baik pada suhu dibawah 1000 °C, namun pada suhu yang lebih tinggi akan terbentuk fasa pengotor. Kekurangan ini akan diperbaiki dengan menggunakan waktu sintesis yang lebih lama agar didapat ukuran kristal yang lebih baik (Kimura dan Kanazawa, 1983). Alasan lainnya adalah karena garam tersebut relatif lebih murah dan mudah didapatkan daripada jenis garam yang lain. Berdasarkan hal di atas maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis bismuth titanat menggunakan garam tunggal NaCl.

Bismuth titanat dan beberapa senyawa Aurivillius berlapis telah disintesis dengan metode lelehan garam pada rentang waktu tertentu, seperti (a) Zhao, dkk. (2014) mensintesis bismuth titanat dengan waktu 2 jam pada suhu 950 °C, (b) Kan, dkk. (2003) selama 0,5 jam pada suhu 1100 °C, dan (c) Ranieri, dkk. (2013) selama 0,5 jam pada suhu 1000 °C . Penggunaan waktu yang cukup singkat dan diimbangi oleh penggunaan suhu yang tinggi akan memerlukan energi yang lebih tinggi, sementara penggunaan suhu yang tinggi akan memunculkan fasa pengotor, sedangkan pada suhu yang rendah fasa pengotor juga muncul sebagai akibat belum sempurnanya reaksi. Oleh sebab itu, modifikasi kondisi sintesis diperlukan untuk mengatasi hal tersebut. Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis pada suhu yang relatif lebih rendah daripada yang pernah dilakukan, dengan harapan tidak adanya fasa pengotor yang terbentuk. Masalah yang ditemukan pada suhu rendah akan diatasi dengan penggunaan waktu yang lebih lama. Arney, dkk. (2008) menjelaskan bahwa dengan meningkatnya waktu sintesis akan meningkatkan ukuran partikel produk. Namun Porob dan Maggard (2006) menjelaskan bahwa penggunaan waktu yang terlalu lama tidak memberikan efek

yang cukup besar untuk pertumbuhan partikel sehingga penggunaan waktu yang lebih lama (4 jam) akan digunakan pada penelitian ini untuk menghasilkan produk yang lebih baik.

Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis dan karakterisasi senyawa bismuth titanat menggunakan metode lelehan garam dengan menggunakan garam tunggal NaCl dengan variasi suhu pemanasan. Untuk mengatasi masalah yang diakibatkan suhu rendah, waktu sintesis yang lebih lama akan digunakan. Pengaruh suhu terhadap struktur dan morfologi partikel hasil sintesis akan dikaji berdasarkan data yang akan dianalisa menggunakan difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi raman, dan *scanning electron microscopy* (SEM).

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimanakah pengaruh suhu sintesis bismut titanat dengan metode lelehan garam dengan menggunakan garam NaCl pada struktur, dan morfologi bismuth titanat hasil sintesis?

1.3 Tujuan

Mengetahui pengaruh suhu sintesis bismut titanat dengan metode lelehan garam dengan menggunakan garam NaCl pada struktur, dan morfologi bismuth titanat hasil sintesis.

1.4 Batasan Masalah

1. Mensintesis senyawa bismuth titanat dengan variasi suhu sintesis 800, 850, 900, dan 950 °C.
2. Jenis garam yang digunakan adalah garam tunggal NaCl.
3. Waktu sintesis yang diperlukan selama 4 jam.

1.5 Manfaat

1. Mengetahui faktor suhu dan lama pemanasan pada sintesis bismuth titanat dengan metode lelehan garam menggunakan garam tunggal NaCl.
2. Memberikan gambaran terkait pengaruh suhu pemanasan pada produk sintesis bismuth titanat dengan metode lelehan garam menggunakan garam tunggal NaCl.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

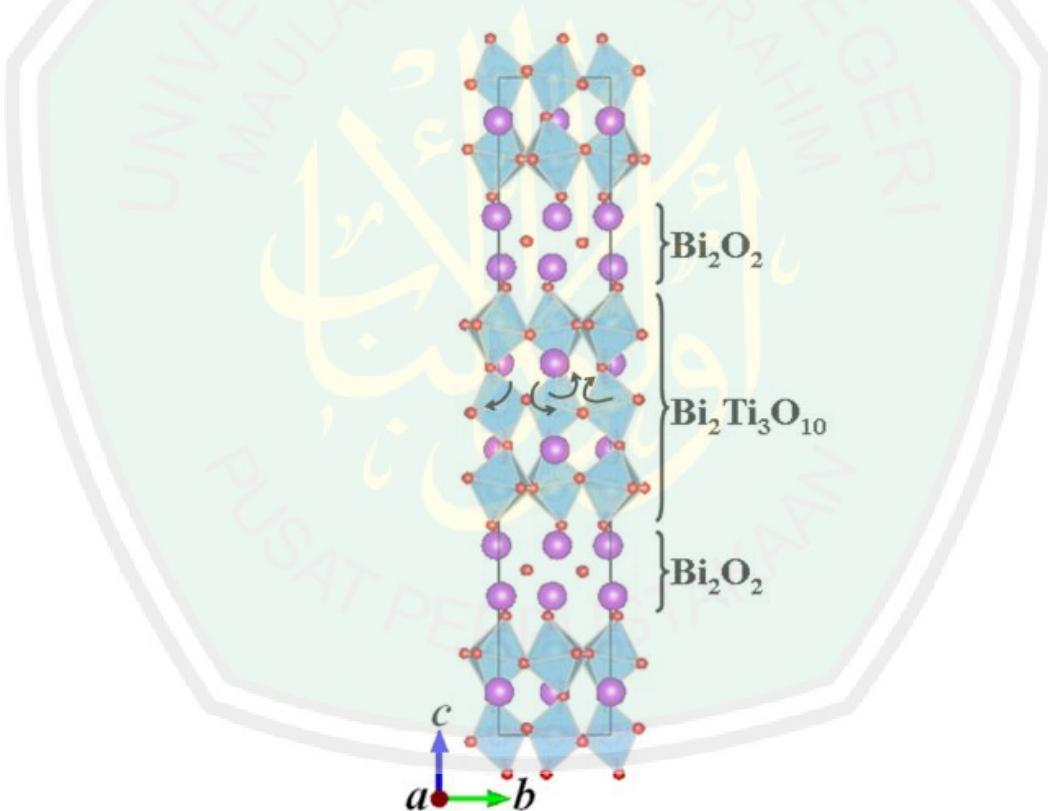
2.1 Karakteristik Senyawa Aurivillius

Senyawa Aurivillius merupakan suatu kelas dari golongan senyawa ferroelektrik yang memiliki gugus *pseudo perovskite* dengan rumus molekul $(A_{m-1}B_mO_{3m+1})^{2-}$, yang dipisahkan oleh blok bismuth $(Bi_2O_2)^{2+}$. m adalah jumlah lapisan *pseudo perovskite* yang dimiliki oleh suatu senyawa Aurivillius (Pardo dan Ricote, 2011). Kation A pada rumus senyawa $(A_{m-1}B_mO_{3m+1})^{2-}$ adalah kation yang berukuran besar, namun muatannya relatif kecil, seperti monovalensi, divalensi, atau trivalensi. Contoh dari kation ini adalah Na^+ , Pb^{2+} , dan Bi^{3+} , sedangkan kation B adalah kation yang berukuran lebih kecil, namun memiliki muatan yang lebih besar daripada kation A . Contoh dari kation ini antara lain Fe^{3+} , Ti^{4+} , Ta^{5+} , dan W^{6+} (Kasap dan Capper, 2006).

Aurivillius berlapis memiliki struktur orthorombik pada fasa ferroelektrik. Beberapa senyawa Aurivillius lain memiliki struktur tetragonal pada fasa ferroelektrik. Bismuth titanat merupakan senyawa Aurivillius yang memiliki fasa orthorombik pada fasa ferroelektrik (suhu ruang), dan berfasa tetragonal pada fasa paraelektrik, atau diatas suhu transisi ferroelektrik-paraelektrik (FE-PE) yang dalam hal ini adalah pada suhu $675\text{ }^\circ\text{C}$ (Jardiel, dkk., 2008).

2.2 Material Ferroelektrik Bismuth Titanat

Bismut titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) merupakan senyawa yang pertama kali ditemukan oleh Aurivillius pada tahun 1949. Senyawa ini juga merupakan senyawa golongan Aurivillius lapis tiga, yang terdiri dari tiga unit lapisan senyawa *pseudo perovskite* dan dua unit senyawa bismut oksida yang terletak di bagian atas dan bawah lapisan *pseudo perovskite*. Secara keseuruhan, senyawa ini memiliki rumus molekul $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+} (\text{A}_{m-1}\text{B}_m\text{O}_{3m+1})^{2-}$ (Lazarevic, dkk., 2005). Struktur senyawa bismuth titanat ditampilkan pada Gambar 2.1 (Roy, dkk., 2013).



Gambar 2.1. Struktur senyawa bismuth titanat (Roy, dkk., 2013).

Bismuth titanat memiliki struktur orthorhombik pada suhu ruang dengan parameter kisi $a=0,5450 \text{ \AA}$, $b=0,54059 \text{ \AA}$, dan $c=3,2832 \text{ \AA}$ (Ranieri, dkk., 2013). Hal ini sesuai dengan hasil analisa menggunakan difraksi neutron yang juga

menunjukkan bahwa strukturnya orthorombik. Grup ruang bismuth titanat adalah *B2cb* pada fasa ferroelektrik (Jardiel, dkk., 2008).

Pada suhu 675 °C, kristal bismuth titanat berubah menjadi tetragonal. Pada suhu ruangan, bismuth titanat menunjukkan sedikit sifat monoklinik, namun juga terkadang sifat orthorombiknya lebih kuat. Hal ini dikarenakan panjang semua sisinya berbeda ($c < a < b$), sehingga diasumsikan bahwa sistem kristal yang diadopsi adalah orthorombik (Jardiel, dkk., 2008).

Bismuth titanat merupakan senyawa yang memiliki sifat ferroelektrik karena memiliki sifat polarisasi spontan tanpa adanya medan listrik. Sifat polarisasi spontan ini muncul karena bismuth titanat tidak memiliki struktur *centrosymmetry* pada unit selnya, sehingga menyebabkan terbentuknya momen dipol elektrik pada unit sel (Lazarevic, dkk., 2005). Bismuth titanat juga memiliki suhu transisi ferroelektrik yang relatif tinggi, yaitu 675 °C (Jardiel, dkk., 2008), dibawah suhu transisi ferroelektrik-paraelektrik (FE-PE), senyawa akan memiliki sifat ferroelektrik karena sifat magnetis spontan masih terbentuk (Saltzman, 1981). Bismuth titanat juga memiliki kekuatan dielektrik (κ) yang tinggi, sekitar 200 (Lazarevic, dkk., 2005).

Sifat ferroelektrik bismuth titanat banyak dimanfaatkan untuk pembuatan film tipis yang digunakan untuk berbagai peralatan ferroelektrik. Suhu transisi FE-PE yang tinggi menjadikan bismuth titanat berpeluang dijadikan sebagai bahan *Ferroelectric Random Acces Memories* (FERRAM) dan *Dynamic Random Access Memories* (DRAM) (Schuisky, 2000). Film bismuth titanat yang memiliki sifat superkonduktor juga banyak dimanfaatkan dalam teknologi prosesor (Buhay, dkk., 1991). Kristal tunggal bismuth titanat banyak digunakan sebagai bahan

untuk alat alat elektronik yang membutuhkan suhu tinggi, seperti kapasitor, transduser, sensor, dan lain sebagainya (Sedlar dan Sayer, 1996)

2.3 Pandangan Islam tentang Manfaat Bismuth Titanat

Sintesis bismuth titanat dilakukan karena bismuth titanat memiliki banyak manfaat (Schuisky, 2000). Pemanfaatan bismuth titanat ini berkaitan dengan ayat QS al-Anbiya' (21) 16, yang juga disebutkan dalam QS ad-Dukhan (44) 38:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَعِبْيَتٌ

Artinya: "Dan tidaklah Kami ciptakan Langit dan bumi dan segala yang ada di antara keduanya dengan bermain-main"

Dalam surat al-Anbiya, dijelaskan bahwa penciptaan langit dan bumi adalah kebenaran yaitu keadilan dan kebenaran agar setiap perbuatan manusia mendapatkan balasan yang setimpal. Hal ini juga diperjelas dalam QS. Shad (38) 27 yang juga menjelaskan hal yang demikian.

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطِلًا ذَلِكَ ظُنُونُ الظَّالِمِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلظَّالِمِينَ

كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

Artinya: "Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka"

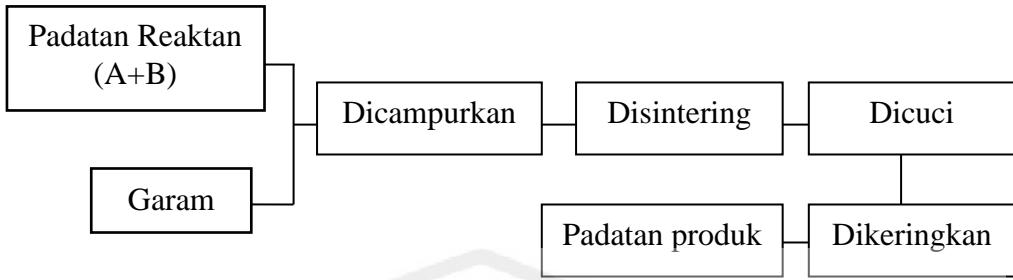
Sementara dalam QS ad-Dukhaan (44) 38, Allah SWT berfirman seraya memberitahukan tentang keadilan dan kesucian diri-Nya dari permainan dan kesia-siaan serta kebathilan yang dijelaskan dalam ayat tersebut. Kebenaran dan keadilan yang dijelaskan dalam QS al-Anbiya (21) 16 juga sejalan dengan kebenaran dan keadilan yang juga dijelaskan dalam QS ad-Dukhaan (44) 38. Hal

ini membuktikan bahwa Allah SWT menciptakan semua hal dengan kebenaran dan keadilan. Begitu pula dengan bismuth titanat yang diciptakan dengan kebenaran dan keadilan sehingga pemanfaatannya juga akan dipertanggungjawabkan dihadapan-Nya.

2.4 Sintesis Bismuth Titanat dengan Metode Lelehan Garam

Metode lelehan garam adalah salah satu metode preparasi serbuk keramik, yang melibatkan penggunaan lelehan garam sebagai media preparasi. Garam dengan titik leleh rendah ditambahkan kedalam reaktan dan dipanaskan sampai melebihi titik leleh dari garam. Garam yang leleh ini digunakan sebagai pelarut (Sikalidis, 2011).

Secara garis besar, metode lelehan garam ini melalui beberapa proses. Proses pertama adalah proses pencampuran prekursor dengan garam, dengan perbandingan jumlah garam yang jauh lebih banyak daripada jumlah prekursor. Proses selanjutnya adalah proses homogenasi yang dilakukan dalam krus alumina dan kemudian dipanaskan sampai suhu diatas suhu eutektik dan didinginkan. Setelah dingin, produk kemudian dicuci menggunakan air hangat untuk memisahkan garam dari prekursor, yang kemudian dikeringkan untuk mendapat produk kering. Secara garis besar, prosedur metode lelehan garam ditampilkan pada Gambar 2.2 (Kimura, 2011).



