

**SINTESIS DAN IDENTIFIKASI PERUBAHAN STRUKTUR LOKAL
 $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ TERDOPING V^{5+} DENGAN SPEKTROSKOPI RAMAN**

SKRIPSI

Oleh:
RISA HANDAYANI
NIM. 14630043



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2018**

**SINTESIS DAN IDENTIFIKASI PERUBAHAN STRUKTUR LOKAL
Bi₄Ti₃O₁₂ TERDOPING V⁵⁺ DENGAN SPEKTROSKOPI RAMAN**

SKRIPSI

Oleh:
RISA HANDAYANI
NIM. 14630043

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri 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**

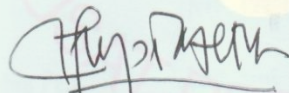
**SINTESIS DAN IDENTIFIKASI PERUBAHAN STRUKTUR LOKAL
Bi₄Ti₃O₁₂ TERDOPING V⁵⁺ DENGAN SPEKTROSKOPI RAMAN**

SKRIPSI

Oleh:
RISA HANDAYANI
NIM. 14630043

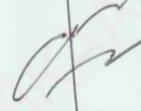
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal : 22 November 2018

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIDT. 19851020 20180201 2 240

Mengetahui,
Ketua Jurusan



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

**SINTESIS DAN IDENTIFIKASI PERUBAHAN STRUKTUR LOKAL
Bi₄Ti₃O₁₂ TERDOPING V⁵⁺ DENGAN SPEKTROKOPI RAMAN**

SKRIPSI

Oleh:
RISA HANDAYANI
NIM. 14630043

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 22 November 2018

Penguji Utama : Himmatul Barorroh, M.Si
NIP. 19750730 200312 2 001

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 : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIDT. 19851020 20180201 2 240

(.....)
(.....)
(.....)
(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Risa Handayani

NIM : 14630043

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Identifikasi Perubahan Struktur Lokal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping V^{5+} Menggunakan Spektroskopi Raman

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini adalah benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai 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 perbuatan tersebut.

Yang membuat pernyataan
Malang, 9 Desember 2018



Risa Handayani
NIM. 14630043

HALAMAN PERSEMBAHAN

*Karya ini aku persembahkan untuk sepasang malaikatku
Yang setiap sujud panjangnya selalu berdo'a untuk kebaikannku
Mereka yang istimewa dalam hidupku
Terimakasih ayah dan ibu*

*Special untuk kakak dan adik ku
Kalian adalah obat pelipur lara yang selalu menghiburku dalam keadaan terjatuh*

*Serta untuk teman-teman semoga cepat terkejar target kalian
Teruslah belajar, berusaha dan berdo'a untuk menggapainya
Jatuh berdiri lagi
Kalah mencoba lagi
Gagal bangkit lagi
And never give up!*

*Untuk ribuan tujuan yang harus dicapai
Untuk jutaan impian yang akan dikejar
Untuk sebuah pengharapan, agar hidup lebih bermakna
Hanya karya kecil ini yang dapat kupersembahkan kepada kalian
Terimakasih ku ucapkan*

*Dan atas segala khilaf, salah dan kekuranganku
Meminta beribu-ribu kata maaf tercurah
Skripsi ini aku persembahkan- By Risa*

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas anugerah dan hidayah-Nya yang dilimpahkan kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi dengan judul ” **Sintesis dan Identifikasi Perubahan Struktur Lokal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping V^{5+} dengan Spektroskopi Raman**”. Dalam penyusunan Skripsi ini penulis mendapat banyak bimbingan, arahan, nasehat, bantuan serta dorongan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan naskah skripsi ini.
2. Nur Aini M.Si selaku konsultan yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat selama penyusunan naskah skripsi.
3. Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku pembimbing agama yang selalu memberikan bimbingan, nasehat, dan dukungan selama penyusunan naskah skripsi.
4. Himmatul Barroroh, M.Si sebagai dosen penguji yang telah meluangkan waktu, memberikan bimbingan, saran dan masukan selama penulisan naskah skripsi.
5. Dr. Venardi Suendro, dari prodi Kimia ITB atas izin pengukuran spektroskopi Raman.
6. Laboran jurusan Kimia UIN Malang yang senantiasa membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian di Laboratorium.

7. Orang tua tercinta Bapak H. Jasimin dan Hj. Purwati yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materi yang tak mungkin terbalaskan.
8. Kakak tercinta Endrik Siswanto dan adik tersayang Asti Widiyanti yang senantiasa memotivasi dan memberikan perhatian dalam proses belajar.
9. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2014, dan semua anggota tim riset di Laboratorium Anorganik 2017-2018 diantaranya Nelly, Widia, Nairil, Nuril, Halimatus Sa'diyah, Bobby, dan Puja yang senantiasa memberi bantuan dan motivasi kepada penulis.
10. Teman-teman tim riset bismuth titanat khususnya Diyah, Vina, Anna, Chaca, Lina, dan Tasya yang senantiasa memberi bantuan dan motivasi dalam menyelesaikan penelitian skripsi.
11. Halima Ulidam, Anni dan Muhammad Faiz sahabat seperjuangan yang senantiasa membantu selama masa perkuliahan hingga penelitian.
12. Serta semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan penelitian dan naskah seminar hasil ini baik berupa materil maupun moril.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat kekurangan dan penulis berharap semoga skripsi ini bisa memberikan manfaat kepada para pembaca khususnya bagi penulis secara pribadi *Amin Ya Robbal Alamin.*

Malang, Oktober 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
الملخص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Urgensi Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Senyawa Aurivillius	8
2.2 Struktur Senyawa Aurivillius Lapis Tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	10
2.3 Pengaruh Doping V^{5+} Terhadap Senyawa Aurivillius Lapis Tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	12
2.4 Sintesis Senyawa Aurivillius Lapis Tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping V^{5+}	14
2.5 Spektroskopi Raman.....	16
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Pelaksanaan Penelitian	20
3.2 Alat dan Bahan	20
3.2.1 Alat	20
3.2.2 Bahan	20
3.3 Tahapan Penelitian	20
3.4 Prosedur Kerja	21
3.4.1 Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$	21
3.4.2 Karakterisasi dan analisis dengan Teknik Difraksi Sinar-X	22
3.4.3 Karakterisasi dan analisis dengan Teknik <i>Energy Dispersive X-Ray</i> <i>Spectroscopy</i>	22
3.4.4 Karakterisasi dan analisis dengan Teknik Spektroskopi Raman.....	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Karakterisasi Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan Teknik Difraksi Sinar-X...26	

4.2 Karakterisasi Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS)30

4.3 Karakterisasi Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan Spektroskopi Raman31

4.3.1 Pola Pergeseran Bilangan Gelombang Modus Vibrasi Eksternal BO_633

4.3.2 Pola Pergeseran Bilangan Gelombang Modus Vibrasi Internal BO_635

DAFTAR PUSTAKA
LAMPIRAN



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram Kerja Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping Yttrium	44
Lampiran 2	Rancangan Percobaan.....	45
Lampiran 3	Perhitungan Preparasi Bahan.....	46
Lampiran 4	Gambar Hasil Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).....	48
Lampiran 5	Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD.....	49
Lampiran 6	Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDS.....	55
Lampiran 7	Model <i>Fitting</i> Spektra Raman Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$	59



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur senyawa Aurivillius lapis tiga, dua dan satu	9
Gambar 2.2	Struktur senyawa Aurivillius lapis tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	11
Gambar 2.3	Pola difraksi sinar-X serbuk dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ setelah dikalsinasi pada suhu $650\text{ }^\circ\text{C}$ selama 10 menit.....	12
Gambar 2.4	Mekanisme asal polarisasi spontan senyawa Aurivillius.....	14
Gambar 2.5	Data DRS senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ didoping V^{5+}	14
Gambar 2.6	Diagram hamburan Reyleigh, Stoke, dan anti-Stoke.....	18
Gambar 2.7	Spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,02$ dan $0,08$)... ..	19
Gambar 4.1	Pola difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).....	27
Gambar 4.2	Pergeseran puncak difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).....	27
Gambar 4.3	Plot hasil <i>refinement</i> dua fasa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,1$).....	29
Gambar 4.4	Karakterisasi SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ (a) $x= 0,05$, (b) $x= 0,1$, (c) $x= 0,15$, (d) $x= 0,2$ pada perbesaran 6000x.....	30
Gambar 4.5	Spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).....	31
Gambar 4.6	Model <i>fitting</i> spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,1$)	32
Gambar 4.7	Posisi puncak modus vibrasi 63 cm^{-1} senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).....	34
Gambar 4.8	Posisi puncak modus vibrasi 117 cm^{-1} senyawa; $0,1; 0,15; 0,2$).....	35
Gambar 4.9	Posisi puncak modus vibrasi 227 cm^{-1} senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).....	36
Gambar 4.10	Posisi puncak modus vibrasi 850 cm^{-1} senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).....	36
Gambar 4.11	Posisi puncak modus vibrasi 703 cm^{-1} senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).....	37
Gambar L.4.1	(a) Penimbangan sampel, (b) Penggerusan sampel, (c) Kalsinasi sampel.....	48
Gambar L.5.1	Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,05$	50
Gambar L.5.2	Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,1$	50
Gambar L.5.3	Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,15$	51
Gambar L.5.4	Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,2$	51
Gambar L.5.5	Perbandingan difraktogram sampel dengan standar.....	54
Gambar L.6.1	SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,05$	55
Gambar L.6.2	EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,05$	55
Gambar L.6.3	SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,1$	56
Gambar L.6.4	EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,1$	56
Gambar L.6.5	SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,15$	57
Gambar L.6.6	EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,15$	57
Gambar L.6.7	SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,2$	58
Gambar L.6.8	EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - $V=0,2$	58
Gambar L.7.1	Model <i>fitting</i> spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	59

Gambar L.7.2 Model <i>fitting</i> spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05$).....	59
Gambar L.7.3 Model <i>fitting</i> spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,15$)	60
Gambar L.7.4 Model <i>fitting</i> spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,2$)	60



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Modus vibrasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan spektroskopi Raman.....	19
Tabel 3.1	Massa tiap-tiap bahan prekursor untuk mendapatkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).....	21
Tabel 4.1	Hasil <i>refinement</i> terhadap data difraksi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).....	28
Tabel 4.2	Persentase fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan fasa VO_2 dari proses <i>refinement</i> dua fasa.....	30
Tabel 4.3	Komposisi atom-atom penyusun $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) berdasarkan kadar secara teoritis dan hasil EDS.....	31
Tabel 4.4	Hasil <i>Fitting</i> Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)...	33



ABSTRAK

Handayani, Risa. 2018. **Sintesis dan Identifikasi Perubahan Struktur Lokal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping V^{5+} Dengan Spektroskopi Raman.** Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Pembimbing II: Susi Nurul Kholifah, M.Si, Konsultan: Nur Aini, M.Si.