Gambar 2.2. Prosedur sintesis metode lelehan garam.

Terdapat empat proses yang terjadi saat reaksi pembentukan bismuth titanat terjadi, yaitu (a) proses awal adalah reaksi padatan dan nukleasi, (b) proses kedua merupakan proses pembentukan struktur lempengan (*plate-like*), (c) proses ketiga adalah proses difusi dan nukleasi pinggiran, dan (e) proses terakhir adalah proses difusi dan pertumbuhan kristal (Zhao, dkk., 2014).

Beberapa faktor yang mempengaruhi hasil sintesis dengan metode lelehan garam adalah:

1. Suhu sintering

Suhu sintering sangat berpengaruh pada struktur morfologis kristal, semakin tinggi suhu pemanasan, maka ukuran kristal yang dihasilkan relatif semakin besar. Hal ini dikarenakan pada suhu tinggi, partikel akan menurunkan energi permukaan sehingga partikel yang terbentuk akan semakin baik (Zhao, dkk., 2014).

2. Jenis garam

Jenis garam yang digunakan juga berpengaruh pada kristal yang dihasilkan dari proses sintesis. Jenis garam ini dapat mempengaruhi morfologi dan ukuran partikel produk. Hal ini dimungkinkan karena perbedaan ukuran anion dan kelarutan dari konstituen oksida pada garam. Faktor lain yang juga berpengaruh

adalah transportasi massa dan kelarutan produk terhadap lelehan garam (He, dkk., 2014; Kan, dkk., 2003).

3. Laju penurunan suhu sintering

Laju penurunan suhu sintering sangat mempengaruhi ukuran partikel dan morfologi partikel kristal yang dihasilkan sebagai produk akhir. Semakin kecil laju pendinginan, ukuran kristal relatif semakin besar. Rasio diameter dan ketebalan kristal juga dipengaruhi oleh faktor ini. Laju pendinginan yang lambat dapat mencegah pendinginan mendadak yang mungkin terjadi pada lelehan, sehingga proses nukleasi spontan dapat dicegah (Zhao, dkk., 2014).

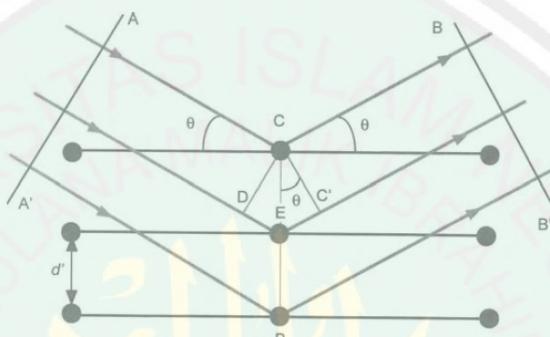
4. Jenis prekursor

Jenis prekursor yang digunakan pada sintesis bismuth titanate juga berperan cukup penting pada morfologi kristal. Penelitian yang dilakukan Kan, dkk., (2003) menunjukkan bahwa kristal yang dihasilkan dari hasil penambahan 5% nano partikel bismuth titanat sebagai material awal cenderung lebih besar, sedangkan yang ditambah 5% bismuth titanat amorf menghasilkan kristal yang berukuran lebih kecil pada suhu sedikit diatas titik eutektik garamnya.

2.5 Analisis Produk dengan Difraksi Sinar-X

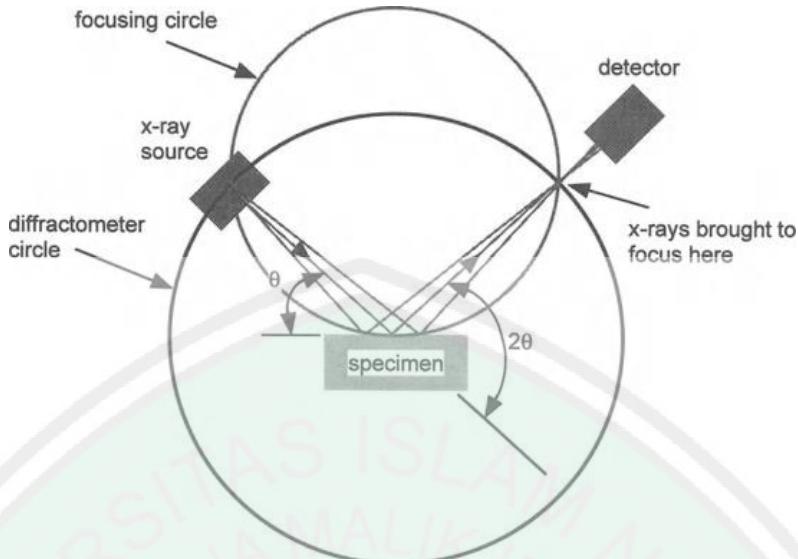
Difraksi menurut pendekatan Bragg menganggap bahwa kristal terdiri dari lapisan-lapisan atau bidang-bidang kaca semi transparan. Sinar-X sebenarnya tidak benar-benar dipantulkan, namun dihamburkan. Berdasarkan Gambar 2.3, sudut datang dan sudut hamburannya diasumsikan sama, sebesar θ , dengan bidang atom. Sinar datang (A) akan dihamburkan oleh bidang atom dengan sudut hamburan yang diasumsikan sama dengan sinar datang (A') (Suryanarayana dan

Norton 1998). Saat Hukum Bragg terpenuhi (memiliki sudut Bragg), sinar yang dipantulkan akan mengalami interferensi konstruktif. Sinar yang memiliki interferensi konstruktif tersebut akan diterima oleh detektor XRD sebagai informasi kuantitatif dan kualitatif dari atom atau senyawa penyusun sampel (West, 1984).



Gambar 2.3 Difraksi sinar-X oleh kristal.

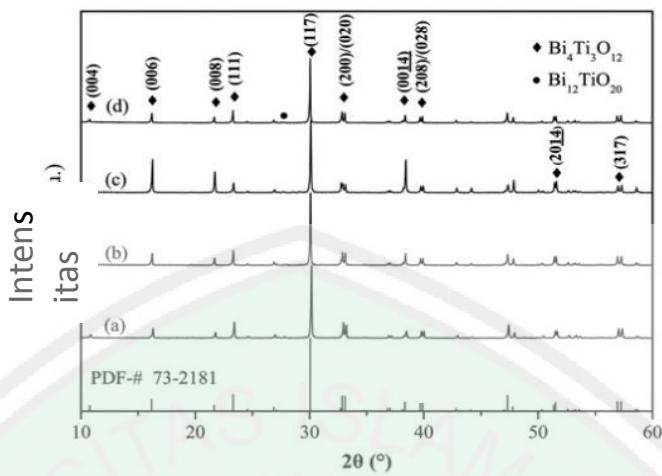
Sinar-X dihasilkan oleh tabung sinar-X, dengan logam target biasa berupa tembaga (Cu). Sinar-X kemudian akan mengenai sampel dan sampel akan mendifraksikannya sesuai berat atom. Sinar yang didifraksikan kemudian akan diterima oleh detektor. Sumber sinar dan detektor akan berputar dengan sudut $\theta - 2\theta$ sehingga akan menghasilkan hamburan sinar pada sudut tertentu. Secara garis besar, difraksi sinar-X ditampilkan pada Gambar 2.4 (Suryanarayana dan Norton, 1998).



Gambar 2.4 Geometri difraksi sinar-X (Suryanarayana dan Norton, 1998).

Zhao, dkk. (2014) telah mensintesis bismuth titanat dengan prekursor Bi_2O_2 dan TiO_2 dengan metode lelehan garam, dimana prekursor bismuth ditambah 7% untuk meminimalisir hilangnya bismuth saat pemanasan akibat mudahnya bismuth menguap pada suhu tinggi. Difraktogram menunjukkan bahwa kelebihan kadar bismuth meningkatkan kemurnian bismuth titanat yang dihasilkan. Hal ini terlihat dari hasil difraktogram 2.5 (d) yang menunjukkan hanya satu puncak kecil milik $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ yang terbentuk, selebihnya adalah puncak milik bismuth titanat.

Gambar 2.5 juga memperlihatkan adanya pengotor yang mungkin terbentuk. Pengotor tersebut adalah senyawa $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ yang juga menghasilkan puncak pada 2θ sekitar 25. Puncak yang dihasilkan memiliki intensitas yang rendah, yang mengindikasikan bahwa kadar pengotor yang terbentuk tidak banyak. Pengotor lain yang mungkin terbentuk adalah prekursor yang mungkin belum bereaksi dengan baik dan juga garam yang masih terdapat pada produk sintesis (Xue, dkk., 2017).



Gambar 2.5 Difraktogram bismuth titanat yang dipanaskan dengan suhu berbeda selama 2 jam; (a) 850, (b) 900 dengan laju penurunan $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ sampai 850, (c) 950 dengan laju penurunan $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ sampai 850, dan (d) 950 $^{\circ}\text{C}$ dengan laju penurunan $0,8\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$.

2.6 Analisis Morfologi dengan SEM

SEM dapat menggambarkan dan menganalisa spesimen bulk. Elektron yang berasal dari penembak elektron dipercepat melalui perbedaan tegangan antara katoda dan anoda dengan tegangan dengan rentang antara 0,1-50 keV. Instrumen SEM dengan tegangan antara 0,1 sampai 50 keV disebut dengan SEM tegangan rendah (*Low-voltage SEM*) (Goldstein, dkk., 2003). SEM banyak digunakan untuk karakterisasi material organik maupun anorganik dalam skala nanometer maupun micrometer. Hal ini karena SEM dapat menghasilkan gambar menyerupai tiga dimensi dan juga gambaran dari permukaan material. SEM dapat digunakan untuk perbesaran antara 10-10.000x (Hawkes, dkk., 1998).

Sampel yang akan dianalisa menggunakan SEM akan diradiasikan dengan elektron yang telah difokuskan. Terdapat beberapa sinyal hasil radiasi antara elektron dengan materi sampel, diantaranya *secondary electron*, *backscattered*

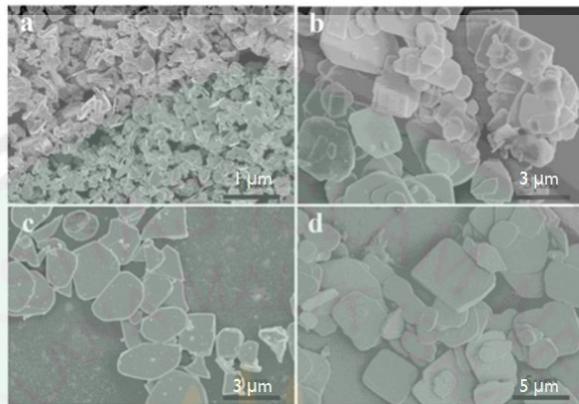
electron, characteristic X-rays, dan beberapa foton dengan energi yang berbeda beda. Sinyal-sinyal ini didapatkan dari emisi spesifik dari sampel yang digunakan untuk mempelajari beberapa sifat dari sampel, seperti topografi, kristalografi, komposisi, dan lain sebagainya (Hawkes, dkk., 1998).

Secondary dan *backscattered electrons* adalah yang paling banyak digunakan karena akan menghasilkan topografi dari material. Penampakan tiga dimensi dari gambar yang dihasilkan SEM dikarenakan besarnya medan elektron dari SEM yang dihasilkan dari *secondary electron* dan *backscattered electrons*. Karakteristik sinar-X (*characteristic x-rays*) merupakan hasil emisi dari elektron yang ditembakkan ke sampel. Hasil dari karakteristik sinar-X adalah informasi kuantitatif maupun kualitatif dari elemen atau atom atom penyusun material (Hawkes, dkk., 1998).

SEM banyak digunakan untuk mengetahui morfologi partikel. Zhao, dkk. (2014) menggunakan SEM untuk mengetahui pengaruh suhu sintesis terhadap morfologi bismuth titanat. Hasilnya, semakin tinggi suhu sintesis maka ukuran partikel akan bertambah besar. Oleh karenanya, suhu akan mempengaruhi pertumbuhan partikel (*grain*) dari suatu senyawa. Hasil karakterisasi morfologi produk dengan menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.6.

Suhu sintesis akan berpengaruh pada ukuran partikel. Semakin tinggi suhu yang digunakan, ukuran partikel yang akan dihasilkan juga akan bertambah besar. Hal ini karena meningkatnya energi permukaan seiring dengan meningkatnya suhu sintesis, sehingga partikel akan memperkecil luas permukaan dengan cara memperbesar ukuran untuk mengurangi energi permukaan (Kan, dkk., 2003).

Suhu optimum yang telah digunakan oleh Zhao, dkk. (2014) adalah 950 °C. Hal ini karena tidak adanya agregasi dan partikel yang dihasilkan juga cukup besar.



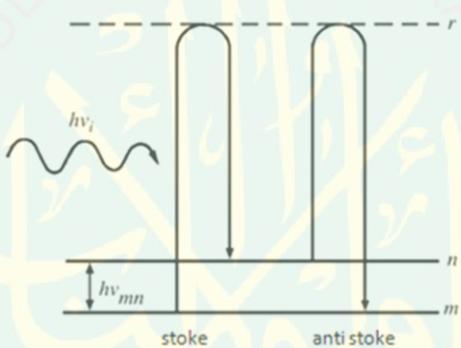
Gambar 2.6. Mikrograf SEM dari senyawa bismuth titanat dengan variasi suhu: (a) 850, (b) 900 dengan laju penurunan 10 °C/menit sampai 850, (c) 950 dengan laju penurunan 10 °C/menit sampai 850, dan (d) 950 dengan laju penurunan 0,8 °C/menit.

2.7 Karakterisasi Lokal Struktur dengan Spektroskopi Raman

Spektroskopi Raman merupakan spektroskopi yang berhubungan dengan vibrasi senyawa berdasarkan hamburan sinar. Sinar yang dihamburkan terdiri dari 2 jenis, yakni (a) hamburan Rayleigh yang kuat dan memiliki frekuensi yang sama dengan sumber sinar, dan (b) hamburan Raman yang frekuensinya tidak sama dengan sumber sinar. Jenis hamburan raman jumlahnya sangat kecil, sehingga dibutuhkan sumber sinar dengan intensitas yang cukup tinggi, sehingga digunakanlah sinar laser (Ferraro, dkk., 2003).