Kata kunci: $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0.05; 0.1; 0.15; 0.2$), dopan vanadium, Pergeseran Raman, Perubahan Struktur Lokal

Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah senyawa Aurivillius lapis tiga yang tersusun atas lapis $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ dan tiga lapis $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]^{2+}$ yang memiliki sifat feroelektrik, sehingga material ini berpotensi digunakan pada dunia industri elektronika misalnya sebagai kapasitor atau *Ferroelectric Random Access Memorys* (FRAMs). Salah satu usaha untuk memperbaiki sifat feroelektrik dapat dilakukan dengan mendoping $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan dopan V^{5+} , yang menyebabkan perubahan-perubahan halus pada tingkat struktur lokal kristal yang dapat meningkatkan sifat feroelektrik dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Teknik spektroskopi Raman merupakan alat yang ideal untuk mendeteksi perubahan halus pada tingkat struktur lokal kristal. Dalam penelitian ini $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0.05; 0.1; 0.15; 0.2$) telah disintesis menggunakan metode reaksi fasa padat. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDS dan spektroskopi Raman. Data XRD menunjukkan bahwa fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah terbentuk dari proses sintesis dengan adanya pengotor VO_2 . Hasil SEM-EDX menunjukkan bahwa morfologi partikel dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) adalah *plate-like* serta ditemukan adanya logam vanadium yang terdoping dalam $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Hasil analisis spektroskopi Raman menunjukkan bahwa pendopingan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan V^{5+} menyebabkan pergeseran posisi puncak modus vibrasi *stretching* Ti-O (703 dan 850 cm^{-1}) ke arah bilangan gelombang lebih tinggi (energi lebih besar), yang mengindikasikan bahwa ikatan B-O menjadi semakin pendek.

ABSTRACT

Handayani, Risa. 2017. **Synthesis and The Identification of Local Structure Changes in V-doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Using Raman Spectroscopy.** Department of Chemistry Science and Technology Faculty Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Supervisor II: Susi Nurul Kholifah, M.Si, Consultant: Nur Aini, M.Si.

Keywords : $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0.05; 0.1; 0.15; 0.2$), solid state reaction, vanadium dopant.

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ is the three layer Aurivillius compound which composed of $[\text{Bi}_2\text{O}_2]$ layer and three layers of $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]$ that have ferroelectric properties. So that material has opportunity to be used in electronic industrial for example as capacitor or Ferroelectric Random Access Memorys (FRAMs). One of the effort to improve ferroelectric properties can be done with doping $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ with V^{5+} dopant, so that cause the change of crystal local structure that can increase ferroelectric properties from $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Raman spectroscopy technique is an ideal technique to detect the change of crystal local structure. In this research $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0.05; 0.1; 0.15; 0.2$) have synthesized using solid state reaction method. Synthesis result was characterized using XRD, SEM-EDS, and Raman spectroscopy. Based on X-ray diffraction pattern, the crystal of all obtained $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ were successfully formed with small impurities of VO_2 phase. Scanning electron microscopy (SEM) images showed that the particle of all obtained $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ have shape platelet-like. The analysis Raman spectroscopy show that doping $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ with V^{5+} cause shift position mode vibration stretching Ti-O (703 and 850 cm^{-1}) to higher wavenumber (higher energy), that cause bonding of B-O become shorter.

الملخص

هنداياني ، ريسا. 2018. التوليف و التعرف التغييرات الهيكلية المحلية $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ تأثير V^{5+} مع رامان الطريفي . قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا ، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: د . أنتون فاراستيو الماجستير، المشرف الثاني: سوسي نورالخالفة الماجستير المستشار: نور عيني الماجستير.

الكلمة المفتاحية: $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ (x= 0.05; 0.1; 0.15; 0.2) dopan vanadium انقلاب Raman، تغيير الترتيب الداخلي.

المركب $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ هو عن مركب Aurivillius من طبقة $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ وثلاث طبقات من $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]^{2+}$ لها خصائص كهروضوئية، لذلك هذه المادة لديها فرصة ليتم استخدامها في الإلكترونيات على سبيل المثال كالبطارية أو Ferroelectric Random Access Memorys (FRAMS). إحدى من محاولة لتحسين الخصائص كهروضوئية يعني بالطريقة تؤثر $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ مع V^{5+} dopan ، مما يتسبب في تغييرات طفيفة على الهيكلية المحلية بلورة الذي يمكن أن يحسن من الخصائص كهروضوئية من $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. تعد تقنيات رامان الطريفي هي أدوات مثالية للكشف عن التغييرات الطفيفة على المستوى الهيكلية المحلية البلوري. في هذه الدراسة $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ (x= 0.05; 0.1; 0.15; 0.2) قد اصطنع باستخدام طريقة تفاعل الحالة الصلبة. تميزت العينات المركبة باستخدام التحليل الطيفي XRD و SEM-EDS و رامان الطريفي . تظهر بيانات XRD أن مرحلة $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ قد تم تشكيلها من عملية التوليف بحضور النجاسة VO_2 . وأظهرت نتائج SEM-EDX أن مورفولوجيا الجسيمات من $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ (x= 0.05; 0.1; 0.15; 0.2) هي plate-like ووجد مع وجود فلز vanadium التي تؤثر في $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. أظهرت نتائج التحليل رامان الطريفي أن تأثير من المركب $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ مع V^{5+} تسبب في تحول في موقف غاية شكل رجفة ($703 \text{ dan } 850 \text{ cm}^{-1}$) Stretching Ti-O إلى ناحية عدد عوب الأعلى. التي جعلت العلاقة B-O أقصر.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa Aurivillius mempunyai struktur berlapis yang memiliki rumus umum $A_{m-1}Bi_2B_mO_{3m+3}$ ($m=1, 2, 3, 4\dots$), m adalah bilangan bulat yang menunjukkan jumlah lapisan senyawa perovskit. Senyawa Aurivillius tersusun secara bergantian atas lapisan bismuth $[Bi_2O_2]^{2+}$ dan lapisan perovskit $[A_{m-1}B_mO_{3m+1}]^{2-}$. Kation A adalah kation dengan ukuran besar misalnya Na^+ , Mg^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , dan Bi^{3+} , sedangkan kation B merupakan logam transisi yang berukuran lebih kecil dibandingkan logam A dan memiliki muatan yang tinggi misalnya Ti^{4+} , Nb^{5+} , Ta^{6+} , W^{6+} , dan V^{5+} (Aurivillius, 1949).

Akhir-akhir ini penelitian tentang senyawa Aurivillius terus diteliti dan dikembangkan. Beberapa penelitian melaporkan bahwa senyawa Aurivillius memiliki beberapa manfaat yang dapat diterapkan dalam berbagai bidang misalnya dalam industri elektronika dan lingkungan. Firman Allah SWT dalam al-Quran surat Ali Imron ayat 190-191 yang berbunyi:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ (١٩٠) الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ فِيمَا
 وَفَعُوا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ
 (١٩١)

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 keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya tuhan kami, tiadalah engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, lindungilah kami dari siksa neraka”.

Diakhir ayat 190 terdapat kata *لأُولِي الْأَلْبَابِ* (orang-orang yang berakal). Kata *Ulul Albab/Ulil Albab* disebutkan sebanyak 16 kali dalam al-Quran. Jika kita perhatikan penggunaan kata ini dalam al-Quran bisa disimpulkan bahwa hakikatnya *Ulul Albab* adalah orang yang menggunakan akal untuk mengenal siapa Allah SWT, bagaimana keagungannya, kebijakannya, dan keadilannya dengan melihat ayat-ayat Allah SWT, baik ayat kauniyah (ciptaan-Nya) maupun ayat syar'iyah (hukum Allah SWT), sehingga semakin tunduk dan dekat kepada Allah SWT. sementara orang yang menggunakan akal atau logika untuk membodohi dan mempermainkan syar'at sehingga semakin jauh dari jalan Allah SWT mereka bukan *Ulul Albab*. Seorang *Ulul Albab* akan mampu mengungkap hikmah dari setiap ciptaan Allah SWT bahwa sesungguhnya tuhan tidak menciptakan alam semesta dan segala isinya dengan sia-sia (Shihab, 2002). Sebagai mahasiswa kimia memikirkan, mempelajari dan memanfaatkan berbagai senyawa kimia misalnya bismuth (Bi), titanium (Ti) dan oksigen (O) dan mensistesisnya menjadi senyawa yang lebih bermanfaat misalnya menjadi senyawa TiO_2 , $BiTiO_3$, $Bi_4Ti_3O_{12}$ dan lain sebagainya merupakan suatu bentuk usaha untuk mengingat keagungan Allah SWT dibalik ciptaannya dan salah satu usaha untuk menjadi seseorang yang *Ulul Albab*.

Senyawa $Bi_4Ti_3O_{12}$ adalah senyawa Aurivillius lapis tiga yang tersusun dari lapis $[Bi_2O_2]^{2+}$ dan tiga lapis $[Bi_2Ti_3O_{10}]^{2-}$ yang dapat dimanfaatkan sebagai material fotokatalis dan feroelektrik (Gu, dkk., 2016, Hushur., dkk, 2002). Salah satu usaha untuk memperbaiki sifat feroelektrik dapat dilakukan dengan pendopongan pada kation *A* atau *B*. Salah satu dopan yang banyak dilaporkan dapat meningkatkan sifat feroelektrik adalah vanadium (Takahashi, dkk., 2003,

Adamczyk, dkk., 2013). Kalaiselvi, dkk. (2006) melaporkan bahwa senyawa Aurivillius yang didoping dengan vanadium akan menyebabkan distorsi ikatan *B-O* pada lapisan oktahedral, hal ini dapat meningkatkan sifat polarisasi spontan dan sifat dielektrik senyawa Aurivillius tersebut. Sebagai bahan fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilaporkan kurang efisien karena memiliki energi *band gap* yang besar ($E_g = 2,95$ eV) dan laju rekombinasi antara elektron-hole yang tinggi (Yao, dkk., 2003). Hal ini menyebabkan fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hanya aktif pada daerah sinar ultraviolet (UV) namun kurang aktif pada daerah sinar tampak. Beberapa penelitian telah dikembangkan untuk menurunkan energi *band gap* diantaranya dengan mendoping $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan logam lain, contohnya La, Nd, Fe, Cr, dan V sehingga aktivitas fotokatalis bekerja di daerah sinar tampak (Simoes, dkk., 2008, Hushur, dkk., 2002, Liu, dkk., 2016, Hou, dkk., 2011, Gu, dkk., 2016).

Gu, dkk. (2016) melaporkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang didoping logam V^{5+} akan mengganti sebagian Ti^{4+} . Sebagai akibat kompensasi muatan lokal maka ada sebagian Ti^{4+} berubah menjadi Ti^{3+} . Penambahan doping V^{5+} yang menggantikan sebagian atom Ti pada kation *B* akan mempengaruhi struktur lokal dari TiO_6 , hal ini dikarenakan perbedaan jari-jari ionik dari Ti^{4+} (0,605 Å) dan V^{5+} (0,54 Å). Selain itu, perubahan sebagian Ti^{4+} menjadi Ti^{3+} juga akan mempengaruhi perubahan struktur lokal dari TiO_6 karena perbedaan jari-jari ionik dari Ti^{4+} (0,605 Å) dengan Ti^{3+} (0,67 Å).