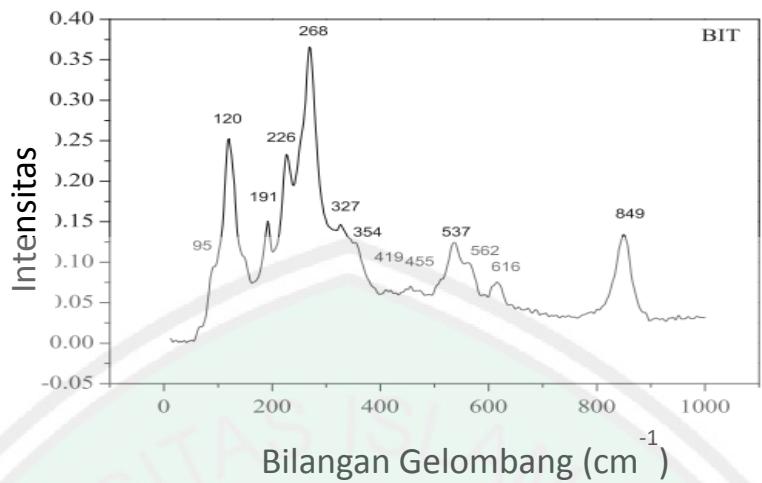
Sumber sinar dengan frekuensi tunggal akan berinteraksi dengan molekul dan mengubah awan elektron sehingga membentuk posisi *short-lived* atau dikenal dengan *virtual state*. Keadaan ini tidak stabil sehingga foton akan sesegera mungkin diradiasikan kembali (Smith dan Dent, 2005). Hamburan Stoke

merupakan hamburan yang memiliki frekuensi hamburan lebih kecil daripada frekuensi sinar datang sehingga menimbulkan transisi dari keadaan dasar rendah (m) dan kembali ke keadaan yang lebih tinggi (n). Hamburan anti-Stoke merupakan hamburan yang memiliki frekuensi hamburan lebih besar daripada frekuensi sinar datang sehingga menimbulkan transisi dari keadaan dasar tinggi (n) dan kembali ke keadaan dasar yang lebih rendah (m). Perbedaan hamburan Stoke dan anti-Stoke ditampilkan pada Gambar 2.7 (Ozaki dan Sasic, 2014).



Gambar 2.7 Hamburan Stoke dan anti-Stoke.

Bismuth titanat memiliki modus vibrasi khas, diantaranya terletak pada 95, 120, 191, 226, 268, 327, 354, 419, 455, 537, 562, 616, dan 849 cm^{-1} . Modus vibrasi khas ini dikarakterisasi dari kristal tunggal bismuth titanat. Modus vibrasi diatas 200 cm^{-1} menggambarkan vibrasi atom Ti-O dalam lapisan *pseudo perovskite*, sementara modus vibrasi kurang dari 200 cm^{-1} menunjukkan vibrasi atom Bi-O pada lapisan Bi_2O_3 . Spektra Raman bismuth titanat dapat dilihat pada Gambar 2.8 (Ranieri, dkk., 2013).



Gambar 2.8 Spektra Raman bismuth titanat kristal tunggal dengan metode lelehan garam.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian telah dilaksanakan pada bulan Maret - Juni 2017 yang bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik Edukasi dan Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Penelitian juga telah dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro (UNDIP) Semarang, Laboratorium Instrumen Jurusan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya, dan Laboratorium Kimia Fisika, Program Studi Kimia Institut Teknologi Bandung (ITB).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan antara lain seperangkat alat gelas, krus alumina, neraca analitik, tanur, *hotplate*, XRD, spektroskopi Raman, dan SEM

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan antara lain Bi_2O_3 (Aldrich, 99,9% serbuk), TiO_2 (Aldrich, 99% serbuk), NaCl (Aldrich, 99,5% serbuk), AgNO_3 (Aldrich, larutan 2,5%) dan akuades.

3.3 Pola dan Rancangan Penelitian

1. Tahap preparasi bahan dan pemanasan awal

Proses ini mencakup pengadaan bahan dan alat, perhitungan jumlah bahan, penggilingan (*grinding*) material awal, proses homogenasi, serta proses pemanasan awal. Proses pemanasan awal dilakukan dibawah titik leleh garam yang bertujuan untuk menaikkan titik didih dari komponen yang bereaksi.

2. Tahapan sintesis bismuth titanat dengan metode lelehan garam

Proses ini mencakup sintesis dengan metode lelehan garam pada suhu 800, 850, 900, dan 950 °C, pendinginan sampai suhu ruang, dan penghilangan kadar garam dengan air panas.

3. Tahapan proses karakterisasi

Proses ini mencakup (a) analisa produk sintesis dengan XRD, (b) karakterisasi perubahan lokal struktur dengan spektroskopi Raman, dan (c) analisa morfologi produk dengan SEM

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal

Target sintesis yang akan dihasilkan sebanyak tiga gram. Prekursor Bi_2O_3 dan TiO_2 yang digunakan dirangkum dalam Tabel 3.1. Prekursor kemudian dihomogenkan dengan digerus dalam mortar agate selama satu jam. Sampel kemudian dipanaskan pada suhu 700 °C selama 6 jam (Zhao, dkk., 2014; Kan, dkk., 2003).

Tabel 3.1 Massa tiap reaktan hasil perhitungan

Nama Reaktan	Massa (g)
Bi ₂ O ₃	2,3859
TiO ₂	0,6136
NaCl	2,3598

3.4.2 Sintesis Bismuth Titanat dengan Metode Lelehan Garam

Sampel dan garam dengan perbandingan mol produk dan garam 1:15,8 dihomogenkan dengan digerus dalam mortar agate selama satu jam. Campuran kemudian dipanaskan dengan suhu 800 °C dan ditahan selama 4 jam. Suhu pemanasan kemudian diturunkan dengan laju penurunan suhu 2 °C/menit. Hal yang sama juga dilakukan dengan suhu pemanasan 850, 900, dan 950 °C. Sampel kemudian dikeluarkan dari dalam tanur dan diletakkan diatas kertas saring dalam corong *buchner*. Produk kemudian dicuci dengan air hangat berulang kali sampai garam hilang. Adanya garam dapat dianalisa dengan meneteskan larutan AgNO₃ ke dalam filtrat. Terbentuknya endapan putih mengindikasikan masih adanya garam dalam filtrat. Setelah kadar garam hilang, produk dioven pada suhu 75 °C sampai kering (Zhao, dkk., 2014).

3.4.3 Karakterisasi dan Analisis Data Bi₄Ti₃O₁₂ menggunakan Instrumen XRD

Karakterisasi XRD bertujuan untuk menganalisa produk sintesis dan struktur kristalnya. Pengukuran dilakukan pada rentang 2θ (°) = 10-90. Difraktogram yang dihasilkan kemudian dibandingkan hasilnya sesuai dengan data *Inorganic Crystall Structure Database* (ICSD) nomor 35-0795. Hasil difraktogram XRD dianalisa (*refinement*) menggunakan perangkat lunak Rietica

dengan metode Le-Bail untuk mendapatkan data kristalografinya (Lazarevi, dkk., 2007).

3.4.4 Karakterisasi Morfologi dan Analisis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan Instrumen SEM

Karakterisasi SEM bertujuan untuk menganalisa morfologi dan topografi partikel, struktur partikel, ukuran dan pertumbuhan partikel dengan adanya variasi suhu sintering. Produk yang telah disintesis kemudian dianalisa menggunakan Instrumen SEM dengan perbesaran 3.000–20.000 kali (Kan, dkk., 2003). Data yang telah didapatkan kemudian dianalisa menggunakan perangkat lunak *Image J* agar terlihat ukuran partikel secara kualitatif

3.4.5 Karakterisasi dan Analisis Spektra $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan Spektroskopi Raman

Karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi khas bismuth titanat. Karakterisasi menggunakan sumber sinar laser hijau dengan panjang gelombang 532 nm. Perubahan lokal struktur diamati dari perubahan modus vibrasi Raman senyawa produk sintesis. Jenis modus vibrasi bismuth titanat dirangkum dalam Tabel 3.2 (Ranieri, dkk., 2013).

Tabel 3.2 Modus vibrasi bismuth titanat dan jenis ikatannya (Ranieri, dkk., 2013; Kojima, dkk., 1994; Balachandran dan Eror, 1982; Du, dkk., 2003)

Jenis Vibrasi Ikatan	Bilangan gelombang (cm^{-1})
Pergeseran relatif bismuth titanat terhadap lapis pseudo perovskite	60
Pergeseran kation A dan/ atau B	95, 120
TiO_6 bending	191, 226, 268, 327
TiO_6 stretching	562, 849

BAB IV

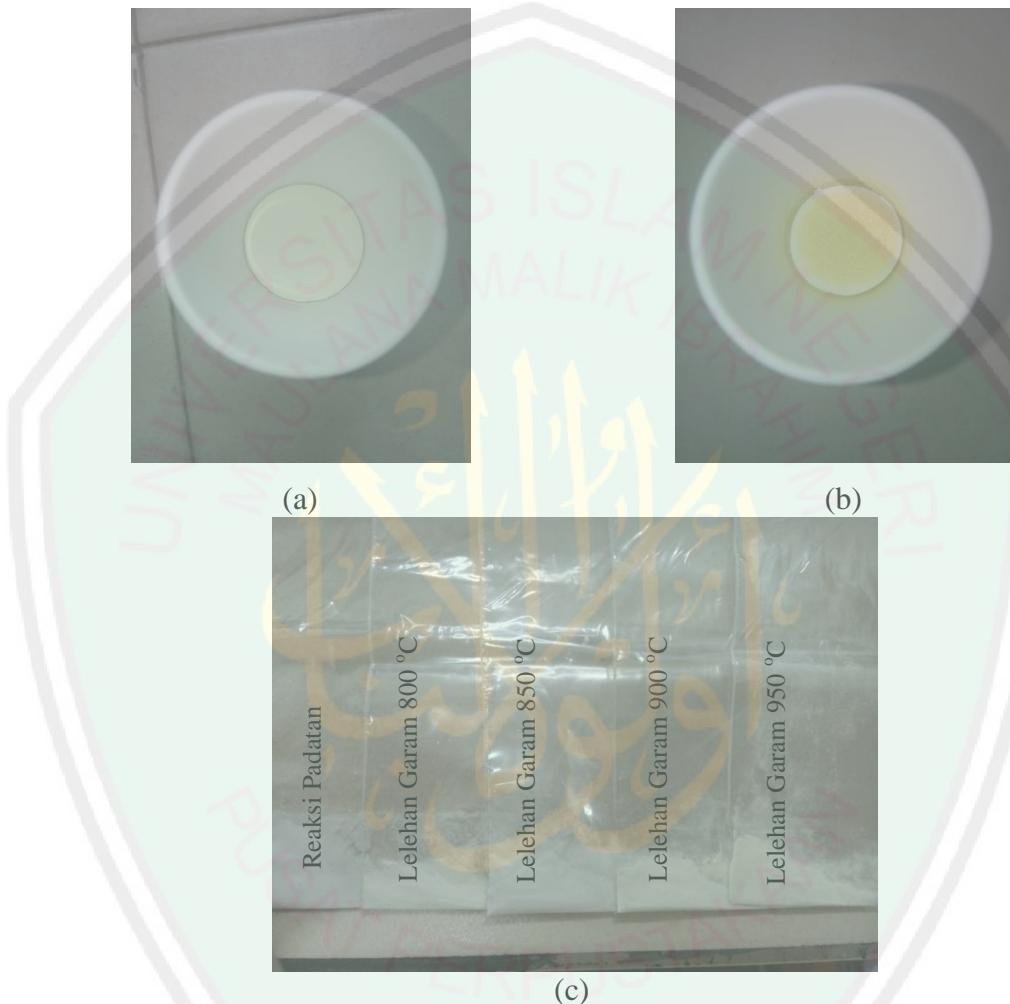
HASIL DAN PEMBAHASAN

Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dalam penelitian ini disintesis dengan metode lelehan garam menggunakan garam tunggal NaCl. Variasi suhu sintesis digunakan untuk mengetahui efek perubahan suhu terhadap senyawa yang dihasilkan dengan variasi suhu 800, 850, 900, dan 950 °C. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik XRD, spektroskopi Raman dan SEM.

4.1 Sintesis Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan Metode Lelehan Garam

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilakukan dengan mereaksikan bismuth oksida (Bi_2O_3) dan titanium oksida (TiO_2) dengan metode lelehan garam. Bi_2O_3 dan TiO_2 penelitian ini dilakukan pemanasan awal (tanpa penambahan garam) pada suhu 600 °C selama 4 jam untuk mencegah penguapan bismuth oksida pada suhu tinggi (Kan, dkk. 2003). Sampel kemudian dipanaskan dengan metode lelehan garam dengan variasi suhu sintesis 800, 850, 900, dan 950 °C dan dihasilkan serbuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Perubahan sebelum dan sesudah pemanasan dengan metode lelehan garam dapat dilihat pada Gambar 4.1. Perubahan warna terjadi pada sampel sebelum dan sesudah proses kalsinasi (Gambar 4.1). Perubahan warna sampel dari yang awalnya putih menjadi kuning selama proses kalsinasi mengindikasikan bahwa telah terjadi reaksi kimia, sehingga dapat dikatakan bahwa reaksi kimia telah terjadi pada sampel selama proses kalsinasi. Gambar 4.1 (b) menunjukkan perubahan sampel setelah proses kalsinasi namun masih terdapat NaCl. Setelah

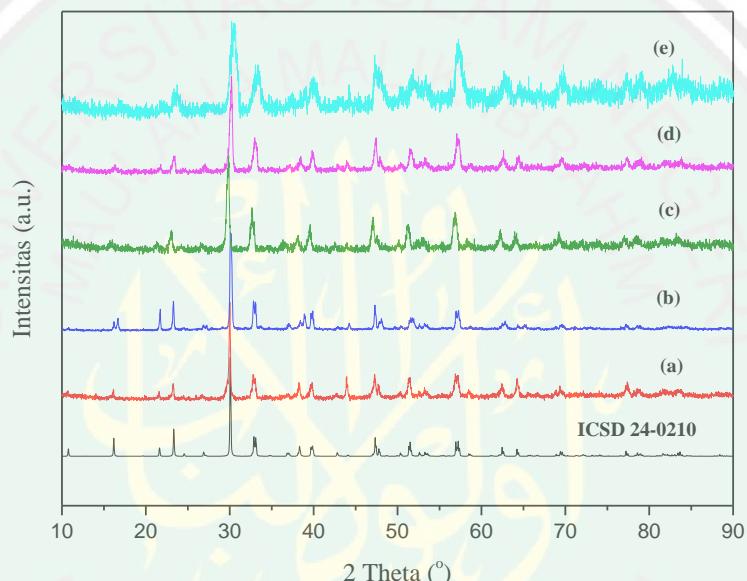
NaCl dihilangkan, warna sampel berubah dan terlihat dalam Gambar 4.1 (c). warna sampel setelah dilakukan pencucian adalah putih kekuningan.



Gambar 4.1 $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (a) sebelum, (b) sesudah pemanasan dengan metode lelehan garam, dan (c) setelah pencucian dengan akuades

4.2 Karakterisasi Struktur Senyawa Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) menggunakan XRD

Sampel yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fasanya dan struktur kristalnya. Difraktogram XRD sampel ditampilkan pada Gambar 4.3. Difraktogram yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan standar ICSD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (No. 24-0210).