Perubahan pada tingkat struktur lokal kristal dapat mempengaruhi sifat feroelektrik dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Hal ini dikarenakan asal usul polarisasi spontan pada senyawa Aurivillius berhubungan dengan perubahan-perubahan halus pada tingkat struktur lokal. Polarisasi spontan pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

disebabkan oleh adanya pergeseran kation B dan *tilting* oktahedral (Withers, dkk.,1991). Tang, dkk. (2006) melaporkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang didoping dengan V^{5+} akan menyebabkan adanya distorsi pada lapisan oktahedral TiO_6 , yang menyebabkan perubahan pada pergeseran kation B dan *tilting* oktahedralnya sehingga mempengaruhi polarisasi spontan pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, sehingga kajian suatu perubahan pada tingkat struktur lokal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang terdoping V^{5+} menjadi penting.

Teknik difraksi sinar-X (XRD) merupakan teknik yang umum dilakukan untuk menentukan perubahan struktur kristal Aurivillius, namun teknik ini sangat sulit untuk mendeteksi adanya perubahan-perubahan tingkat struktur lokal pada suatu kristal. Oleh sebab itu, diperlukan suatu teknik yang dapat mendeteksi adanya perubahan dalam tingkat struktur lokal. Spektroskopi Raman merupakan suatu teknik yang biasanya digunakan untuk mendeteksi adanya perubahan-perubahan tingkat struktur lokal dari sebuah kristal misalnya perubahan sistem simetri kristal, efek *Jahn-Teller*, *disorder* kation, *tilting* lemah pada lapisan oktahedral, dan perubahan oksigen-kation pada tingkat struktur lokal. Oleh karenanya spektroskopi Raman banyak dimanfaatkan untuk mendeteksi adanya perubahan-perubahan halus pada tingkat struktur lokal kristal (Nyquist dan Row, 1997).

Prasetyo, dkk. (2017) menggunakan kajian spektroskopi Raman menyatakan bahwa pada senyawa Aurivillius $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ yang terdoping Mn^{3+} menyebabkan sebagian Mn^{3+} menggantikan kation Ti^{4+} sehingga menyebabkan perubahan halus pada tingkat struktur lokal kristal BO_6 oktahedral yaitu perpanjangan ikatan $B\text{-O}$ dan teridentifikasi dengan pergeseran bilangan gelombang puncak vibrasi *stretching* Ti-O

(750 dan 870 cm^{-1}) yang bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah (energi lebih kecil). Selain itu penelitian yang dilakukan oleh Hao, dkk. (2006) dalam kajian spektroskopi Raman melaporkan bahwa polikristalin $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ yang terdoping La^{3+} menyebabkan atom Bi^{3+} pada lapis perovskit digantikan oleh La^{3+} yang teridentifikasi pada pergeseran bilangan gelombang puncak vibrasi *tilting* dan *rotasi* TiO_6 (314 dan 550 cm^{-1}) yang bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah, sedangkan senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ yang didoping Mg^{2+} akan menyebabkan Ti^{4+} pada lapisan perovskit digantikan oleh Mg^{2+} . Karena perbedaan valensi Mg^{2+} dengan Ti^{4+} sehingga menyebabkan kekosongan oksigen dan vibrasi TiO_6 menjadi lebih lemah yang teridentifikasi pada pergeseran bilangan gelombang puncak vibrasi 270 dan 520 cm^{-1} semakin melebar, sedangkan puncak vibrasi 314 cm^{-1} semakin kecil dengan bertambahnya konsentrasi Mg.

Spektroskopi Raman juga dapat digunakan untuk mendeteksi adanya perubahan-perubahan halus tingkat struktur lokal senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang didoping V^{5+} akan menyebabkan perubahan ikatan pada lapisan perovskit TiO_6 yaitu perubahan ikatan Ti-O sehingga akan mempengaruhi *tilting* TiO_6 oktahedral. Tang, dkk. (2006) tentang kajian spektroskopi Raman menyatakan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki modulus vibrasi *bending* Ti-O (227 dan 269 cm^{-1}), vibrasi *stretching-bending* Ti-O (334 cm^{-1}), dan vibrasi *stretching* Ti-O (537 dan 851 cm^{-1}). Selain itu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki modulus vibrasi pada daerah bilangan gelombang 133 dan 150 cm^{-1} yang intensitasnya sangat lemah, ketika senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ didoping dengan V^{5+} intensitas modulus vibrasi pada bilangan gelombang 133 dan 150 cm^{-1} semakin kuat dan menyebabkan pergeseran puncak vibrasi pada bilangan gelombang 229 cm^{-1} yang bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah

dengan meningkatnya konsentrasi V^{5+} . Hal ini dimungkinkan karena V^{5+} menggantikan sebagian Ti^{4+} pada $Bi_4Ti_3O_{12}$ yang memiliki perbedaan jari-jari kation dan muatan elektron valensi sehingga menyebabkan perubahan halus pada tingkat struktur lokal kristal. Akan tetapi pada penelitian tersebut belum dikaji lebih detail terhadap pengaruh doping V^{5+} terhadap masing-masing modus vibrasi.

Dari uraian di atas, maka dalam penelitian ini akan dikaji perubahan struktur lokal $Bi_4Ti_3O_{12}$ yang didoping V^{5+} ($Bi_4Ti_{3-x}V_xO_{12}$ dengan $x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) dengan menggunakan teknik spektroskopi Raman. Senyawa $Bi_4Ti_{3-x}V_xO_{12}$ disintesis dengan metode reaksi fasa padat dan kajian perubahan struktur lokal menggunakan data pergeseran bilangan gelombang dari spektra Raman $Bi_4Ti_{3-x}V_xO_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana sintesis dan karakterisasi senyawa $Bi_4Ti_{3-x}V_xO_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)?
2. Bagaimana perubahan struktur lokal kristal pada senyawa Aurivillius lapis tiga $Bi_4Ti_{3-x}V_xO_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dalam penelitian ini adalah:

1. Mengetahui sintesis dan karakterisasi senyawa $Bi_4Ti_{3-x}V_xO_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)?

2. Mengetahui perubahan struktur lokal kristal pada senyawa Aurivillius lapis tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang didoping V^{5+} dengan menggunakan reaksi fasa padat.
2. Keberhasilan sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) dikonfirmasi dengan XRD dan EDS sebagai karakterisasi pendahuluan.
3. Perubahan halus tingkat struktur lokal senyawa Aurivillius lapis tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang didoping V^{5+} diidentifikasi dengan menggunakan teknik spektroskopi Raman.

1.5 Urgensi Penelitian

Penelitian ini akan memberikan informasi terkait pengaruh dopan V^{5+} terhadap perubahan tingkat struktur lokal senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disebabkan oleh perubahan pada lapisan oktahedral dan diharapkan dapat memberikan kontribusi terhadap kajian lokal struktur pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

BAB II

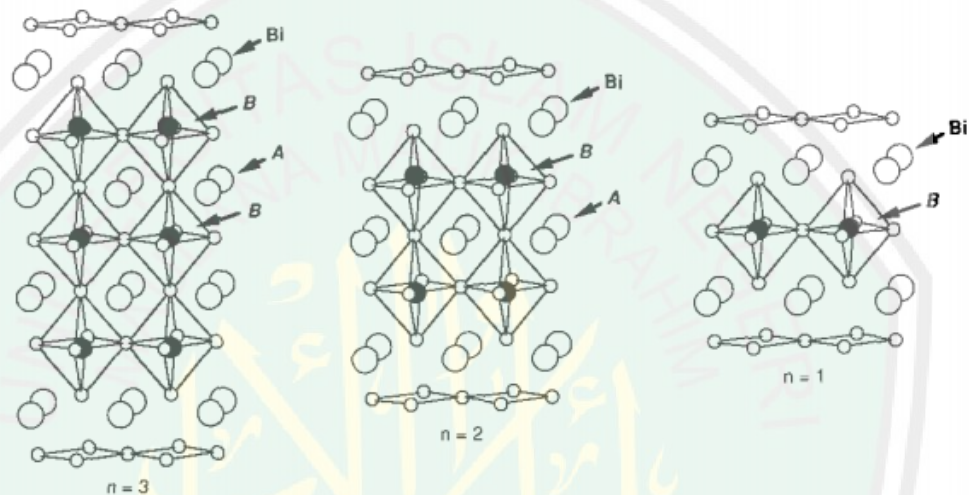
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Aurivillius

Senyawa Aurivillius pertama kali ditemukan oleh Bengt Aurivillius pada tahun 1949, senyawa yang pertama kali disintesis adalah $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Senyawa Aurivillius merupakan material oksida logam dengan struktur berlapis yang memiliki rumus umum $M_2A_{m-1}B_mO_{3m+3}$ ($m=1, 2, 3, 4, \dots$), di mana m adalah bilangan bulat yang menunjukkan jumlah lapisan senyawa perovskit. Senyawa tersebut terdiri dari lapisan bismuth $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ dan lapisan perovskit $[A_{m-1}B_mO_{3m+1}]^{2-}$ yang tersusun bergantian. Secara umum struktur Aurivillius disusun oleh kation A yang berukuran besar diantaranya adalah logam alkali, alkali tanah, dan unsur tanah jarang atau campuran yang memiliki koordinasi dodekahedral, misalnya Na^+ , Mg^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} dan Bi^{3+} , sedangkan kation B merupakan logam transisi yang berukuran lebih kecil dibandingkan logam A dan memiliki muatan yang tinggi seperti Ti^{4+} , Nb^{5+} , Ta^{6+} , W^{6+} dan V^{5+} (Aurivillius, 1949).

Senyawa Aurivillius yang berhasil disintesis diantaranya adalah Bi_2WO_6 , $\text{BaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$, $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($A = \text{Ba}, \text{Sr}, \text{dan Pb}$), $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (Maczk, dkk., 2009, Adamczyk, dkk., 2013, Goel dan Yadaf, 2006, Idink, dkk., 1994, Prasetyo, 2017., Hao, dkk., 2009). Senyawa Aurivillius memiliki sifat feroelektrik, fotokatalis, piezoelektrik, termoelektrik, dan *luminescence* (Hushur., dkk., 2002, Gu, dkk., 2016). Selain itu senyawa Aurivillius memiliki sifat magnetoelektrik atau memiliki dua sifat sekaligus yaitu sifat magnet dan feroelektri (Srinivas, dkk., 1999). Material Aurivillius yang telah dilaporkan

memiliki sifat magnetoelektrik antara lain adalah $\text{Bi}_8\text{Ti}_3\text{Fe}_4\text{O}_{24}$, $\text{Bi}_5\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$, $\text{Bi}_6\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_{18}$, $\text{Bi}_7\text{Ti}_3\text{Fe}_3\text{O}_{21}$ dan senyawa $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ yang di doping dengan Mn^{3+} (Srinivas, dkk., 2004, Srinivas, dkk., 1999, Zulhadjri, dkk., 2011). Struktur senyawa Aurivillius disajikan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur senyawa Aurivillius lapis tiga, dua dan satu (Graves, dkk; 1994)

Menuntut ilmu diwajibkan oleh Allah SWT atas setiap muslim, agar manusia (Adam) senantiasa mengamalkan amanah kekhalifahan yang diberikan oleh Allah SWT (Tori, 2011). Amanah kekhalifahan diberikan karena kemampuan berfikir yang dimiliki oleh manusia. Dengan kemampuan berfikir tersebut manusia dapat mengembangkan dan mengoptimalkan manfaat senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, salah satu caranya yaitu dengan mendoping $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan V^{5+} . Peristiwa dialog antara Malaikat, Adam, dan Allah Swt dalam firman Allah Surat al-Baqoroh ayat 31 memberikan gambaran yang jelas bahwa kemuliaan yang dimiliki manusia berpangkal pada kemampuan berfikir dan menyimpan ilmu yang dimiliki oleh manusia (Adam) (Tori, 2011). Para malaikat mengira bahwa berkat

ibadah yang mereka lakukan, artinya mereka lebih unggul dari manusia, maka Allah SWT menguji mereka dengan berfirman, “jika dugaan kalian itu benar, maka sebutkanlah nama-nama hakekat itu, yang telah aku ajarkan kepada kalian”, akan tetapi malaikat menyadari kekeliruan mereka, dan mereka baru mengetahui bahwa ibadah dan tasbih saja bukan ukuran pilihan Allah SWT. Khalifah harus memiliki posisi dan ilmu pengetahuan yang tinggi. Firman Allah SWT dalam al-Quran surat al-Baqorah ayat 31 yang berbunyi:

وَعَلَّمَ آدَمَ الْأَسْمَاءَ كُلَّهَا ثُمَّ عَرَضَهُمْ عَلَى الْمَلَائِكَةِ فَقَالَ أَنْبِئُونِي بِأَسْمَاءِ هَؤُلَاءِ إِنْ كُنْتُمْ صَادِقِينَ (٣١)

Artinya: “Dan dia mengajarkan kepada Adam nama-nama (benda-benda) seluruhnya, kemudian mengemukakannya kepada Malaikat lalu berfirman: “Sebutkanlah kepada-Ku nama benda-benda itu jika kamu memang benar!” (al-Baqoroh: 31)

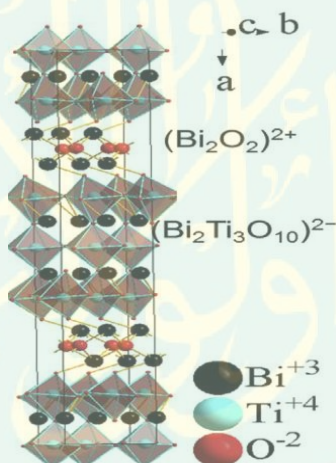
Tiga point yang dapat dipelajari dari ayat tersebut adalah: (1) Guru pertama yang mengajar manusia adalah Allah SWT yang memberi kemampuan berfikir, (2) manusia memiliki potensi dan kelayakan untuk menerima sebuah ilmu pengetahuan, dan (3) kelebihan manusia diantara segala makhluk terletak didalam ilmu pengetahuan dan kemampuan berfikir yang hal itu sendiri merupakan ibadah terbesar. Kemampuan berfikir yang dimiliki oleh manusia mewajibkan manusia untuk selalu mempelajari segala sesuatu dan menuntut ilmu . Mempelajari senyawa Aurivillius merupakan wujud tindakan manusia atas anjuran menuntut ilmu yang diwajibkan oleh Allah SWT atas setiap muslim. Kewajiban menuntut ilmu menurut imam Ghazali dituliskan dalam hadis dibawah ini yang berbunyi:

حَدَّثَنَا هِشَامُ بْنُ عَمَّارٍ حَدَّثَنَا حَفْصُ بْنُ سُلَيْمَانَ حَدَّثَنَا كَثِيرُ بْنُ شُنَيْبٍ عَنْ مُحَمَّدِ بْنِ سِيرِينَ عَنْ أَنَسِ بْنِ مَالِكٍ قَالَ: قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ طَلَبُ الْعِلْمِ فَرِيضَةٌ عَلَى كُلِّ مُسْلِمٍ (رواه ابن ماجه)

Artinya: “ Menuntut ilmu itu merupakan suatu kewajiban atas setiap muslim”.
(HR.Ibnu Majjah)

2.2 Struktur Senyawa Aurivillius Lapis Tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

Bismuth titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) merupakan senyawa Aurivillius lapis tiga. Tersusun dari lapis bismuth $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ dan tiga lapis $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]^{2-}$ yang tersusun secara bergantian di sepanjang sumbu c . Struktur senyawa Aurivillius lapis tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ disajikan pada Gambar 2.2.

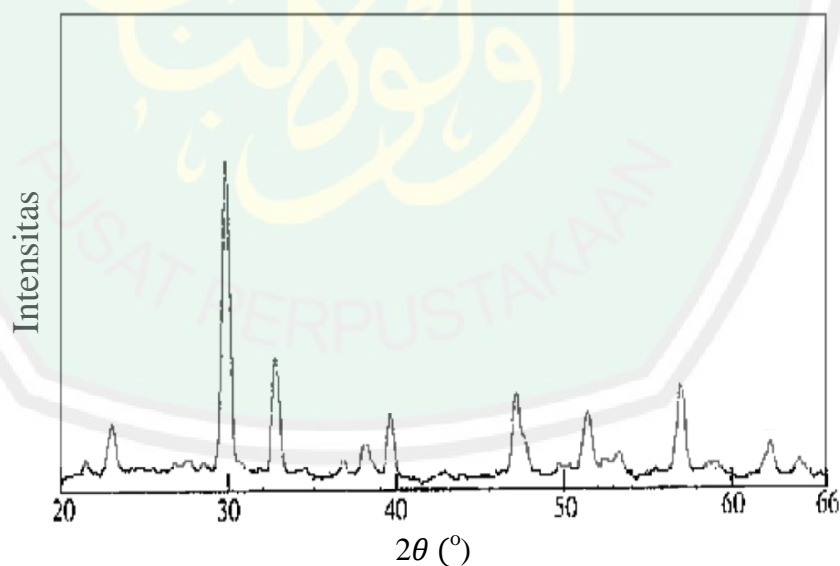


Gambar 2.2. Senyawa Aurivillius lapis tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Gu, dkk., 2016)

Gambar 2,2 menunjukkan bahwa lapisan $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tersusun atas jaringan oksigen segi empat datar dengan kation Bi^{3+} pada bagian atas dan bagian bawah segi empat tersebut membentuk BiO_4 , kation Bi^{3+} terikat sangat kuat dengan empat atom oksigen yang membentuk dasar dengan kation Bi^{3+} . Selain itu Bi^{3+} juga terikat dengan empat atom oksigen yang lain pada lapisan peroveskit dengan ikatan yang lebih panjang. Struktur lapisan $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]^{2-}$ tersusun atas tiga kubus BiTiO_3 yang tersusun secara teratur. Kation Bi^{3+}

menempati posisi pusat kubus, kation Ti^{4+} berada pada sudut kubus, dan anion O terletak ditengah tiap rusuk kubus. Dalam struktur peroveskit posisi kation Bi^{3+} akan bekoordinasi dengan 12 anion oksigen membentuk kubooktahedron, sedangkan posisi kation Ti berada pada pusat struktur oktahedral, yang tersusun dari koordinasi kation Ti^{4+} dengan enam anion oksigen.

Struktur senyawa Aurivillius dapat diidentifikasi dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X. Sinar-X adalah radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 1 Å. Jika sinar-X ditembakkan pada bidang tersebut, maka beberapa berkas sinar akan dihamburkan (didifraksikan) oleh bidang tersebut dengan sudut pantul yang sama dengan sudut datang, sedangkan sisanya akan diteruskan menembus bidang (West, A. R., 1984).



Gambar 2.3 Pola XRD senyawa $Bi_4Ti_3O_{12}$ setelah dikalsinsi pada suhu 650 °C selama 10 menit (Yoa, dkk., 2003)

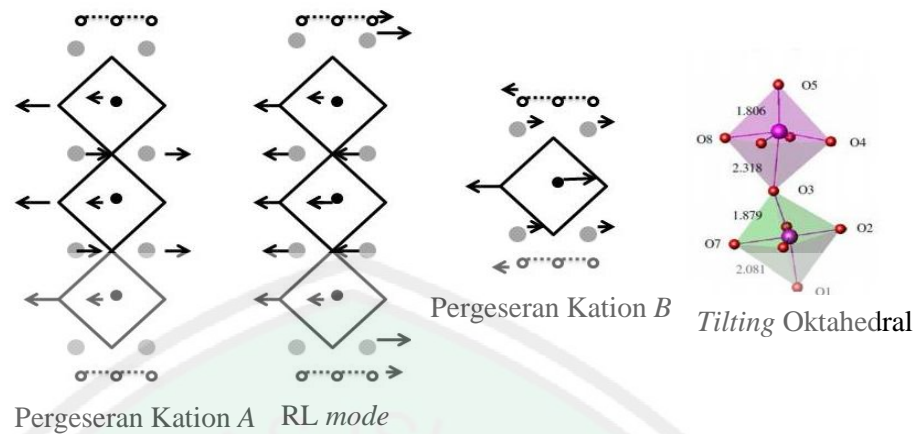
Yoa, dkk. (2003) melaporkan bahwa pola difraksi sinar-X senyawa Aurivillius $Bi_4Ti_3O_{12}$ yang ditampilkan pada Gambar 2.3, membentuk fasa

tunggal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan parameter kisi $a= 5,45 \text{ \AA}$, $b= 5,41 \text{ \AA}$ dan $c= 32.82 \text{ \AA}$ dan grup ruang $A2_1am$ dan sistem kristal ortorombik.

2.3 Pengaruh Doping V^{5+} terhadap Senyawa Aurivillius Lapis Tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

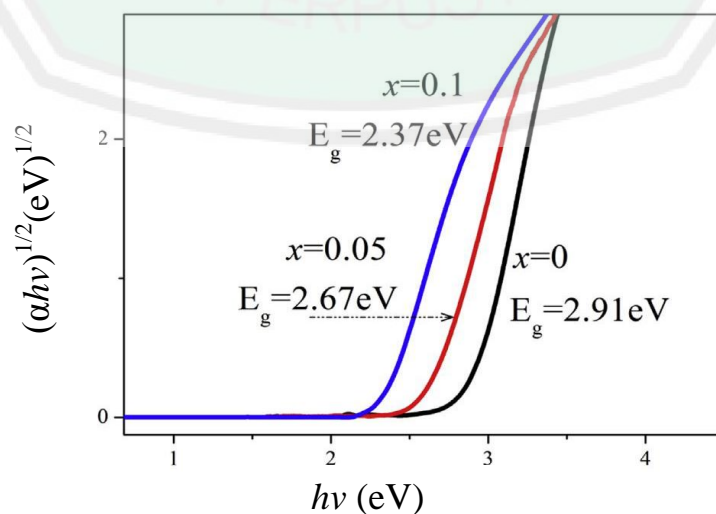
Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki sifat feroelektrik yang bagus sehingga dapat diaplikasikan sebagai *Dynamic Random Access Memory* (DRAM) dan *non-volatile Feroelectric Random Acces Memory* (FRAM). Sifat feroelektrik menunjukkan adanya gejala polarisasi spontan, adanya domain feroelektrik dan loop histerisis (Ismunandar, 2006).