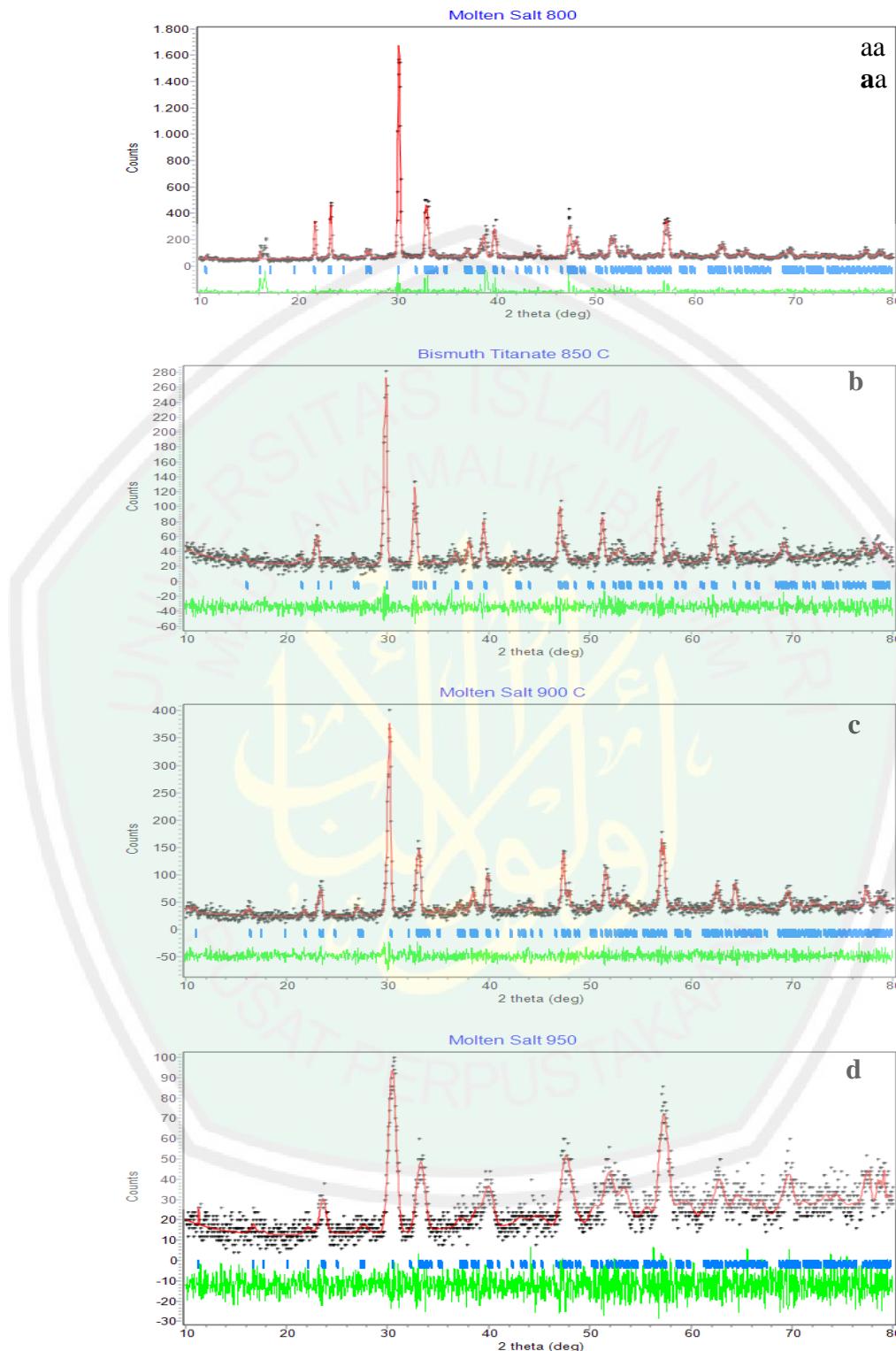
Gambar 4.2 Difraktogram $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis (a) reaksi padatan, metode lelehan garam dengan suhu sintesis (b) 800, (c) 850, (d) 900, dan (e) 950 °C

Hasil difraktogram $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki kesesuaian dengan standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Hal ini menunjukkan telah terbentuknya senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan tidak ada pengotor yang ditandai dengan tidak adanya puncak-puncak difraksi dari pengotor tersebut dan kesesuaian puncak sintesis dengan standar. Puncak tertinggi difraktogram yang terletak 2θ sekitar 30° mengalami pergeseran dengan meningkatnya suhu sintesis. Pergeseran ini dimungkinkan dikarenakan perubahan parameter kisi yang terlihat dari hasil *refinement*.

4.3 Refinement Data XRD Senyawa Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$)

Refinement dilakukan bertujuan untuk memperoleh data kristalografi senyawa hasil sintesis. *Refinement* dilakukan dengan menggunakan program *Rietica* dengan metode Le Bail. Parameter *Input* yang digunakan dalam refinement ini adalah standar ICSD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (No. 24-0210) dengan grup ruang $B2cb$ dan kisi kristal orthorombik dengan parameter kisi $a=5,44513$ (\AA), $b=5,41014$ (\AA) $c=32,8565$ (\AA) dan $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$. Hasil *refinement* diperlihatkan pada gambar 4.3.

Dalam Gambar 4.3 terlihat adanya garis hitam, merah, hijau, dan biru. Garis merah merupakan puncak hasil perhitungan perangkat lunak *Rietica*. Titik-titik hitam merupakan koordinat yang membentuk puncak-puncak difraktogram hasil karakterisasi. Garis merah dan hitam saling tumpang-tindih menunjukkan kesesuaian difraktogram hasil karakterisasi dengan perhitungan perangkat lunak. Kesesuaian yang tinggi antara garis merah dan hitam akan menghasilkan garis hijau yang cenderung rata. Sementara untuk garis hijau yang tidak teratur menandakan bahwa di sekitar 2θ tersebut terdapat kesesuaian yang rendah antara hasil karakterisasi dan hasil perhitungan perangkat lunak. Sementara untuk garis biru menandakan adanya puncak yang seharusnya ada di sekitar 2θ tersebut (Ladd dan Palmer, 2003).



Gambar 4.3 Hasil *refinement* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan suhu sintesis (a) 800, (b) 850, (c) 900, dan (d) 950 °C

Data kristalografi hasil *refinement* dirangkum pada Tabel 4.1. Nilai kesesuaian parameter *R_p* dan *R_{wp}* untuk semua sampel masih cukup rendah, berkisar diatas 10% untuk Bi₄Ti₃O₁₂ yang disintesis dengan suhu 800, 850, dan 900 °C. untuk Bi₄Ti₃O₁₂ yang disintesis dengan suhu 950 °C, nilai kesesuaian *R_p* dan *R_{wp}* lebih tinggi, sekitar 15,32. Hal ini menurut Ladd dan Palmer (2003) dapat disebabkan karena beberapa hal, seperti *background*, polarisasi, absorpsi, asimetri struktur, bentuk puncak, atau refleksi berulang dari kristal yang dianalisis.

Tabel 4.1 Data kristalografi Bi₄Ti₃O₁₂ hasil *refinement*

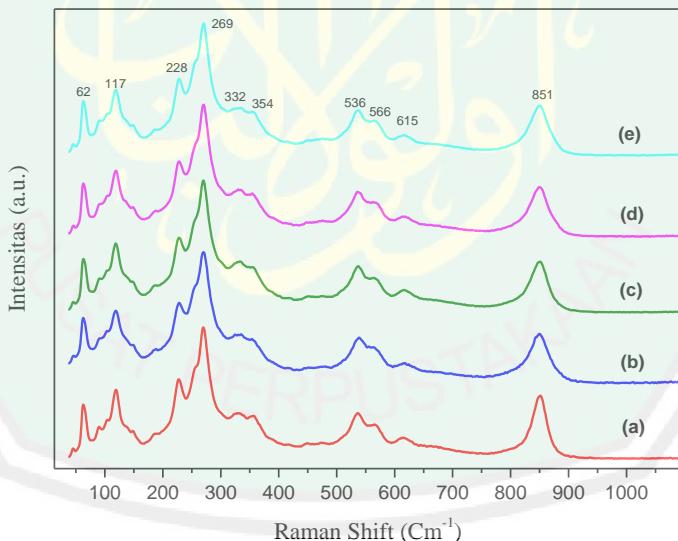
Parameter	800 °C	850 °C	900 °C	950 °C
Sistem Kristal	Orthorombik	Orthorombik	Orthorombik	Orthorombik
Grup Ruang	<i>B2cb</i>	<i>B2cb</i>	<i>B2cb</i>	<i>B2cb</i>
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4	4	4	4
Panjang <i>a</i>	5,4460	5,4429	5,4441	5,4452
Panjang <i>b</i>	5,4089	5,4213	5,4109	5,4169
Panjang <i>c</i>	32,7747	32,7808	32,8705	32,8515
Volume Sel (V)	965,4601	967,3046	968,2951	969,0004
<i>R_p</i> (%)	12,48	13,73	12,03	15,32
<i>R_{wp}</i> (%)	16,31	15,48	14,65	19,83
<i>GoF</i> (χ^2)	0,488	0,041	0,050	0,024

Tabel 4.1 menunjukkan perubahan yang terjadi dari hasil perhitungan *refinement* sampel. Panjang *a*, *b*, dan *c* kristal sampel mengalami fluktuatif. Hal ini mengindikasikan bahwa perubahan suhu sintesis menyebabkan perubahan panjang kisi kristal sampel. Sementara untuk volume sampel, dengan meningkatnya suhu, volume sampel mengalami peningkatan. Hal ini

dimungkinkan terjadinya pemuaian kisi kristal dengan meningkatnya suhu sintesis.

4.4 Karakterisasi Lokal Struktur Senyawa Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan Spektroskopi Raman

Karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman digunakan untuk mengetahui modus vibrasi lokal struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan variasi suhu kalsinasi. Hasil spektra Raman $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 4.4. Gambar 4.4 memperlihatkan spektra $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis yang memiliki beberapa puncak. Puncak-puncak tersebut mengindikasikan adanya vibrasi khas ikatan yang dihasilkan oleh senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.



Gambar 4.4 Spektra Raman $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis (a) reaksi padatan, metode lelehan garam dengan suhu sintesis (b) 800, (c) 850, (d) 900, dan (e) 950 °C

Data spektra $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ pada Gambar 4.4 menunjukkan modus vibrasi khas dari senyawa Aurivillius yaitu modus vibrasi 62 cm^{-1} yang merupakan modus vibrasi pergeseran lapis bismuth terhadap lapis *perovskite*. Jika dibandingkan

dengan penelitian terdahulu maka spektra Raman sampel mempunyai kesesuaian dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Du dkk, (2003), Ranieri (2013), dan Kojima (1994) dengan daftar jenis vibrasi ikatan dan bilangan gelombang dirangkum dalam Tabel 4.2. Hal tersebut menunjukkan bahwa pada semua variasi suhu telah terbentuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan baik. Gambar 4.4 juga memperlihatkan bahwa pada semua variasi suhu diperoleh spektra dengan tidak adanya pergeseran ataupun perubahan pada puncak-puncak yang dihasilkan. Hal ini mengindikasikan bahwa variasi suhu sintesis tidak mengubah lokal struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dihasilkan.

Tabel 4.2 Modus vibrasi spektra $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis dan jenis ikatannya
(Ranieri, dkk. 2013; Kojima, dkk. 1994; Du, dkk. 2003)

Jenis Vibrasi Ikatan	Bilangan Gelombang (cm^{-1})
Pergeseran relatif bismuth titanat terhadap lapis pseudo <i>perovskite</i>	62, 536, 615
Pergeseran Kation A dan atau B	117
TiO_6 <i>bending</i>	228, 269, 332
TiO_6 <i>stretching</i>	566, 354, 851

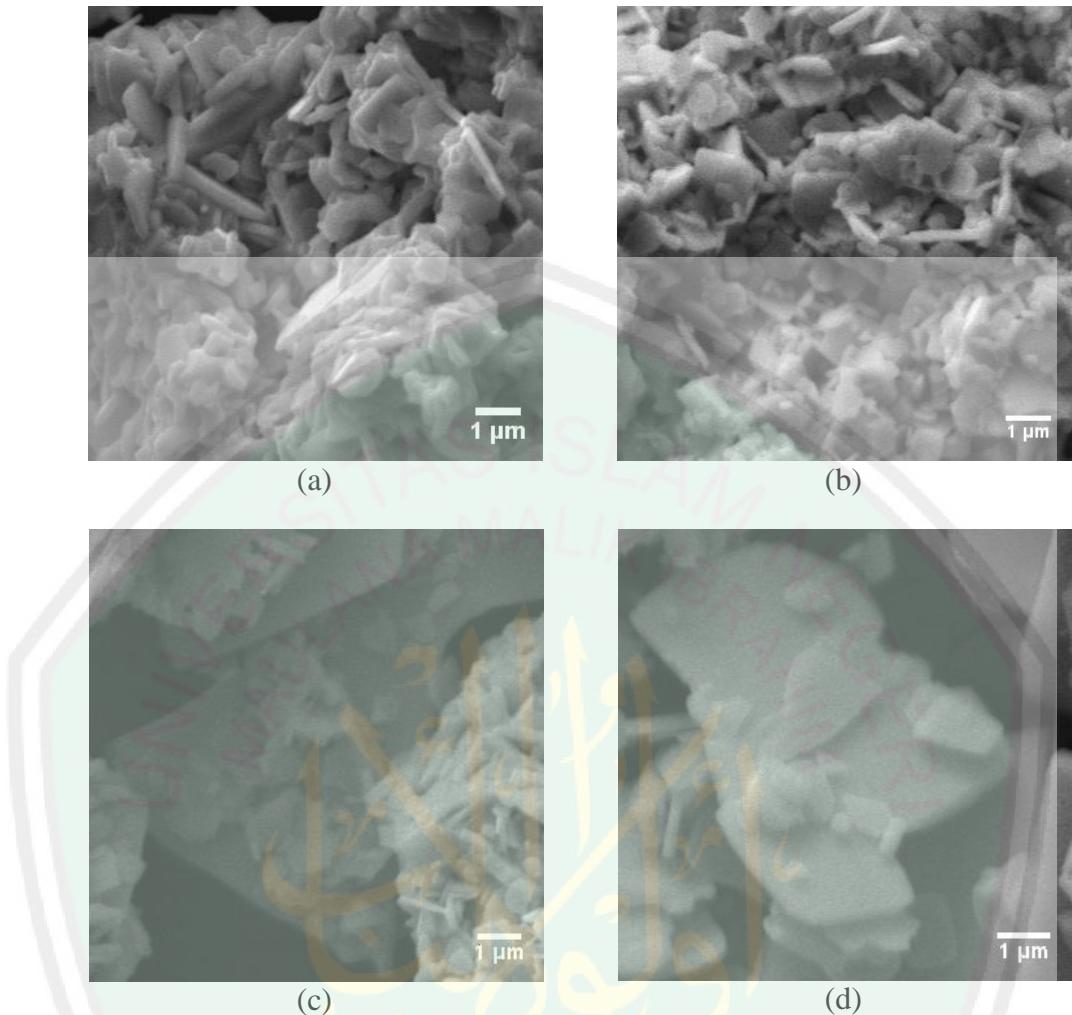
4.5 Karakterisasi Morfologi Partikel Bismuth Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan SEM

Karakterisasi menggunakan SEM betujuan untuk mengetahui morfologi partikel dari sampel. Hasil karakterisasi menggunakan SEM ditampilkan pada Lampiran 5 dan gambar hasil olahan perangkat lunak *Image-J* dengan skala 1 μm terlihat pada Gambar 4.5.

Gambar 4.5 memperlihatkan bahwa pada suhu 800 dan 850 °C (Gambar 4.5 (a) dan (b)) partikel *plate-like* sudah terbentuk dengan ukuran yang masih relatif

kecil dan antar partikel saling tumpang tindih membentuk agregat. Sementara pada suhu 900 dan 950 °C (Gambar 4.5 (a) dan (b)) partikel *plate-like* semakin membesar dan agregat mulai berkurang. Hal ini dikarenakan pada suhu yang tinggi energi permukaan akan meningkat dengan meningkatnya luas permukaan partikel. Untuk mengurangi energi permukaan tersebut, maka partikel akan berdifusi dan bergabung membentuk partikel yang berukuran lebih besar (Kimura 2011; Rahaman 2007). Pengurangan energi permukaan juga menjadi alasan untuk berkurangnya jumlah partikel dan meningkatnya ukuran partikel saat suhu sintesis semakin ditingkatkan.