Asal sifat feroelektrik pada senyawa Aurivillius dikenal sebagai tipe *displacive*. Pada jenis *displacive* polarisasi spontan berasal dari pergeseran ion-ion (Wasicki, J. dkk., 2008). Hal ini mengindikasikan bahwa sifat feroelektrik senyawa Aurivillius disebabkan oleh perubahan struktur lokal kristal Aurivillius yaitu pergeseran kation *A/B* atau tilting oktahedra (Witherts, dkk., 1991). Stachiotti, dkk. (2000) menemukan bahwa polarisasi spontan senyawa $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ berasal dari pergeseran *RL mode*, dan pergeseran kation *A*. Withers, dkk. (1991) melaporkan bahwa polarisasi spontan pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ berasal dari pergeseran kation *B* dan *tilting* oktahedral. Tang, dkk. (2006) melaporkan bahwa doping V^{5+} pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dapat menyebabkan perubahan struktur lokal lapisan oktahedral BO_6 sehingga mempengaruhi pergeseran kation *B* dan *tilting* oktahedral sehingga sifat feroelektrik senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ meningkat. Polarisasi spontan senyawa Aurivillius ditampilkan pada Gambar 4.2



Gambar 2.4 Mekanisme asal polarisasi spontan senyawa Aurivillius (Prasetyo, 2016)

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilaporkan memiliki sifat fotokatalis yang mempunyai energi *band gap* sebesar 2,9 eV (Yao, dkk., 2003). Namun dalam bidang fotokatalis senyawa ini kurang efisien karena memiliki energi *band gap* yang cukup tinggi. Untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dapat dilakukan dengan mendoping senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan V^{5+} , sehingga energi *band gap* menjadi lebih kecil yaitu 2,37 eV (Gu, dkk., 2016). Data *diffuse reflectance spectra* (DRS) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ didoping V^{5+} ditampilkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Data DRS senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ didoping V^{5+} (Gu, dkk., 2016)

2.4 Sintesis Senyawa Aurivillius Lapis Tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping V^{5+}

Senyawa Aurivillius berhasil disintesis dengan beberapa metode diantaranya adalah reaksi fasa padat, lelehan garam, hidrotermal, metatesis dan sol-gel, *chemical solution decomposition* (CSD), dan kombinasi sol-gel dengan hidrotermal (Tang, dkk., 2006, Idink, dkk., 1994, Shi, dkk., 2000, Gopalakrishnan, dkk., 2000, Gu, dkk., 2016, Zang, dkk., 2009, Chen, dkk., 2016). Pemilihan metode sintesis berkaitan dengan bentuk produk yang diinginkan disamping kemurnian dan karakteristik dari bahan prekursor serta kestabilan dan terbentuknya produk akhir.

Sintesis senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ pada penelitian ini menggunakan metode sintesis fasa padat. Karena sintesis fasa padat adalah metode yang paling banyak digunakan untuk mensintesis material polikristalin. Metode ini dilakukan dengan mencampurkan material prekursor dalam keadaan padatan, dan kemudian dipanaskan dalam keadaan suhu tinggi yang kadang kadang mencapai suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$ sampai dengan $1500\text{ }^\circ\text{C}$ (West, 1984). Kelebihan metode sintesis fasa padat yaitu akan menghasilkan kristal yang memiliki kemurnian dan kristalinitas yang tinggi.

Goel dan Yadav (2006) melakukan sintesis $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ terdoping V^{5+} dengan metode sintesis reaksi fasa padat dimana prekursor SrCO_3 , Bi_2O_3 , Ta_2O_5 dan V_2O_5 ditimbang berdasarkan perhitungan stoikometri, kemudian dilakukan penggerusan di dalam mortar *agate* dan ditambahkan aseton. Setelah itu dilakukan pemanasan pada suhu 800 dan $900\text{ }^\circ\text{C}$ masing-masing selama 2 jam dimana pada setiap tahap pemanasan dilakukan penggerusan ulang. Menurut Macedo and Hernandez (2002) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ juga dapat disintesis dengan menggunakan

metode reaksi fasa padat yang menghasilkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan kemurnian dan tingkat kristalinitas tinggi. Selain itu penelitian Tang, dkk. (2006) melaporkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang didoping V^{5+} dapat disintesis dengan metode reaksi fasa padat pada suhu 680 dan 800 °C dan menghasilkan fasa tunggal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan kemurnian dan tingkat kristalinitas tinggi.

Keberadaan dopan V^{5+} pada senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dapat diketahui dengan teknik *Energi Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS). Teknik tersebut menggunakan spektrum sinar-X yang dipancarkan oleh suatu padatan yang ditembak oleh elektron yang dipercepat dengan anoda untuk menganalisa kandungan unsur padatan tersebut. Spektrum sinar-X diperoleh ketika elektron yang dipercepat ditembakkan pada sampel, sehingga elektron pada kulit lebih dalam (*inner shell*) akan keluar dari kulit tersebut sehingga terjadi kekosongan elektron yang kemudian akan diisi elektron pada kulit lebih luar (*outer shell*). Peristiwa lompatan elektron pada kulit luar ke kulit lebih dalam akan disertai dengan pelepasan energi sinar-X yang unik untuk masing-masing unsur, sehingga analisis EDS dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif unsur penyusun suatu padatan (Egerton, 2005).

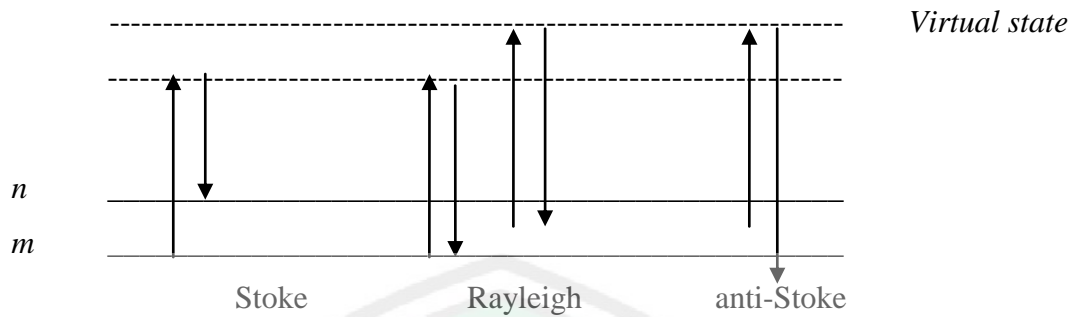
2.5 Identifikasi Perubahan Struktur Lokal dengan Spektroskopi Raman

Teknik spektroskopi Raman adalah salah satu metode spektroskopi vibrasi yang banyak digunakan untuk mengkaji modus-modus vibrasi pada suatu molekul. Spektroskopi Raman telah banyak dilaporkan sebagai teknik yang ideal untuk mendeteksi adanya perubahan halus tingkat struktur lokal kristal misalnya *tilting* dan rotasi pada lapisan oktahedral, *disorder* kation, efek *Jahn-Teller*,

perubahan simetri kristal dan perubahan tingkat struktur lokal ikatan oksigenation pada senyawa oksida (Nakamoto, 1997).

Ketika suatu bahan dikenai suatu cahaya maka akan ada interaksi misalnya diserap (*adsorption*), diteruskan (*transmission*) atau dihamburkan (*scatter*). Teknik spektroskopi Raman merupakan metode yang memanfaatkan hamburan raman yang digunakan untuk identifikasi perubahan tingkat struktur lokal kristal. Dari cahaya yang dilewatkan hanya 0,1 % yang memberikan fenomena hamburan elastik (hamburan Rayleigh) dan sebagian kecil lagi merupakan hamburan inelastik (hamburan Raman). Hamburan elastik terjadi apabila cahaya yang mengenai bahan hanya menyebabkan perubahan pada awan elektron sehingga frekuensi cahaya yang dihamburkan sama dengan frekuensi cahaya datang. Sedangkan pada hamburan inelastik (hamburan Raman) terjadi apabila cahaya yang mengenai suatu padatan menyebabkan vibrasi inti sehingga frekuensi cahaya yang dihamburkan tidak sama dengan frekuensi cahaya datang.

Hamburan raman sangat lemah namun hal ini dapat diatasi dengan peningkatan densitas energi (Smith dan Dent, 2005). Pada hamburan Raman terjadi pergeseran energi yaitu kenaikan tingkat energi yang dikenal sebagai Stoke atau penurunan tingkat energi yang dikenal sebagai anti-Stoke. Perbedaan tingkat energi ini berhubungan dengan frekuensi vibrasi dari molekul (Brown dan Dent, 2005). Pergeseran energi Stoke memiliki intensitas yang lebih tinggi dan menimbulkan transisi energi dari energi yang rendah (*ground state*) (m) menuju energi yang lebih tinggi (n), sedangkan pergeseran energi anti-Stoke terjadi pada level tereksitasi (n) bertransisi menuju energi yang lebih rendah (m) seperti terlihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Diagram hamburan Reyleigh, Stoke dan anti-Stoke (Smith dan Dent, 2005)

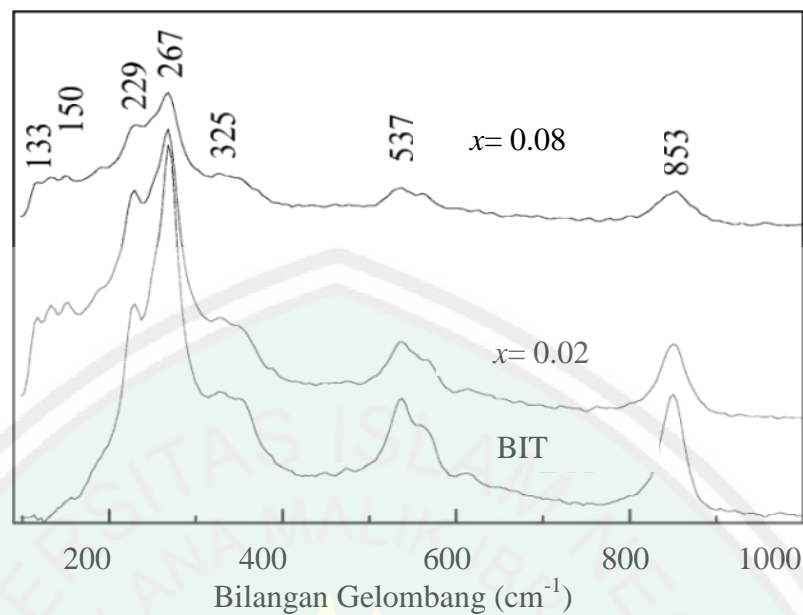
Perubahan energi dalam fenomena Stoke dan anti-Stoke dalam hamburan Raman ditulis dengan persamaan (2.2) dan (2.3):

$$h\nu = h\nu(\nu - \nu_m) + h\nu_m \quad \text{Hamburan Stoke} \dots \dots \dots (2.2)$$

$$h\nu + h\nu_m = h\nu(\nu + \nu_m) \quad \text{Hamburan anti-Stoke} \dots \dots \dots (2.3)$$

dengan h adalah konstanta Planck, c adalah kecepatan cahaya, ν adalah frekuensi (cm^{-1}), dan ν_m adalah frekuensi yang ekuivalen dengan perbedaan energi sinar datang dan hamburannya.