Pengurangan energi permukaan pada suhu yang lebih tinggi memang menjadikan bismuth titanat memiliki ukuran yang lebih besar pada suhu yang lebih tinggi. Namun bentuk *plate-like* yang dihasilkan oleh metode lelehan garam hanya memperlebar ukuran *grain* yang dihasilkan namun tidak mempertebalnya. Hal ini menurut Zhao, dkk (2014) dikarenakan setelah proses pematangan, beberapa partikel kecil berkurang jumlahnya dan derajat kelarutan menurun. Proses nukleasi di daerah pinggiran membutuhkan derajat kelarutan yang tinggi, sehingga ketebalan partikel tidak berubah dan pertumbuhan di daerah tepian menjadi proses utama. Selain itu, laju pertumbuhan pada permukaan partikel menjadi rendah karena halusnya struktur permukaan pada skala atomik.



Gambar 4.5 Gambar SEM yang disintesis dengan metode lelehan garam pada suhu (a) 800, (b) 850, (c) 900, dan (d) 950 °C dengan perbesaran 800 kali

4.6 Sintesis dan Karakterisasi dalam Perspektif Islam

Sintesis dan karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ pada penelitian ini dilakukan karena banyaknya manfaat yang dimiliki oleh $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Manfaat-manfaat yang dimiliki oleh $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ merupakan kekuasaan Allah SWT yang patut disyukuri dan dipelajari oleh manusia. Hal ini sesuai dengan firman Allah pada QS ali Imran (3): 190-191

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاحْتِلَافِ الَّيلِ وَالنَّهَارِ لَا يَسْتِدِلُّ أَفَلِ الْأَلْبَابِ
 الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيمًا وَقُعُودًا وَعَلَى جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ
 وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطِلاً سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: “190. Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. 191. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka”

Ayat ini menjelaskan tentang makna memahami ciptaan Allah SWT dan hikmah didalamnya yang menunjukkan keagungan, kekuasaan, keluasan ilmu, hikmah, pilihan, dan rahmat Allah SWT. Kalimat *Rabbanaa maa khalaqta haadzaa baathilaa* menunjukkan tidak adanya ciptaan Allah SWT yang sia-sia, tetapi penuh kebenaran. Ayat ini juga didukung oleh QS Shad (38) 27 yang juga menjelaskan mengenai ciptaan Allah SWT yang tanpa hikmah (Abdullah, 1994).

Salah satu bentuk ciptaan Allah SWT adalah $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang memiliki banyak manfaat. Manfaat tersebut bergantung pada struktur dan morfologi partikelnya yang dipengaruhi oleh suhu sintesis. Semakin tinggi suhu sintesis yang digunakan, maka akan bertambah besar ukuran partikel yang dihasilkan. Ukuran partikel yang besar dapat dimanfaatkan sebagai material ferroelektrik, sementara untuk material yang berukuran kecil dapat dimanfaatkan sebagai material fotokatalis (Lazarevi, dkk., 2007). Sebagaimana firman Allah dalam QS al-Furqan (25): 2

الَّذِي لَهُ مُلْكُ الْسَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ
 وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ﴿١﴾

Artinya: “yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(Nya), dan dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya”

Ayat diatas menjelaskan bahwa Allah SWT telah menciptakan dan menetapkan ukuran serapi-rapinya. Semua yang diciptakan oleh Allah SWT telah diatur dibawah kekuasaannya. Hal ini berarti bahwa Allah juga telah mengatur manfaat dan potensi sesuai kadar yang cukup bagi semua ciptaan-Nya (Abdullah, 1994).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Variasi suhu yang digunakan untuk mensintesis Bismuth titanat Aurivillius ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan metode lelehan garam tidak mengubah struktur kristal maupun lokal struktur dari sampel yang dihasilkan. Morfologi *plate-like* yang dimiliki sampel ukurannya semakin membesar dengan meningkatnya suhu sintesis

5.2 Saran

Sebaiknya dalam proses sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilakukan dengan waktu yang lebih lama dan menggunakan variasi rasio $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}:\text{NaCl}$ untuk menghasilkan morfologi *plate-like* yang lebih baik

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. 1994. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 2*. Kairo: Mu-assasah Daar al-Hilaal.
- Abdullah. 1994. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 5*. Kairo: Mu-assasah Daar al-Hilaal.
- Abdullah. 1994. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 6*. Kairo: Mu-assasah Daar al-Hilaal.
- Abdullah. 1994. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 7*. Kairo: Mu-assasah Daar al-Hilaal.
- Arney, D., Porter, B., Greve, B., Maggard, P. A. 2008. New Molten-Salt Synthesis and Photocatalytic Properties of $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ Particles. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 199(2–3); 230–235.
- Balachandran, U dan Eror, N.G, 1982. Laser Induced Raman Scattering in Calcium Titanate. *Solid State Communications*, 44(6); 815–818.
- Buhay, H., Sinharoy, S., Kasner, W. H., Francombe, M. H., Lampe, D. R., Stepke, E. 1991. Pulsed Laser Deposition and Ferroelectric Characterization of Bismuth Titanate Films. *Applied Physics Letters*, 58(14); 1470–1472.
- Du, Y. L., Zhang, M. S., Chen, Q., Yin, Z. 2003. Investigation of Size Driven Phase Transition in Bismuth Titanate Nanocrystals by Raman Spectroscopy. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 76(7); 1099–1103.
- Ferraro, J. R., Nakamoto, K., dan Brown, C. W. 2003. *Introductory Raman Spectroscopy. Direct* (Second Edition). London: Academic Press.
- Goldstein, J., Lyman, C. E., Newbury, D. E., Joy, D. C. 2003. *Scanning Electron Microscopy* (Third Edition). New York: Springer Science + Business Media New York.
- Hawkes, E. P. W., Board, E., Siegman, A. L. S. A. E., Lotsch, M. E. H. K. V. 1998. *Springer Series in Optical Sciences Volume 45 Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH Springer Series in Optical Sciences* (Second Completely Revised, Volume 45). New York: Springer-Verlag Berlin Heidelbelg.
- He, H., Yin, J., Li, Y., Zhang, Y., Qiu, H. 2014. Applied Catalysis B : Environmental Size Controllable Synthesis of Single Crystal Ferroelectric $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheet Dominated with {001} Facets Toward Enhanced Visible light driven Photocatalytic Activities. *Applied Catalysis B, Environmental* 156–157; 35–43.
- Jardiel, T., Caballero, A., Villegas, M. 2008. Aurivillius ceramics: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Based Piezoelectrics. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 116(1352), 511–518.

- Kan, Y., Jin, X., Wang, P., Li, Y., Cheng, Y. B., Yan, D. 2003. Anisotropic Grain Growth of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ in Molten Salt Fluxes. *Materials Research Bulletin*, 38(4), 567–576.
- Kasap, S dan Capper, P. 2006. *Springer Handbook of Ferroelectric and Photonic Materials*. New York: Springer Science + Bussiness Media.
- Ke, X., Cao, J., Zheng, M., Chen, Y., Liu, J., Ji, G. 2007. Molten Salt Synthesis of Single Crystal Co_3O_4 Nanorods. *Materials Letters*, 61(18); 3901–3903.
- Kim, C., Sekino, T., Niihara, K. 2003. Synthesis of Bismuth Sodium Titanate Nanosized Powders by Solution/Sol–Gel Process. *Journal of the American Ceramic*, 86(9); 1464–1467.
- Kimura, T. 2011. *Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders. Advances in Ceramics - Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications*. Rijeka: InTech.
- Kimura dan Kanazawa. 1983. Preparation of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Powders in the Presence of Molten Salt Containing LiCl . *Advance in Ceramics-Synthesis and Characterization, Processing and Specific Application* (66) 8; 597-600
- Kimura, T., Yamaguchi, T. 1983. Fused Salt Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Ceramic International*
- Kojima, S., Imaizumi, R., Hamazaki, S., Takashige, M. 1994. Raman Scattering Study of Bismuth Layer Structure Ferroelectrics. *Japanese Journal of Applied Physics*, 33(9 S); 5559–5564.
- Ladd dan Palmer. 2003. *Structure Determination by X-ray Crystallography Fourth Edition*. New York: Springer Science + Business Media
- Lazarevic, Z., Stojanovic, B. D., Varela, J. A. 2005. Approach to Analyzing Synthesis, Structure and Properties of Bismuth Titanate Ceramics. *Science of Sintering*, 37(3); 199–216.
- Lazarevi, Z. Ž., Rom, N. Ž., Todorovi, M., Stojanovi, B. D. 2007. Structural and Ferroelectrical Properties of Bismuth Titanate Ceramic Powders Prepared by Mechanically Assisted Synthesis. *Science of Sintering*, 39; 177–184.
- Ozaki, Y dan Sasic, S. 2008. *Pharmaceutical Application of Raman Spectroscopy*. New Jersey: John Wiley and Sons.
- Pardo, L dan Ricote, J. 2011. *Multifunctional Polycrystalline Ferroelectric Materials: Processing and Properties*. Dordrecht: Springer.
- Pookmanee, P., Uriwilast, P., Phanichpant, S. 2004. Hydrothermal Synthesis of Fine Bismuth Titanate Powders. *Ceramics International*, 30(7); 1913–1915.

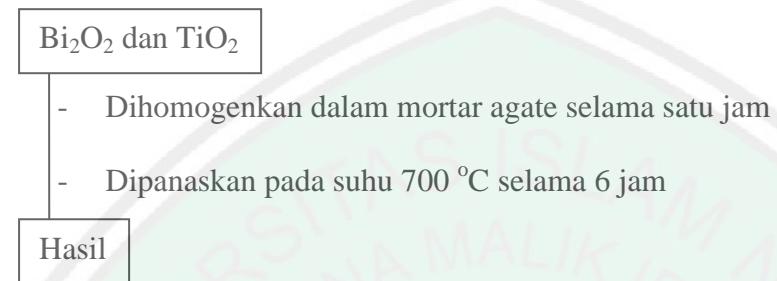
- Porob, D. G dan Maggard, P. A. 2006. Synthesis of Textured $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ and $\text{LaBi}_4\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ Ferroelectric Layered Aurivillius Phases by Molten Salt Flux Methods. *Materials Research Bulletin*, 41(8); 1513–1519.
- Rahaman. 2007. *Sintering of Ceramics*. Florida: CRC Press
- Ranieri, M. G. A., Aguiar, E. C., Cilense, M., Simões, A. Z., Varela, J. A. 2013. Syntheses of Bismuth Titanate Templates Obtained by the Molten Salt Method. *Ceramics International* 39; 7291-7296.
- Roy, A., Prasad, R., Auluck, S., Garg, A. 2013. Engineering Polarization Rotation in Ferroelectric Bismuth Titanate. *Applied Physics Letters*, 102(18).
- Saltzman. 1981. *Advances in Geophysic Volume 23*. London: Academic Press
- Sanson, A dan Whatmore, R.W. 2005. Phase Diagram of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - BaTiO_3 - $(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})\text{TiO}_3$ System. *Journal American Ceramic Society*, 88(11); 3147-3153.
- Schuisky, M. 2000. CVD and ALD in the Bi-Ti-O System. *Disertasi*. Uppsala: Faculty of Science and Technology Uppsala University.
- Sedlar, M., dan Sayer, M. 1996. Structural and Electrical Properties of Ferroelectric Bismuth Titanate Thin Films Prepared by The Sol Gel Method. *Ceramics International*, 22(3); 241–247.
- Sikalidis, C. 2011. *Advances in Ceramics Synthesis and Processing and Specific* Rijeka: InTech.
- Smith, E dan Dent G. 2005. *Modern Raman Spectroscopy - A Practical Approach*. Chichester: John Wiley & Sons
- Suryanarayana, C dan Norton, M. 1998. *X-Ray Diffraction A Practical Approach*. New York: Springer Science + Business Media.
- Ueda, K., Tabata, H., dan Kawai, T. 1999. Coexistence of Ferroelectricity and Ferromagnetism in BiFeO_3 - BaTiO_3 Thin Films at Room Temperature. *Applied Physics Letters*, 75(4); 555-557.
- Villegas, M., Caballero, A. C., Moure, C., Durán, P., dan Fernández, J. F. 1999. Factors Affecting the Electrical Conductivity of Donor-Doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Piezoelectric Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 82(9); 2411–2416.
- Wang, W., Xu, C., Wang, G., Liu, Y., dan Zheng, C. 2002. Preparation of Smooth Single Crystal Mn_3O_4 Nanowires. *Advanced Materials*, 14(11); 837–840.
- West, A, R. 1984. *Solid State Chemistry and It's Applications*. New Delhi: John Wiley and Sons.

- Xu, C. Y., Zhen, L., Yang, R., dan Zhong, L. W. 2007. Synthesis of Single Crystalline Niobate Nanorods via Ion-Exchange Based on Molten Salt Reaction. *Journal of the American Chemical Society*, 129(50); 15444–15445.
- Xue, P., Hu, Y., Xia, W., Wu, H., Zhu, X. 2017. Molten-Salt Synthesis of BaTiO₃ Powders and Their Atomic-Scale Structural Characterization. *Journal of Alloys and Compounds*, 695; 2870–2877.
- Yao, W. F., Wang, H., Xu, X. H., Shang, S. X., Hou, Y., Zhang, Y., dan Wang, M. 2003. Synthesis and Photocatalytic Property of Bismuth Titanate Bi₄Ti₃O₁₂. *Materials Letters*, 57(13–14); 1899–1902.
- Zhao, Z., Li, X., Ji, H., dan Deng, M. 2014. Formation Mechanism of Plate-like Bi₄Ti₃O₁₂ Particles in Molten Salt Fluxes Formation Mechanism of Plate-like Bi₄Ti₃O₁₂ Particles in Molten Salt Fluxes. *Integrated Ferroelectric: An International Journal*, 154(154); 37–41.

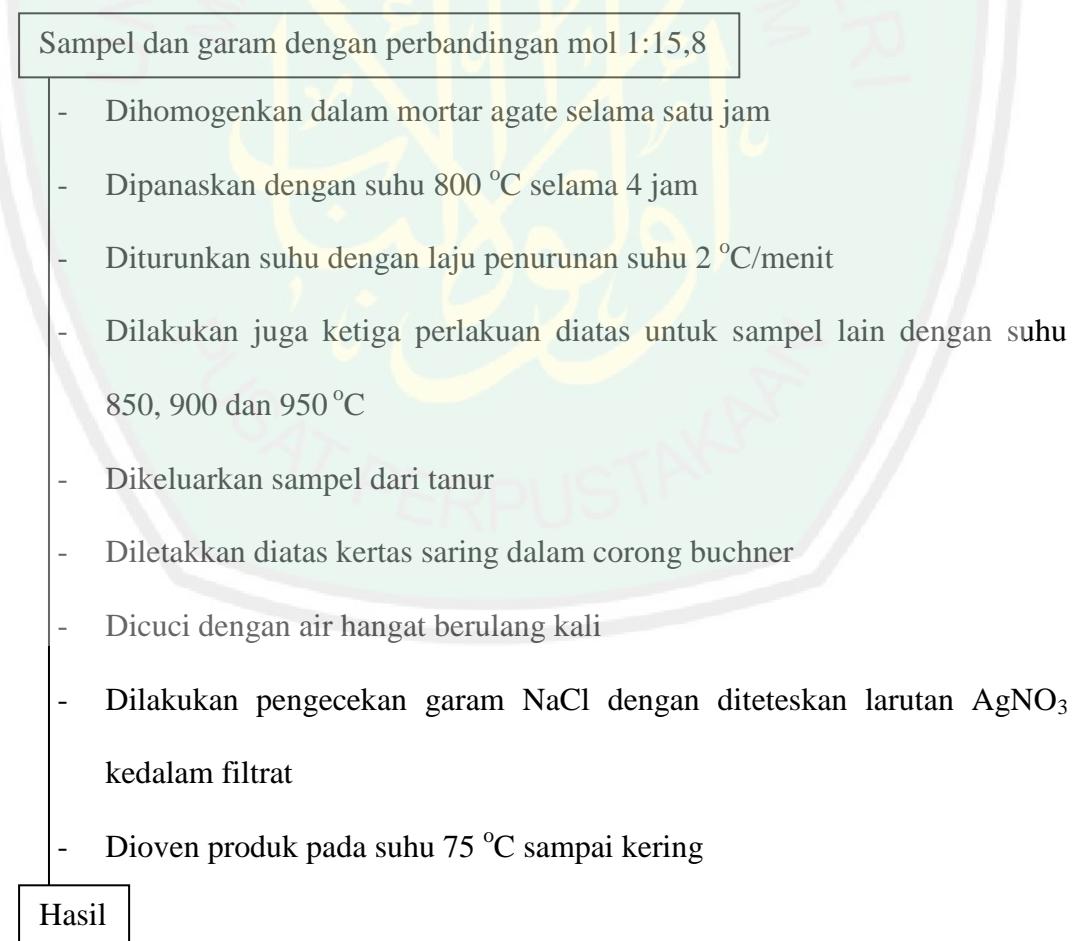
DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

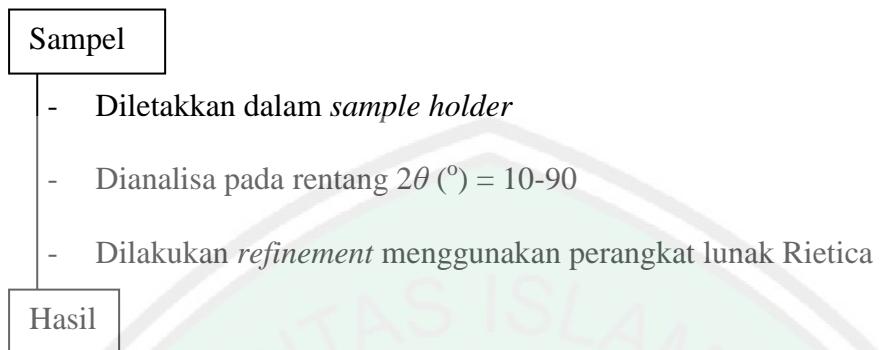
1. Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal



2. Sintesis dengan Metode Lelehan Garam



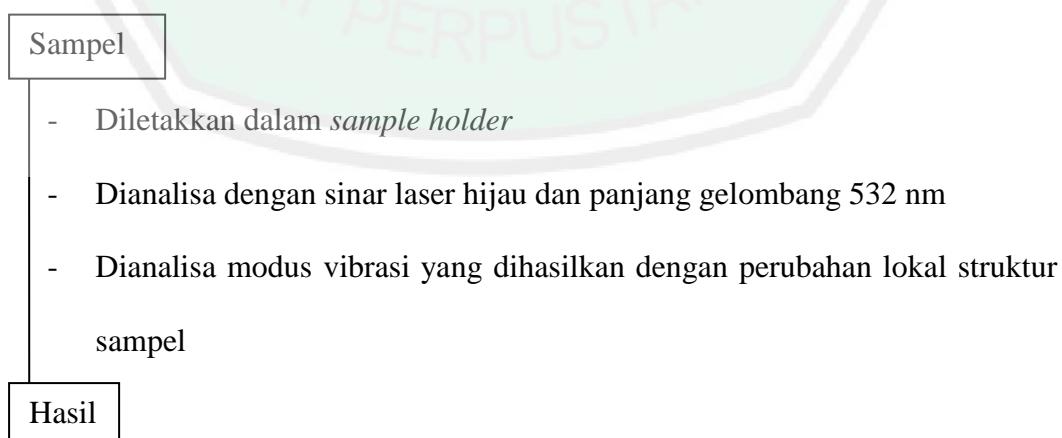
3. Karakterisasi dan Analisis Data $\text{Bi}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ menggunakan Instrumen XRD



4. Karakterisasi Morfologi dan Analisis $\text{Bi}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ menggunakan Instrumen SEM



5. Karakterisasi dan Analisis Spektra $\text{Bi}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ menggunakan Spektroskopii Raman



Lampiran 2. Perhitungan

PERHITUNGAN

Reaksi



Diketahui:

Target sintesis = 3 g $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

mr Bi_2O_3 = 466 g/mol

mr TiO_2 = 79,9 g/mol

mr NaCl = 58,34 g/mol

mr $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ = 1171,6 g/mol

Ar Bi = 208,980 g/mol

Ar Ti = 47,867 g/mol

Cara 1

1. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

$$n = \frac{m}{mr} = \frac{3 \text{ g}}{1171,6 \text{ g/mol}} = 0,00256 \text{ mol}$$

2. Bi_2O_3

$$\text{mol } \text{Bi}_2\text{O}_3 = 2 \times \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 2 \times 0,00256 \text{ mol} = 0,00512 \text{ mol}$$

$$n \text{ Bi}_2\text{O}_3 = \frac{m}{mr}$$

$$m = n \times mr = 0,00512 \text{ mol} \times 466 \text{ g/mol} = 2,38 \text{ g}$$

3. TiO_2

$$\text{mol } \text{TiO}_2 = 3 \times \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 3 \times 0,00256 \text{ mol} = 0,00768 \text{ mol}$$

$$n \text{ TiO}_2 = \frac{m}{mr}$$

$$m = n \times mr = 0,00768 \text{ mol} \times 79,9 \text{ g/mol} = 0,6136 \text{ g}$$

4. NaCl



$$1 : 15,8$$

$$n \text{ NaCl} = 15,8 \text{ Bi}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12} = 15,8 \times 0,00256 \text{ mol} = 0,04045 \text{ mol}$$

$$n \text{ NaCl} = \frac{m}{mr}$$

$$m = n \times mr = 0,04045 \text{ mol} \times 58,34 \text{ g/mol} = 2,359 \text{ g}$$

Cara 2

1. Massa Bi_2O_3

$$m = \frac{Ar \text{ Bi} \times 4}{Mr \text{ Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}} \times \frac{Mr \text{ Bi}_2\text{O}_3}{2 \times Ar \text{ Bi}} \times \text{massa target} = \frac{208,980 \text{ g/mol} \times 4}{1171,6 \text{ g/mol}} \times \frac{466}{2 \times 208,980} \times 3 \text{ g}$$

$$= 0,7134 \times 1,11493 \times 3 \text{ g} = 2,38$$

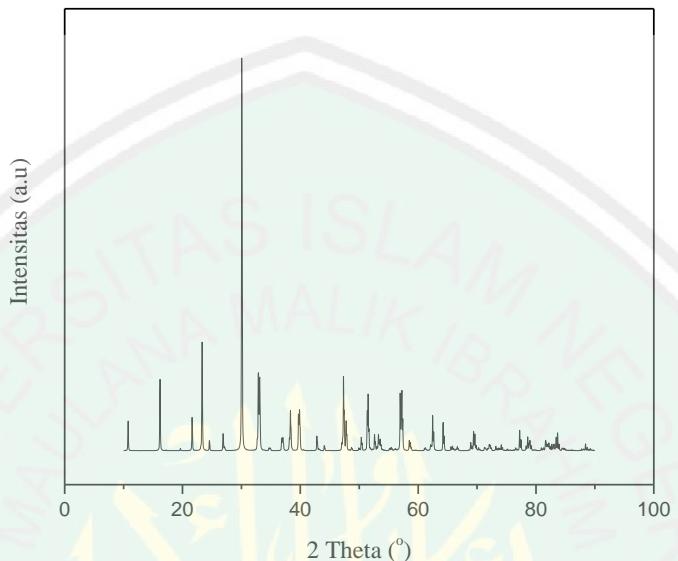
2. Massa TiO_2

$$m = \frac{Ar \text{ Ti} \times 3}{Mr \text{ Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}} \times \frac{Mr \text{ TiO}_2}{1 \times Ar \text{ Ti}} \times \text{massa target} = \frac{47,867 \text{ g/mol} \times 3}{1171,6 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{1 \times 47,867 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ g}$$

$$= 0,122 \times 1,669 \times 3 \text{ g} = 0,614 \text{ g}$$

Lampiran 3. Standar Database XRD

Data ICSD No 24-0210



Gambar L.3.1 Difraktogram standar database $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ No 24-0210

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD

XRD dilakukan menggunakan alat merk Philip di Laboratorium terpadu UNDIP Semarang

Diffraction type : X Pert MPD

Diffraction Number : Cu

Anode : Cu

Labda Alpha 1 : 1,54060

Labdha Alpha 2 : 1,54443

Ratio alpha 21 : 0,50000

Generator Voltage : 40 kV

Tube Current : 30 A

Data Angle Range : 10.0000 – 90.0000 ($^{\circ}$ 2θ)

L.4.1 Pola Difraksi Material

L.4.1.1 Hasil Karakterisasi XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Variasi Suhu 800 °C



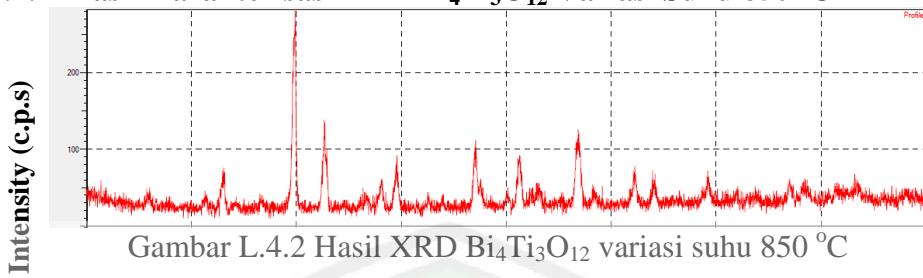
Gambar L.4.1 Hasil XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ variasi suhu 800 °C

Daftar puncak yang muncul

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I ₁	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	7	30.1610	2.96069	100	0.27360	1090	15203
2	8	32.8600	2.72341	27	0.19120	296	2967
3	16	47.3243	1.91931	25	0.18860	271	2835

# Peak Data List	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I ₁	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	16.2650	5.44525	6	0.21890	65	839	
2	16.7182	5.29864	9	0.22190	97	1296	
3	21.7356	4.08553	16	0.17960	176	1755	
4	23.3187	3.81162	25	0.18970	268	2846	
5	26.8978	3.31201	4	0.20660	40	769	
6	29.8435	2.99146	4	0.10400	45	388	
7	30.1610	2.96069	100	0.27360	1090	15203	
8	32.8600	2.72341	27	0.19120	296	2967	
9	33.0998	2.70423	24	0.17460	266	2600	
10	37.1276	2.41958	4	0.33670	47	1094	
11	38.4268	2.34071	8	0.21970	84	1333	
12	38.9304	2.31159	14	0.22730	157	2134	
13	39.7141	2.26776	14	0.16720	151	1300	
14	39.9139	2.25687	13	0.17940	146	1373	

L.4.1.2 Hasil Karakterisasi XRD Bi₄Ti₃O₁₂ Variasi Suhu 850 °C



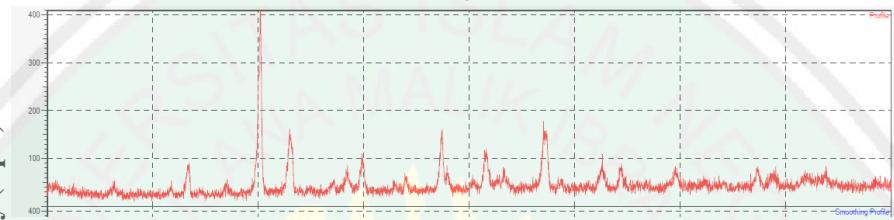
Gambar L.4.2 Hasil XRD Bi₄Ti₃O₁₂ variasi suhu 850 °C

Daftar puncak yang muncul

# Strongest 3 peaks		no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I ₁	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
#	Peak Data List								
1	9	29.8046	2.99528	100	0.39210	157	3296		
2	10	32.7082	2.73570	41	0.46400	64	1464		
3	32	56.8227	1.61896	36	0.58130	56	1649		
<hr/>									
# Peak Data List									
1	15.9474	5.55297	5	0.43000	8	208			
2	19.5624	4.53421	3	0.06330	5	36			
3	21.3740	4.15382	7	0.35000	11	254			
4	22.5262	3.94389	4	0.10000	6	36			
5	23.0221	3.86005	19	0.43400	30	647			
6	24.2724	3.66397	4	0.28000	6	140			
7	24.5269	3.62653	3	0.07000	5	32			
8	26.6182	3.34616	4	0.26000	7	169			
9	29.8046	2.99528	100	0.39210	157	3296			
10	32.7082	2.73570	41	0.46400	64	1464			
11	34.8680	2.57103	3	0.14000	5	96			
12	35.4325	2.53136	4	0.25000	6	83			
13	36.1102	2.48539	4	0.14670	6	76			
14	36.6914	2.44734	6	0.25000	9	176			
15	37.7555	2.38078	5	0.10000	8	45			
16	38.0878	2.36077	13	0.34500	21	367			
17	39.5342	2.27766	22	0.36000	34	709			
18	42.2624	2.13673	3	0.14000	5	51			
19	42.5572	2.12260	7	0.23000	11	167			
20	43.9164	2.06001	5	0.23000	8	119			
21	47.0454	1.93003	33	0.37830	52	1006			
22	47.5369	1.91122	13	0.27500	20	261			
23	47.7893	1.90171	4	0.16000	6	63			
24	50.0765	1.82008	6	0.28330	10	175			
25	51.2227	1.78201	28	0.39000	44	880			
26	52.3205	1.74717	6	0.22670	9	126			
27	52.9270	1.72857	10	0.24000	15	161			
28	53.1868	1.72074	7	0.28000	11	161			
29	55.0461	1.66694	3	0.12000	5	75			
30	55.9758	1.64143	4	0.22000	6	82			
31	56.3056	1.63260	5	0.08000	8	48			
32	56.8227	1.61896	36	0.58130	56	1649			
33	58.3149	1.58104	7	0.26000	11	147			
34	58.5648	1.57489	4	0.20000	7	80			
35	61.3339	1.51025	3	0.06000	5	21			
36	61.8637	1.49859	7	0.20000	11	118			
37	62.2386	1.49046	19	0.32000	30	480			
38	62.7034	1.48052	4	0.12000	6	54			
39	63.7431	1.45886	5	0.16000	8	84			
40	64.0880	1.45183	13	0.43000	21	456			
41	66.5673	1.40365	3	0.17000	5	76			
42	68.7482	1.36434	7	0.25330	11	168			
43	69.2148	1.35628	15	0.29330	24	417			
44	70.1312	1.34079	4	0.20000	6	72			
45	70.6511	1.33219	4	0.24000	6	64			
46	71.0610	1.32551	4	0.20000	6	72			
47	71.7208	1.31493	4	0.16000	6	69			
48	71.9807	1.31082	6	0.24000	10	121			
49	72.4622	1.30329	3	0.09670	5	32			
50	72.9804	1.29531	6	0.16000	9	100			
51	73.4753	1.28780	4	0.19000	6	83			
52	73.8302	1.28248	4	0.10000	6	72			
53	76.1796	1.24867	3	0.16000	5	58			