Kajian simetri struktur kristal dapat digunakan untuk menentukan modus vibrasi aktif spektroskopi Raman. Kajian simetri bisa digunakan untuk menjelaskan modus-modus vibrasi Raman pada senyawa dalam keadaan kristal tunggal (*single crystal*), sedangkan pada penerapan pada senyawa polikristalin akan sulit dilakukan karena modus vibrasi pada padatan polikristalin akan saling tumpang tindih. Penelusuran modus vibrasi aktif Raman dapat dilakukan dengan menggunakan piranti lunak online Bilbao Crystallography dengan memasukkan data kristalografi suatu senyawa. Spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,02$ dan $0,08$) (Tang, dkk., 2006)

Secara umum modus vibrasi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ di bagi menjadi dua yaitu (a) modus vibrasi $\leq 200 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan modus eksternal TiO_6 dan (b) modus vibrasi $\geq 200 \text{ cm}^{-1}$ merupakan modus vibrasi internal TiO_6 (Gouadec dan Colomban, 2007). Modus vibrasi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,02$ dan $0,08$) menggunakan spektroskopi Raman terdapat pada bilangan gelombang 130, 150, 227, 269, 334, 537 dan 851 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 578 juga teridentifikasi pada spektroskopi Inframerah yang menunjukkan modus vibrasi *stretching* Ti-O. Modus vibrasi spektroskopi Raman dirangkum pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Modus vibrasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Tang, dkk., 2006)

Modus vibrasi (cm^{-1})	Jenis modus vibrasi
130 dan 150	<i>Displacement</i> kation A/B
227 dan 269	<i>Bending</i> Ti-O
334	<i>Stretching-bending</i> Ti-O
537 dan 851	<i>Stretching</i> Ti-O

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Kimia Fisik Material (LKFM) program studi Kimia Institut Teknologi Bandung (ITB), Laboratorium Central Universitas Negeri Malang (UM), dan Teknik Material dan Metalurgi Institut Teknologi Bandung pada bulan September 2017-Juli 2018.

3.2 Alat-Alat dan Bahan-Bahan

3.2.1 Alat-alat

Alat alat yang akan digunakan adalah seperangkat alat gelas, aluminium foil, neraca analitik, spatula, krus alumina, oven, seperangkat alat XRD, seperangkat alat SEM-EDS, dan spektrometer Raman.

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah aseton, aquades, Bi_2O_3 , TiO_2 dan V_2O_5 .

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian dibagi menjadi 3 tahap yaitu:

1. Tahap sintesis: proses sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping V^{5+} dilakukan dengan metode sintesis reaksi fasa padat.

2. Karakterisasi pendahuluan senyawa hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping V^{5+} dengan menggunakan: (a) XRD untuk mengetahui struktur kisi kristal dan data kristalografi senyawa yang dihasilkan, (b) EDX digunakan untuk mengetahui kandungan atau komposisi unsur senyawa hasil sintesis.
3. Karakterisasi Spektroskopi Raman digunakan untuk identifikasi modus vibrasi senyawa hasil sintesis. Analisis terhadap spektra Raman yang diperoleh untuk kajian perubahan struktur lokal.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$

Senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ disintesis dengan metode reaksi fasa padat. Prekursor ditimbang sesuai dengan stoikiometri reaksi dengan massa senyawa target ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) adalah 4 gram. Komposisi prekursor yang digunakan dirangkum dalam Tabel 3.1 dan rincian perhitungan ditampilkan pada Lampiran 3.

Tabel 3.1 Massa tiap-tiap bahan prekursor untuk mendapatkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)

Target senyawa	Massa target (gram)	Massa pereaksi		
		Bi_2O_3 (gram)	TiO_2 (gram)	V_2O_5 (gram)
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ *	4	3,18186	0,81814	-
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	4	3,16377	0,79993	0,01544
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	4	3,18103	0,79066	0,03104
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12}$	4	3,12820	0,76412	0,04578
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{V}_{0,2}\text{O}_{12}$	4	3,18020	0,76319	0,06206

*Menggunakan sampel dari data penelitian Rodhiyah, 2018.

Sintesis dilakukan dengan pemanasan bertingkat pada suhu 450, 600, 700, 800, dan 850 °C. Semua prekursor ditempatkan dalam mortar *agate* dan di gerus

selama 1 jam ditambah pelarut aseton selama proses penggerusan. Campuran yang sudah homogen kemudian dipanaskan dalam tanur dengan suhu 450 °C selama 8 jam. Kemudian sampel diambil dan digerus lagi selama 1 jam dan ditambahkan aseton, kemudian dipanaskan lagi pada suhu 600 °C selama 8 jam dan cara yang sama digunakan untuk pemanasan selanjutnya pada suhu 700, 800, dan 850 °C.

3.4.2 Karakterisasi dan analisis dengan Teknik Difraksi Sinar-X

Karakterisasi senyawa Aurivilius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan teknik difraksi sinar-X dilakukan dengan menempatkan serbuk sampel kurang lebih 5 gram pada sampel *holder* kemudian ditembak dengan sinar-X yang sesuai. Difraktogram yang dihasilkan berupa grafik hubungan antara intensitas dengan sudut difraksi 2θ . Data hasil difraksi pada 2θ diambil pada rentang 10-90°.

Analisis pola puncak-puncak difraksi senyawa hasil sintesis dibandingkan dengan pola puncak-puncak difraksi pada standar yang terdapat dalam *International Crystallography Standard Database (ICSD)*, jika terdapat kesesuaian maka senyawa yang disintesis sudah sesuai dan memiliki fasa yang sama dengan standar. Kemudian dilakukan *refinement* menggunakan perangkat lunak Rietica dengan metode Le Bail terhadap pola difraksi sinar-X yang diperoleh untuk mengetahui data kristalografi dari senyawa yang dianalisis.

3.4.3 Karakterisasi dengan Teknik *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*

Karakterisasi senyawa Aurivilius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan teknik EDS dilakukan dengan menempatkan serbuk sampel pada sampel *holder* dan diratakan. Kemudian ditembak dengan elektron yang dipercepat dengan anoda sehingga

menyebabkan suatu padatan memancarkan energi sinar-X yang unik untuk masing-masing unsur. Setelah energi sinar-X tersebut ditembakkan menuju sampel maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung dalam sampel. Kondisi pengukuran dilakukan pada perbesaran 3000 x.

3.4.4 Karakterisasi dengan Teknik Spektroskopi Raman

Dalam pengukuran ini menggunakan laser dengan panjang gelombang 532 nm, dengan rentang bilangan gelombang 32-1200 cm^{-1} . Sampel dibuat *pellet* untuk mendapatkan sinyal yang bagus. Sebelum pengukuran dilakukan pencarian parameter pengukuran terbaik yang meliputi: *power output* laser, waktu akuisisi data, dan pengulangan *scanning* pengukuran.

Analisis spektra Raman yang diperoleh diolah dengan beberapa tahapan, diantaranya:

1. Koreksi dengan *background*

Spektra Raman yang di peroleh akan dikoreksi dengan *background* dari sampel *holder* yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh spektrum sampel *holder* terhadap spektrum sampel. Koreksi *background* sampel *holder* terhadap spektra sampel ditulis pada persamaan 3.1 (Prasetyo, 2016).

$$I_{\omega c} = I_{\omega a} - I_{\omega b} \dots \dots \dots (3.1)$$

dengan $I_{\omega c}$ adalah intensitas hasil koreksi *background*, $I_{\omega a}$ adalah intensitas spektrum sampel dan $I_{\omega b}$ adalah intensitas spektrum sampel *holder* (*background*)

2. Koreksi dengan fakta populasi Bose-Einstein

Spektra raman dikoreksi dengan fakta populasi Bose-Einstein yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh faktor suhu terhadap spektrum sampel menggunakan persamaan Bose-Einstein yang ditulis pada persamaan 3.2 (Prasetyo, 2016).

$$n(\omega, T) = \frac{1}{\left[\exp\left(\frac{h\omega}{k_B T}\right) - 1\right]} \dots \dots \dots (3.2)$$

dengan ω adalah bilangan gelombang m^{-1} dan T adalah suhu pengukuran sampel. Persamaan 3.1 dibagi dengan persamaan 3.2 menjadi persamaan:

$$I_{\omega D} = I_{\omega c} / \left[\exp\left(\frac{h\omega}{k_B T}\right) - 1\right] \dots \dots \dots (3.3)$$

Persamaan 3.3 dibagi dengan waktu yang di perlukan untuk akusisi data (waktu pengukuran) sehingga persamaan 3.3 menjadi:

$$I_{\omega E} = \frac{I_{\omega D}}{t} \dots \dots \dots (3.4)$$

$I_{\omega E}$ adalah intensitas spektrum akhir yang akan dianalisis dan t adalah waktu yang dibutuhkan untuk pengukuran.

3. *Fitting* terhadap spektra Raman

Sampel yang digunakan adalah bahan polikristalin oleh sebab itu spektra raman yang diperoleh akan menghasilkan puncak-puncak modus vibrasi yang saling tumpang tindih sehingga semua puncak dengan intensitas lemah, sedang dan kuat akan *fitting* untuk memperoleh data (a) posisi puncak, (b) *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dan (c) *Intensity Integrated*. *Fitting* menggunakan perangkat lunak Origin 9.1. dengan model *Lorentzian*.

4. Analisis pergeseran posisi puncak-puncak modus vibrasi

Bilangan gelombang (ω) atau posisi puncak dari semua modus vibrasi akan dibuat grafik hubungan antara ω dan konsentrasi dari V^{5+} . Dari tren yang diperoleh akan digunakan untuk mengidentifikasi secara kualitatif perubahan pada tingkat lokal strukturnya. Modus vibrasi pada daerah lebih besar 200 cm^{-1} akan berhubungan dengan perubahan struktur lokal lapis oktahedra sedangkan modus vibrasi di bawah 200 cm^{-1} akan berhubungan dengan pergeseran kation *A* dan *RL mode*.



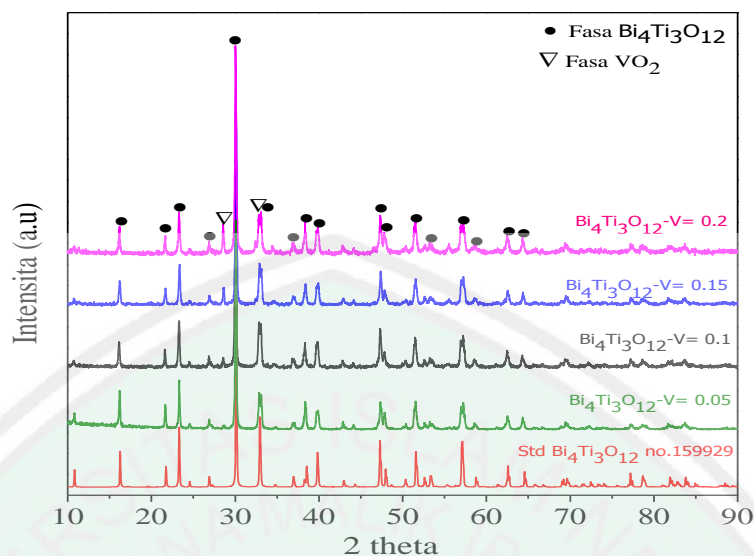
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

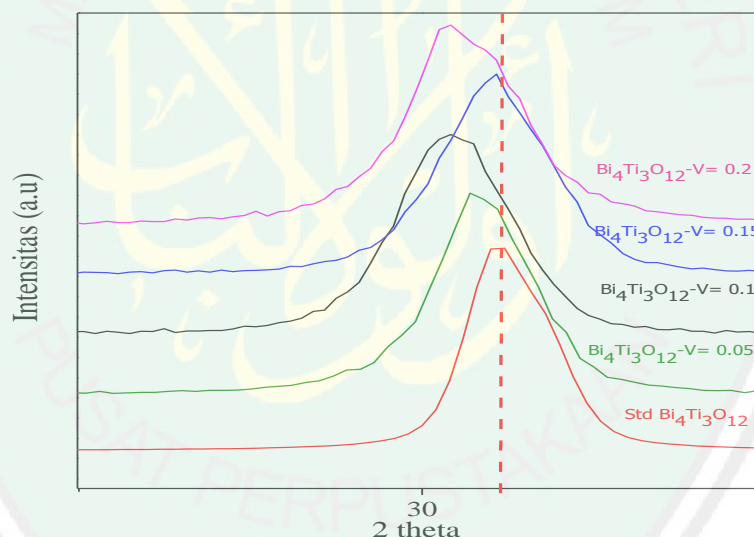
Penelitian ini melakukan sintesis dan kajian lokal struktur dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$). Penelitian ini terdiri dari tiga tahap yaitu (a) sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$), (b) sampel yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD untuk identifikasi fasa dan sistem kristal dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dan SEM-EDS untuk mengetahui bentuk partikel dan komposisi senyawa hasil sintesis, (c) karakterisasi spektroskopi Raman untuk menentukan perubahan struktur lokal senyawa hasil sintesis.

4.1 Karakterisasi Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ Dengan Teknik Difraksi Sinar-X

Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa dan sistem kristal dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$). Pola difraksi sinar X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) ditampilkan pada Gambar 4.1. Dari data yang diperoleh kemudian dicocokkan dengan data standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang terdapat dalam *International Crystallography Standard Data* (ICSD) no.159929, diperoleh bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah terbentuk dari proses sintesis, hal ini dapat dilihat dari kemiripan pola difraksi dengan standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, akan tetapi masih ditemukan adanya pengotor. Fasa pengotor yang terbentuk merupakan fasa VO_2 karena puncak-puncak difraksi dari fasa pengotor memiliki puncak difraksi yang sama dengan VO_2 (ICSD= 1503). Fasa pengotor VO_2 dapat terbentuk karena dopan V^{5+} (V_2O_5) dapat tereduksi menjadi senyawa V^{4+} (VO_2) yang lebih stabil pada suhu diatas $600\text{ }^\circ\text{C}$ dalam ruang vakum (Monfort, dkk., 20014, Su, D dan Schlogl, R, 2002).



Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)



Gambar 4.2 Pergeseran puncak difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)

Terbentuknya fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) dapat ditunjukkan dengan adanya pergeseran posisi puncak pada $2\theta(^{\circ})=30,1$ yang ditampilkan pada Gambar 4.2. Pergeseran ini disebabkan oleh adanya sebagian Ti^{4+} ($0,605 \text{ \AA}$) pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ digantikan oleh dopan V^{5+} ($0,54 \text{ \AA}$) sehingga menyebabkan kompensasi muatan dimana Ti^{4+} dapat berubah menjadi

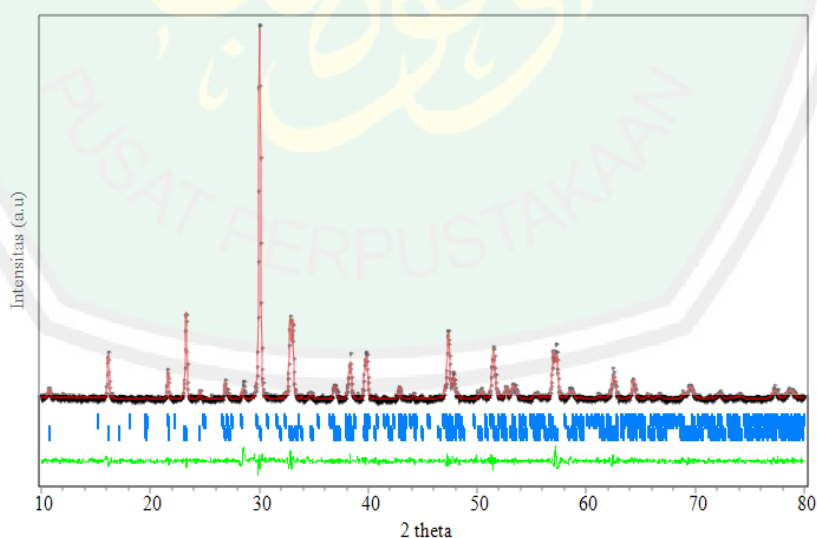
Ti³⁺ (0,57 Å) dan atau V⁵⁺ berubah menjadi V⁴⁺ (0,58 Å). Hal ini dapat terjadi kerana perbedaan jari-jari masing-masing kation kurang dari 15%. Pergeseran posisi $2\theta(^{\circ}) = 30,1$ mengindikasikan adanya perubahan kisi dan perubahan lokal struktur kristal akibat doping V⁵⁺. Doping V⁵⁺ menyebabkan puncak-puncak difraksi semakin melebar yang mengindikasikan adanya cacat kristal dan tingkat kristalinitas yang semakin rendah.

Tahap berikutnya dilakukan *refinement* yang bertujuan untuk memperoleh data kristalografi. Proses *refinement* dua fasa dilakukan dengan menggunakan aplikasi Rietica dengan metode *Le Bail*. Data Standar Bi₄Ti₃O₁₂ yang digunakan dalam proses *refinement* adalah ICSD= 159929 dengan volume sel satuan 964,2 yang berstruktur ortorombik dengan *space group* B2cb dan parameter kisi a (Å) = 5,4370 ; b (Å) = 5,4360 ; dan c (Å) = 32,6833 , sedangkan data standar VO₂ adalah ICSD= 1503 yang berstruktur monoklinik dengan *space group* P12/m1 dan parameter kisi a (Å) = 9,06 ; b (Å) = 5,8 dan c (Å) = 4,5217 . Hasil *refinement* data difraksi Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ ($x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) ditampilkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil *refinement* terhadap data difraksi Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ ($x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)

Parameter	Sampel			
	Bi ₄ Ti _{3-x} V _x O ₁₂ $x = 0,05$	Bi ₄ Ti _{3-x} V _x O ₁₂ $x = 0,1$	Bi ₄ Ti _{3-x} V _x O ₁₂ $x = 0,15$	Bi ₄ Ti _{3-x} V _x O ₁₂ $x = 0,2$
Grup ruang	B2cb	B2cb	B2cb	B2cb
a (Å)	5,433630	5,437000	5,433870	5,438519
b (Å)	5,415743	5,414659	5,415703	5,417018
c (Å)	32,730972	32,702003	32,683300	32,709488
V (Å ³)	963,178955	962,730652	961,811462	963,639771
R_p	13,58	6,74	6,98	6,88
R_{wp}	8,79	6,88	7,53	7,80
GoF	0,7116E-01	0,3679E+00	0,4779E+00	0,3078E+00

Hasil *refinement* memperlihatkan bahwa data difraksi sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) memiliki kesesuaian yang baik dengan data standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (ICSD= 159929) dan VO_2 (ICSD= 1503). Hal tersebut dapat dilihat dari nilai *goodness of fit* (GoF), residu profil ($R_p = \text{residue profil}$) dan residu profil terboboti ($R_{wp} = \text{residue weight profil}$) yang merupakan parameter kecocokan difraktogram sampel dengan standar menurut perhitungan *refinement* dimana nilai R_p dan R_{wp} dibawah 20% dan nilai GoF kurang dari 1,8 menunjukkan kecocokan difraktogram dengan standar dapat diterima (Hill dan Madsen, 1986). Plot hasil *refinement* sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,1$) ditampilkan pada Gambar 4.3. Hasil *refinement* sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) menunjukkan bahwa persentase fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ lebih dominan dibandingkan fasa VO_2 yang ditampilkan pada Tabel 4.2.



Gambar 4.3 Plot hasil *refinement* fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan fasa VO_2 senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0.1$).

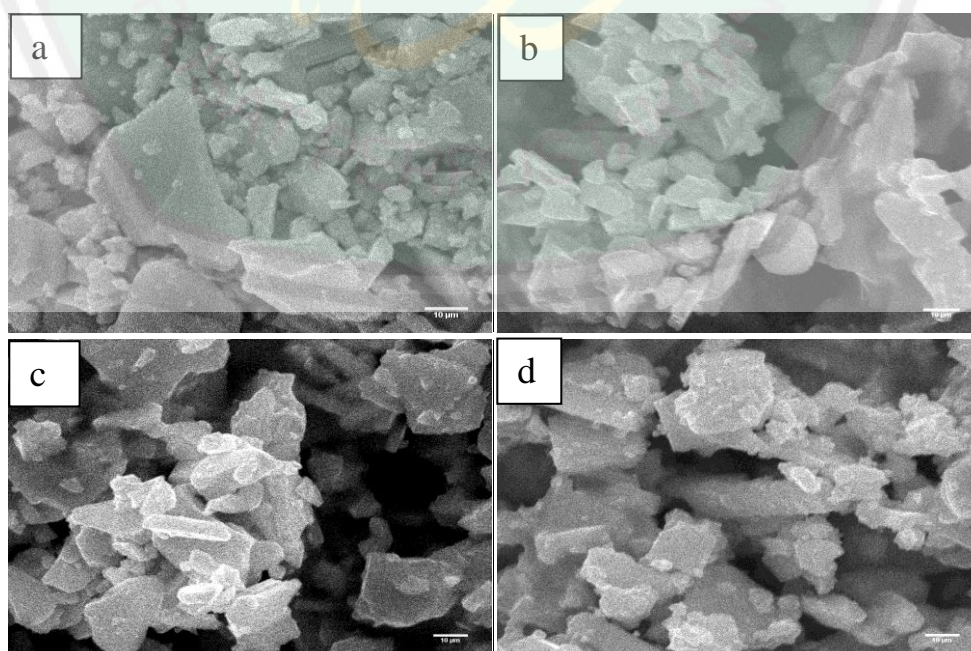
Keterangan: -Garis merah= difraktogram hasil kalkulasi dari proses *refinement*
 -Garis hitam= difraktogram dari sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0.1$)
 -Garis biru= difraktogram dari standar fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan fasa VO_2
 -Garis hijau= menunjukkan kesesuaian antara standar dengan sampel

Tabel 4.2 Persentase fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan fasa VO_2 dari proses *refinement* dua fasa

Senyawa	Jumlah $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (%)	Jumlah VO_2 (%)
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	80,24	19,76
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	80,34	19,66
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12}$	80,43	19,57
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{V}_{0,2}\text{O}_{12}$	80,47	19,53

4.2 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS)

Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS. Karakterisasi SEM digunakan untuk mengetahui morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) dan EDS untuk indentifikasi unsur penyusun. Morfologi partikel dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) adalah *plate-like* atau lempengan seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.4. Hasil analisa EDS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) didapatkan persentase unsur-unsur yang terkandung yang tercantum dalam Tabel 4.3. Berdasarkan data EDS tersebut didapatkan hasil bahwa logam vanadium terdeteksi dalam senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.