54	76.6110	1.24271	6	0.16330	10	93
55	77.0176	1.23716	15	0.25670	23	317
56	77.3692	1.23242	5	0.22000	8	85
57	77.7841	1.22688	4	0.15000	7	57
58	78.2590	1.22062	11	0.24000	17	183
59	78.6189	1.21593	6	0.45340	10	265
60	80.7883	1.18866	4	0.18000	6	72
61	81.3965	1.18131	7	0.25670	11	170
62	81.9080	1.17522	3	0.06000	5	31
63	82.5179	1.16807	3	0.08000	5	54
64	83.3726	1.15826	7	0.39000	11	227
65	83.7126	1.15441	4	0.11000	7	46
66	85.9070	1.13046	4	0.26000	6	108
67	86.5018	1.12421	3	0.11000	5	44
68	86.8467	1.12063	3	0.10000	5	37
69	87.6065	1.11285	4	0.26000	6	98
70	88.1264	1.10763	6	0.26000	10	159

L.4.1.3 Hasil Karakterisasi XRD Bi₄Ti₃O₁₂ Variasi Suhu 900 °C



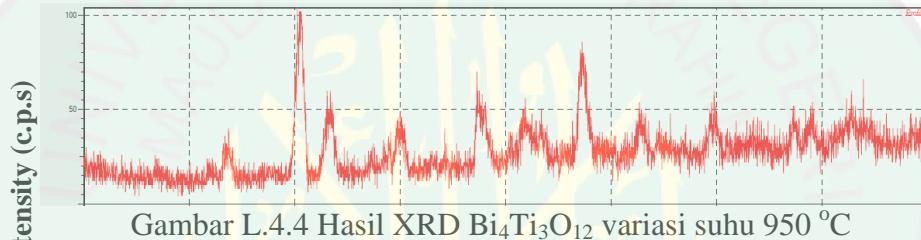
Gambar L.4.3 Hasil XRD Bi₄Ti₃O₁₂ variasi suhu 900 °C

Daftar puncak yang muncul

# Strongest 3 peaks						
no.	peak	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)
1	10	30.1778	2.95908	100	0.36140	231
2	31	57.0654	1.61265	36	0.31420	84
3	11	33.0431	2.70874	35	0.50670	82
# Peak Data List						
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	10.2972	8.58377	3	0.26000	8	108
2	10.8533	8.14517	4	0.28000	9	182
3	16.4113	5.39703	6	0.28000	13	294
4	21.7813	4.07706	5	0.23330	12	188
5	23.0550	3.85462	3	0.16000	8	140
6	23.3918	3.79987	17	0.35500	40	695
7	26.9644	3.30398	6	0.42000	14	422
8	29.4440	3.03113	3	0.16000	7	100
9	29.7437	3.00127	14	0.20000	32	468
10	30.1778	2.95908	100	0.36140	231	4250
11	33.0431	2.70874	35	0.50670	82	2214
12	33.9889	2.63549	3	0.14000	7	82
13	34.6532	2.58648	3	0.21000	7	188
14	36.8163	2.43933	3	0.12000	7	56
15	37.1510	2.41811	6	0.23000	14	183
16	38.4375	2.34009	12	0.31500	27	530
17	38.7747	2.32051	3	0.00000	7	0
18	39.8764	2.25890	18	0.40500	42	927
19	42.9219	2.10541	5	0.18000	11	169
20	43.9921	2.05664	8	0.26830	18	322
21	47.3769	1.91730	34	0.35090	79	1555
22	47.9300	1.89646	10	0.30830	24	444
23	50.3381	1.81123	5	0.38000	12	255
24	51.5742	1.77069	21	0.44000	49	1033
25	51.9474	1.75884	6	0.17340	13	153
26	52.6371	1.73741	5	0.18000	11	163
27	53.2968	1.71745	9	0.27340	20	294
28	53.6849	1.70594	3	0.17670	8	99
29	56.3439	1.63158	3	0.18330	7	131
30	56.7255	1.62151	7	0.24000	17	282
31	57.0654	1.61265	36	0.31420	84	1167
32	57.3453	1.60544	32	0.26660	75	1039
33	58.4799	1.57697	5	0.23000	12	129
34	58.7698	1.56988	7	0.19000	16	164

35	59.7710	1.54595	3	0.21330	7	145
36	60.5957	1.52687	4	0.16330	9	105
37	61.2739	1.51159	3	0.18000	7	101
38	62.2636	1.48992	6	0.24000	14	185
39	62.5835	1.48307	15	0.34000	35	566
40	63.0083	1.47409	3	0.09000	8	50
41	64.3729	1.44609	15	0.34000	34	583
42	64.8488	1.43663	4	0.17200	10	80
43	65.2626	1.42852	4	0.16000	10	84
44	65.9474	1.41533	4	0.15000	9	129
45	66.8022	1.39928	3	0.20000	8	126
46	69.0765	1.35866	3	0.15000	7	107
47	69.5464	1.35062	11	0.39000	25	519
48	72.3006	1.30580	4	0.24000	9	168
49	73.7468	1.28373	3	0.18670	8	111
50	74.1751	1.27737	5	0.21000	12	147
51	77.3325	1.23291	13	0.30670	30	556
52	78.6189	1.21593	7	0.32000	17	304
53	78.9504	1.21165	9	0.28330	20	276
54	81.5381	1.17961	3	0.16000	8	66
55	81.8580	1.17581	5	0.40000	12	316
56	83.1677	1.16059	3	0.12000	8	69
57	83.7675	1.15380	6	0.30000	14	304
58	88.5113	1.10380	3	0.31000	8	199
59	89.4860	1.09429	3	0.14000	7	65

L.4.1.4 Hasil Karakterisasi XRD Bi₄Ti₃O₁₂ Variasi Suhu 950 °C



Gambar L.4.4 Hasil XRD Bi₄Ti₃O₁₂ variasi suhu 950 °C

Daftar puncak yang muncul

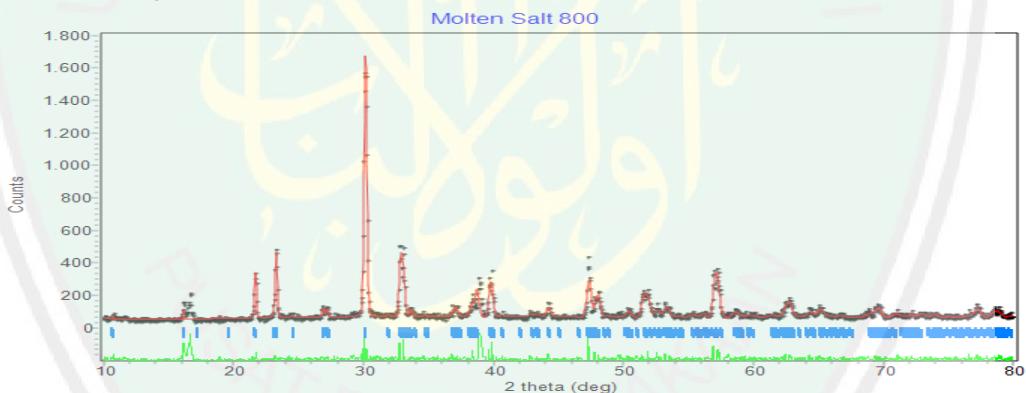
# Strongest 3 peaks						
no. peak	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1 9	30.4727	2.93111	100	0.90000	55	2503
2 28	57.2503	1.60788	65	0.79000	36	1674
3 17	47.3495	1.91834	44	0.52000	24	496

# Peak Data List						
peak	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1 11.2508	7.85827	4	0.04000	2	13	
2 14.4367	6.13047	4	0.04000	2	12	
3 15.1445	5.84551	4	0.06000	2	26	
4 16.9202	5.23584	7	0.38000	4	131	
5 22.1072	4.01769	7	0.54000	4	141	
6 23.6238	3.76308	20	0.82000	11	463	
7 27.4769	3.24350	5	0.06000	3	24	
8 28.2257	3.15914	4	0.40000	2	86	
9 30.4727	2.93111	100	0.90000	55	2503	
10 33.2846	2.68963	40	1.03000	22	1185	
11 37.3059	2.40843	9	0.34000	5	160	
12 38.9146	2.31249	15	0.48000	8	230	
13 39.9889	2.25281	25	0.97000	14	665	
14 43.0419	2.09982	5	0.14000	3	61	
15 44.3111	2.04257	7	0.16000	4	67	
16 44.9907	2.01329	4	0.04000	2	12	
17 47.3495	1.91834	44	0.52000	24	496	
18 47.8492	1.89947	36	0.92000	20	628	
19 48.5089	1.87517	15	0.52000	8	215	

20	49.6984	1.83304	4	0.10000	2	21
21	50.3880	1.80956	13	0.24000	7	131
22	51.7275	1.76580	27	0.64000	15	775
23	52.4871	1.74202	15	0.00000	8	0
24	53.4367	1.71328	20	0.70000	11	595
25	54.7612	1.67493	5	0.15000	3	42
26	55.4759	1.65503	9	0.22000	5	108
27	55.9758	1.64143	5	0.06000	3	20
28	57.2503	1.60788	65	0.79000	36	1674
29	58.6948	1.57171	5	0.10000	3	49
30	59.5845	1.55035	5	0.04000	3	23
31	60.3042	1.53355	4	0.04000	2	14
32	61.2939	1.51114	5	0.06000	3	28
33	62.8184	1.47809	25	0.83000	14	646
34	64.4029	1.44549	11	0.32000	6	137
35	65.1127	1.43144	9	0.30000	5	95
36	65.5925	1.42213	7	0.30000	4	87
37	66.8722	1.39799	7	0.22000	4	73
38	69.6414	1.34901	22	0.92000	12	638
39	71.0610	1.32551	7	0.24000	4	65
40	71.8008	1.31366	4	0.04000	2	11
41	73.3803	1.28923	11	0.32000	6	151
42	74.0601	1.27907	5	0.04000	3	20
43	77.2693	1.23376	20	0.50000	11	366
44	78.9688	1.21141	20	0.46000	11	377
45	80.7933	1.18860	5	0.07000	3	31
46	81.7481	1.17711	11	0.30000	6	187
47	82.8178	1.16460	22	0.40000	12	414
48	83.9075	1.15223	15	0.38000	8	215
49	84.5323	1.14530	13	0.15000	7	109
50	87.7465	1.11144	4	0.26000	2	29
51	88.5063	1.10385	11	0.26000	6	88
52	89.1461	1.09758	7	0.22000	4	91

L.4.2 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

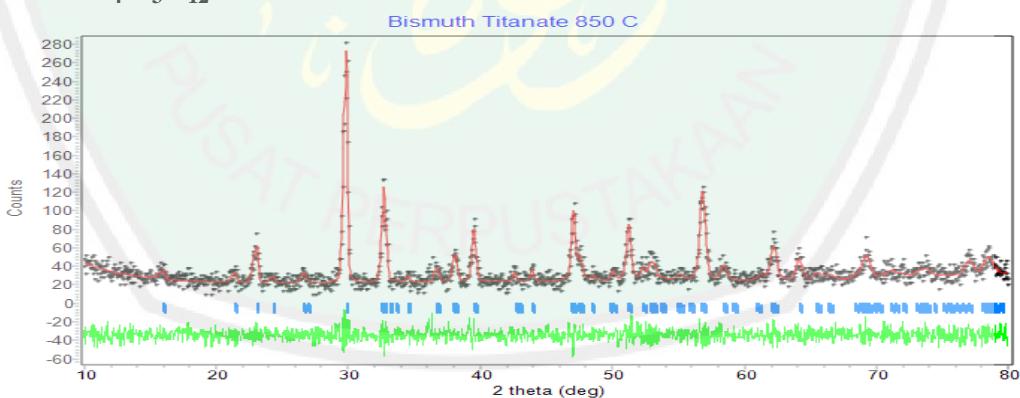
L.4.2.1 Bi₄Ti₃O₁₂ 800 °C



Gambar L.4.5 Hasil refinement XRD Bi₄Ti₃O₁₂ suhu 800 °C

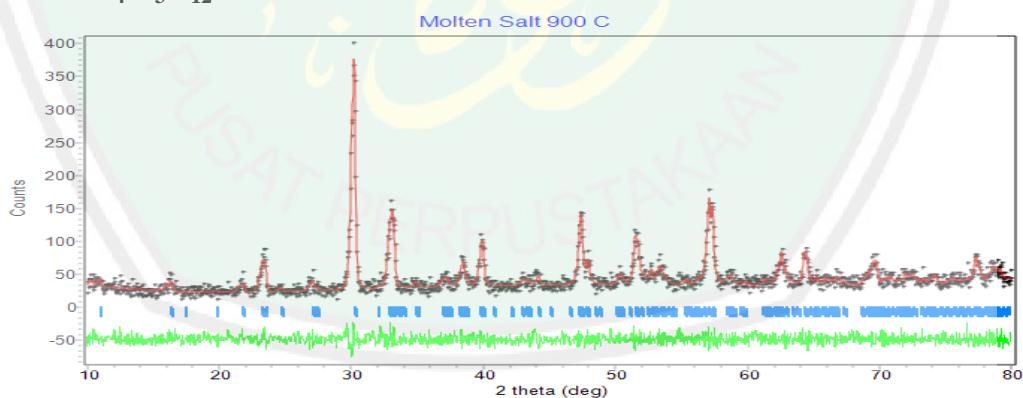
Tabel L.4.1 Data Kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 800 °C

Parameter	800 °C
Sistem Kristal	Orthorombik
Grup Ruang	$B2cb$
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4
Panjang a	5,446067
Panjang b	5,408932
Panjang c	32,774784
Volume Sel (V)	965,460144
R_p (%)	12,48
R_{wp} (%)	16,31
GoF (χ^2)	0,488

L.4.2.2 $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ 850 °CGambar L.4.6 Hasil *refinement* XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 850 °C

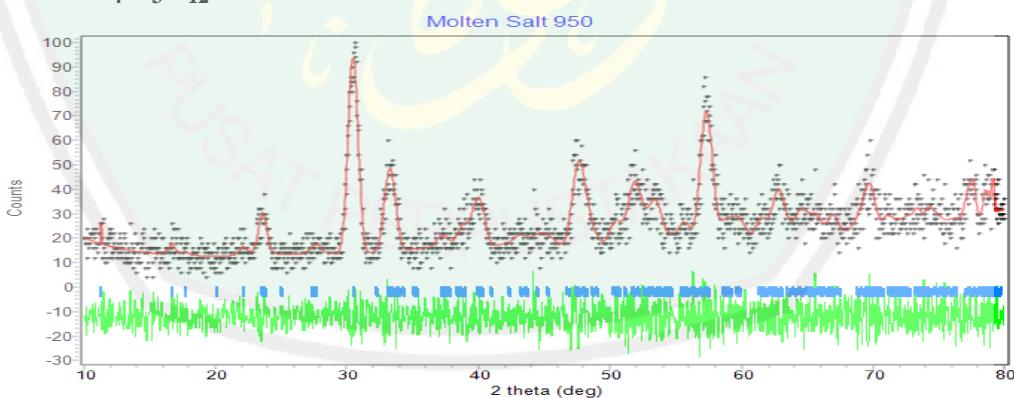
Tabel L.4.2 Data Kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 850 °C

Parameter	850 °C
Sistem Kristal	Orthorombik
Grup Ruang	<i>B2cb</i>
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4
Panjang <i>a</i>	5,442945
Panjang <i>b</i>	5,421375
Panjang <i>c</i>	32,780830
Volume Sel (V)	967,304688
<i>Rp</i> (%)	13,73
<i>Rwp</i> (%)	15,48
<i>GoF</i> (χ^2)	0,041

L.4.2.3 $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ 900 °CGambar L.4.7 Hasil *refinement* XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 900 °C

Tabel L.4.3 Data Kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 900 °C

Parameter	900 °C
Sistem Kristal	Orthorombik
Grup Ruang	<i>B2cb</i>
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4
Panjang <i>a</i>	5,444128
Panjang <i>b</i>	5,410940
Panjang <i>c</i>	32,870529
Volume Sel (V)	968,295166
<i>Rp</i> (%)	12,03
<i>Rwp</i> (%)	14,65
<i>GoF</i> (χ^2)	0,050

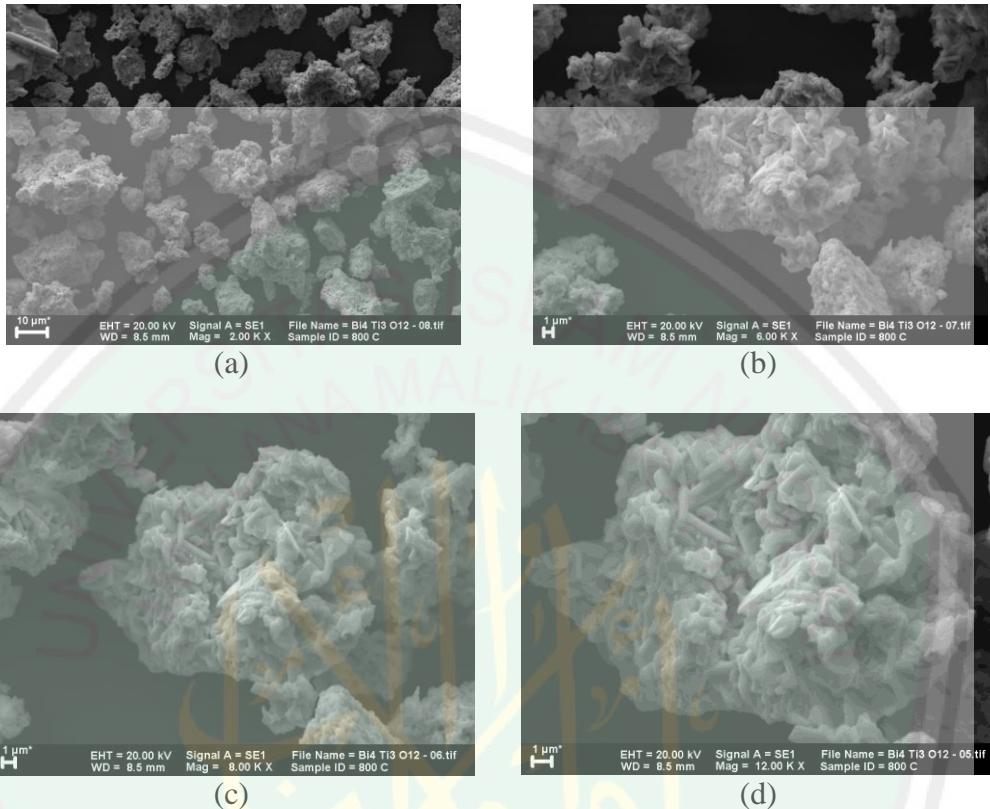
L.4.2.3 $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ 950 °CGambar L.4.8 Hasil *refinement* XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 950 °C

Tabel L.4.4 Data Kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ suhu 950 °C

Parameter	950 °C
Sistem Kristal	Orthorombik
Grup Ruang	<i>B2cb</i>
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4
Panjang <i>a</i>	5,445200
Panjang <i>b</i>	5,416943
Panjang <i>c</i>	32,851555
Volume Sel (<i>V</i>)	969,000488
<i>Rp</i> (%)	15,32
<i>Rwp</i> (%)	19,83
<i>GoF</i> (χ^2)	0,024

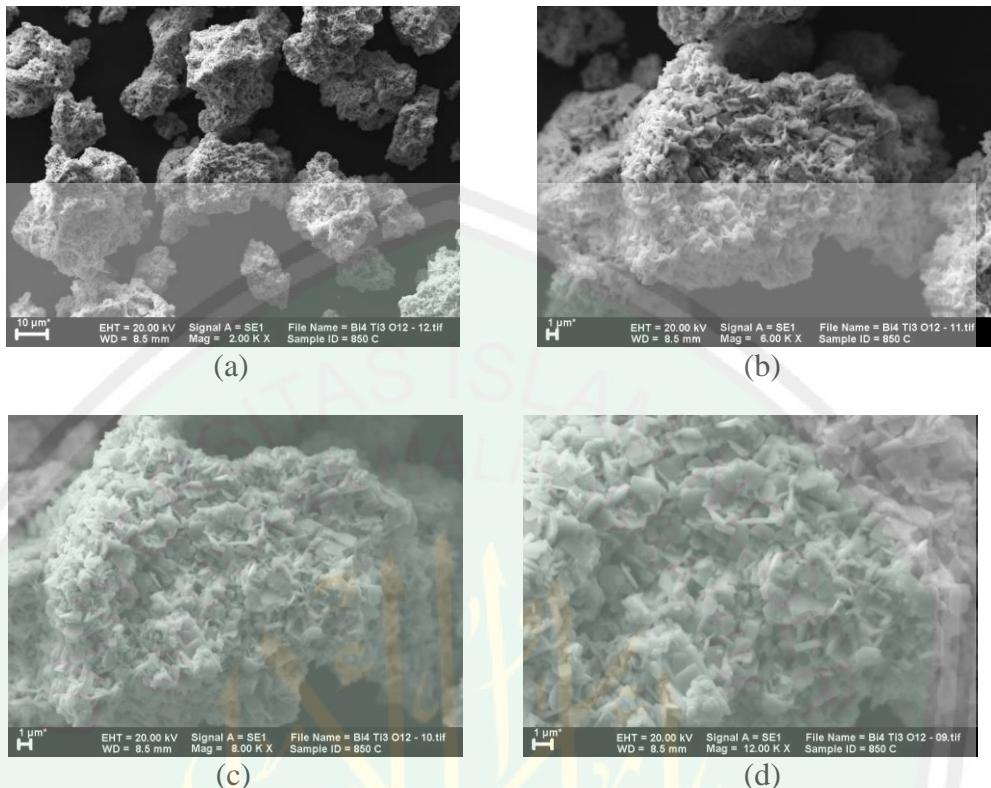
Lampiran 5. Gambar SEM Lengkap

L.5.1 Gambar SEM Lengkap suhu 800 °C



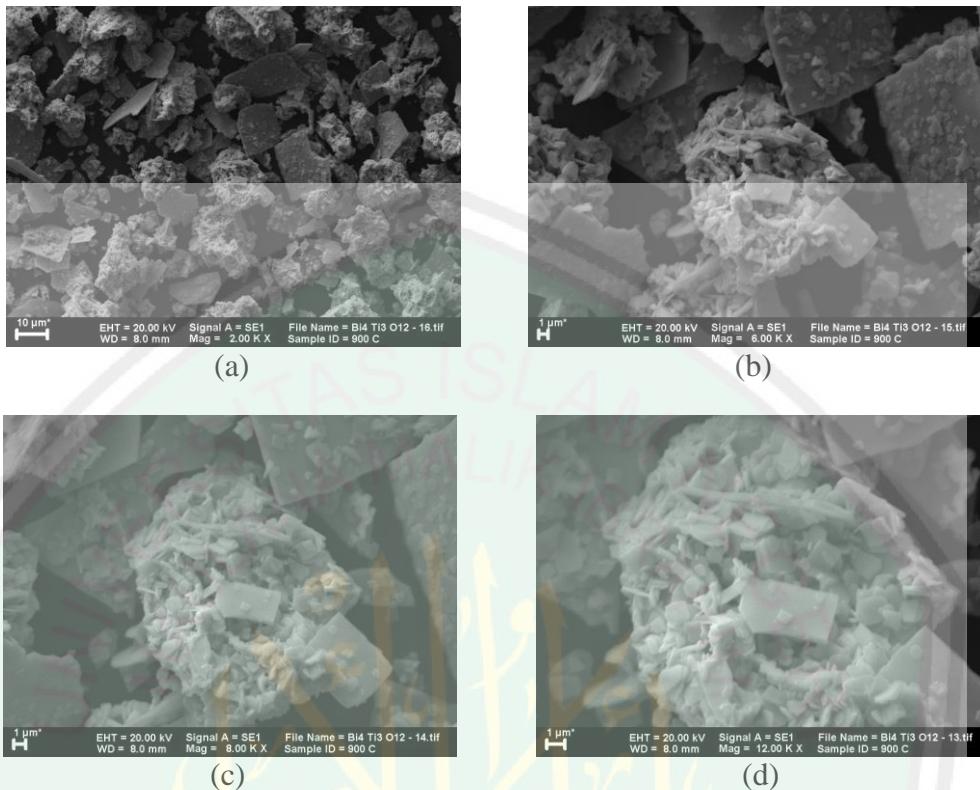
Gambar L.5.1 Gambar SEM Bi₄Ti₃O₁₂ variasi suhu 800 °C dengan perbesaran (a) 2.000, (b) 6.000, (c) 8.000, dan (d) 12.000 kali

L.5.2 Gambar SEM Lengkap suhu 850 °C



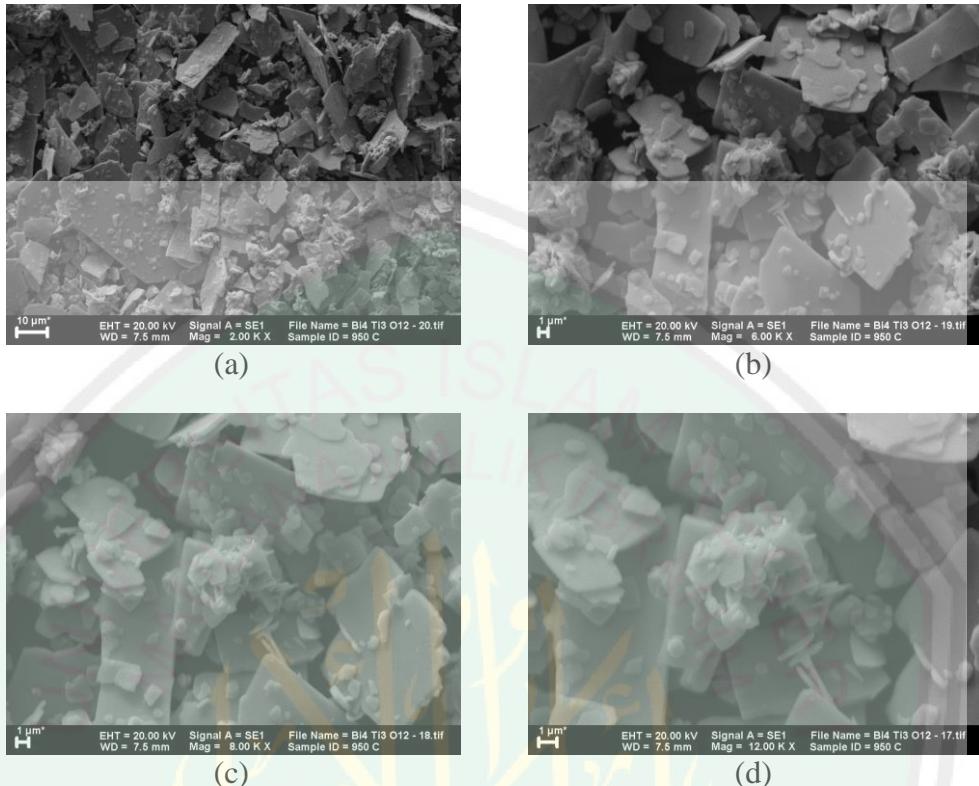
Gambar L.5.2 Gambar SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ variasi suhu 850 °C dengan perbesaran (a) 2.000, (b) 6.000, (c) 8.000, dan (d) 12.000 kali

L.5.3 Gambar SEM Lengkap suhu 900 °C



Gambar L.5.3 Gambar SEM Bi₄Ti₃O₁₂ variasi suhu 900 °C dengan perbesaran (a) 2.000, (b) 6.000, (c) 8.000, dan (d) 12.000 kali

L.5.4 Gambar SEM Lengkap suhu 950 °C



Gambar L.5.4 Gambar SEM Bi₄Ti₃O₁₂ variasi suhu 950 °C dengan perbesaran (a) 2.000, (b) 6.000, (c) 8.000, dan (d) 12.000 kali



JURUSAN KIMIA

Gedung Sains dan Teknologi UIN Malang Lt.2 Jl. Gajayana 50 Malang Telp /Fax +62341668022
[www.uin-malang.ac.id](http://uin-malang.ac.id) Email: info@uin-malang.ac.id kimia@uin-malang.ac.id

KARTU KONSULTASI PENELITIAN

Nama	: Sheley Dea M
NIM	: 13630059
Judul Skripsi	: Sintesis dan Karakterisasi senyawa Bismuth Titanat (Bi_2TiO_5) dengan Metode Lelehan Baram

Pembimbing Utama	: Dr. Anton Prasetyo, M.Si
Pembimbing Agama	: Kifatul Malmuqol, M.Si
Konsultan	: Nur Aini, M.Si

No.	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda tangan (Pembimbing)
1	2 - 11 - 16	Tema dan judul		✓
2	20-11-16	Acc tema dan judul		✓
3	23-11-16	Revisi I, II, III		✓
4	5-12-16	Revisi bab I		✓
5	13-12-16	Revisi bab I		✓
6	14-12-16	Acc bab I dan revisi bab I		✓
7	6-1-17	Revisi bab II dan III		✓
8	9-1-17	Revisi bab II dan III		✓
9	11-1-17	Revisi bab III		✓
10	31-08-16	Revisi bab IV		✓
11	4-09-17	Revisi Data XRD		✓
12	7-09-17	Revisi Data SEM		✓
13	12-09-17	Revisi Data Raman		✓
14	15-09-17	Revisi Bob IV		✓
15	21-09-17	Revisi Naskah		✓
16	30-08-16	Revisi Data XRD		✓
17	05-09-16	Revisi Data Refinement		✓
18	11-09-16	Revisi Data SEM		✓
19	18-09-16	Revisi Data SEM		✓
20	20-09-16	Revisi Data Raman		✓



Kedalaman Spiritual, Keagungan Akhlak, Keluasan Ilmu dan Keinastungan Profesional