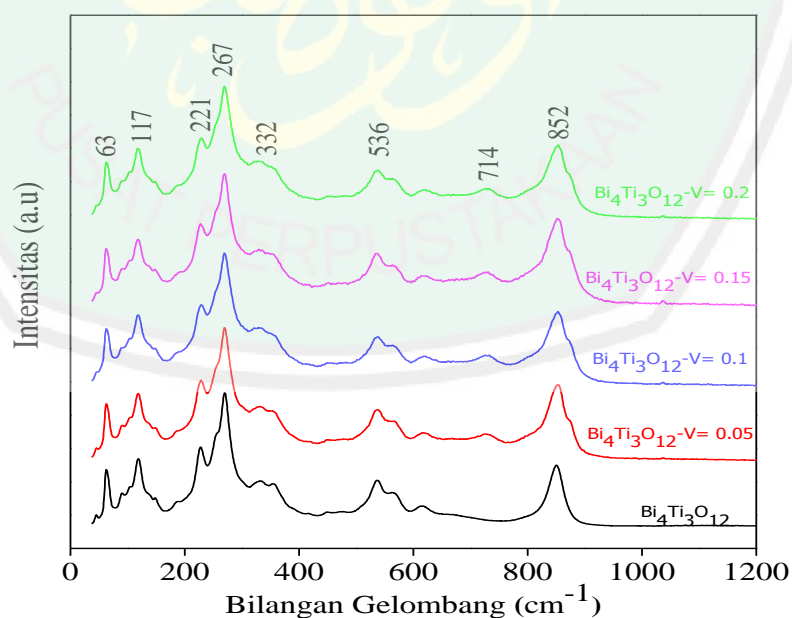
Gambar 4.4 Karakterisasi SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ (a) $x = 0,05$, (b) $x = 0,1$, (c) $x = 0,15$, (d) $x = 0,2$ pada perbesaran 6000x

Tabel 4.3 Komposisi atom-atom penyusun $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) berdasarkan kadar secara teoritis dan hasil EDS.

Senyawa	Kadar Bi (%)		Kadar Ti (%)		Kadar V (%)		Kadar O (%)	
	Teori	EDS	Teori	EDS	Teori	EDS	Teori	EDS
BIV-0,05	71,34	66,45	12,06	9,44	0,25	0,48	16,39	23,62
BIV-0,1	71,33	66,74	11,85	9,42	0,43	1,27	16,384	22,56
BIV-0,15	71,32	63,42	11,64	9,55	0,65	1,12	16,381	25,91
BV-0,2	71,31	65,62	11,44	9,59	0,87	0,56	16,379	24,23

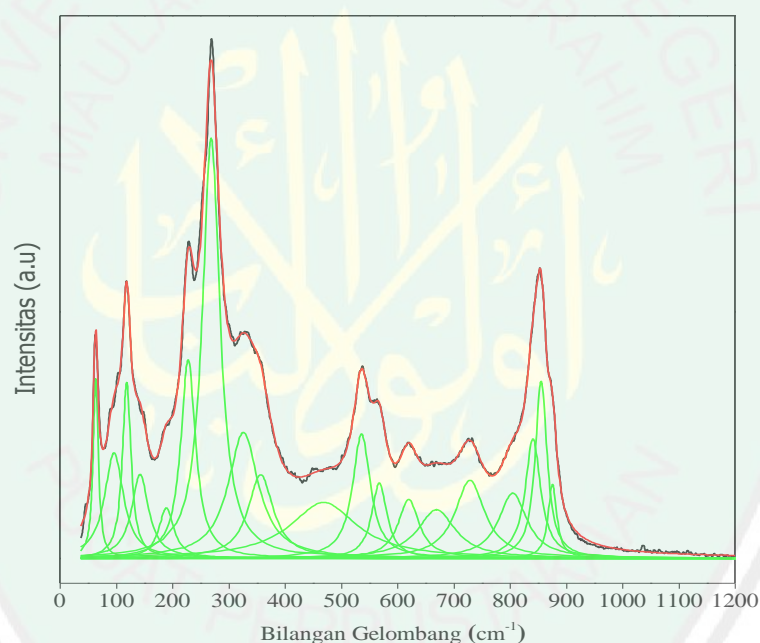
4.3 Kajian Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan Spektroskopi Raman

Kajian perubahan lokal struktur senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping V^{5+} dilakukan dengan menggunakan spektroskopi Raman. Pengukuran spektroskopi Raman terhadap senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) dilakukan pada suhu 298 K dengan pengulangan *scanning* sebanyak 3 kali dan waktu akuisisi 15 sekon. Spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) ditampilkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)

Gambar 4.5 memperlihatkan bahwa spektra senyawa hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) mempunyai pola spektra yang mirip dengan spektra $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Hal ini membuktikan bahwa dopan V^{5+} tidak merubah struktur senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Keberadaan dopan V^{5+} menyebabkan terbentuknya modus vibrasi baru pada bilangan gelombang 714 cm^{-1} . Modus vibrasi baru tersebut merupakan modus vibrasi khas dari VO_2 yang merupakan pengotor (Hurley, dkk.,2011).



Gambar 4.6 Model *fitting* spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,1$)

Keterangan: -Garis merah= spektra hasil kalkulasi dari proses *fitting*
 -Garis hitam= spektra dari sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$
 - Garis hijau= spektra artificial

Kajian perubahan struktur lokal senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dilakukan dengan membandingkan posisi-posisi puncak dari modus vibrasi Raman. Senyawa hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ merupakan senyawa polikristalin. Oleh sebab itu puncak-puncak modus vibrasinya saling tumpang tindih sehingga sulit untuk mendeteksi

adanya pergeseran puncak modus vibrasi. Untuk melihat posisi puncak modus vibrasi maka semua puncak perlu *fitting*. Model *fitting* spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) ditampilkan pada Gambar 4.6. Dari proses *fitting* akan diperoleh posisi puncak vibrasi (bilangan gelombang), *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dan *integrated intensity*. Proses *fitting* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) dilakukan menggunakan model Lorentzian dengan aplikasi Origin 8.5.1.

Syarat- syarat *fitting* yang digunakan adalah (a) faktor toleran 10^{-6} , (b) nilai R^2 mendekati satu, dan (c) nilai *integrated intensity* (I) dan derajat kesalahannya (dI) yang diperkenankan adalah $dI/I < 1$. Berdasarkan syarat-syarat tersebut maka *fitting* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) dapat diterima. Hasil *fitting* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) ditampilkan dalam Tabel 4.4:

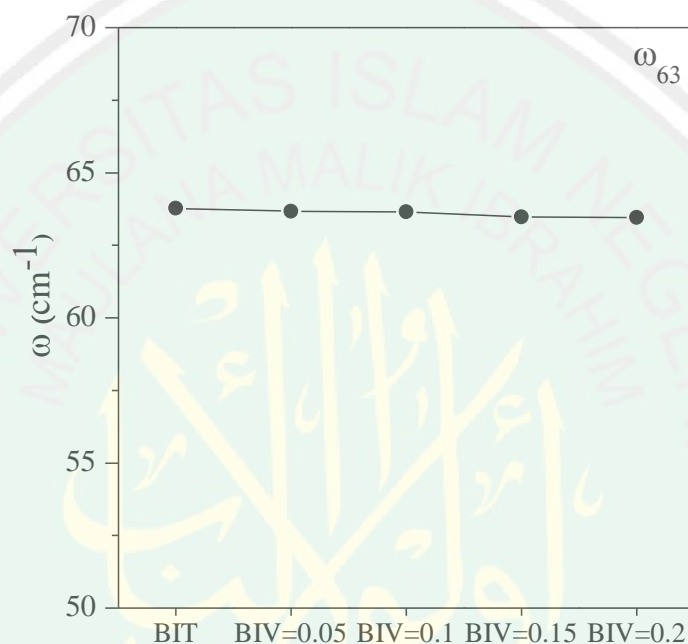
Tabel 4.4 Hasil *fitting* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)

Senyawa	Nilai (R^2)	Faktor Toleran
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	0,995	10^{-6}
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	0,997	10^{-6}
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	0,998	10^{-6}
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12}$	0,998	10^{-6}
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{V}_{0,2}\text{O}_{12}$	0,998	10^{-6}

4.3.1 Pola Pergeseran Bilangan Gelombang Modus Vibrasi Eksternal BO_6

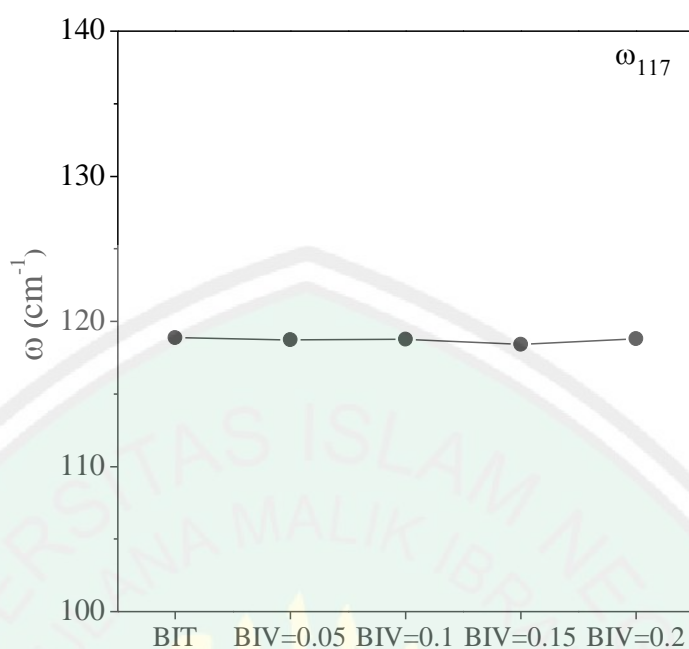
Perubahan modus vibrasi eksternal BO_6 ($\leq 200 \text{ cm}^{-1}$) pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ [BIT] dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) [BIV] disebabkan oleh perubahan modus vibrasi RL *mode* dan pergeseran kation A. Pengaruh doping V^{5+} terhadap modus vibrasi RL *mode* (63 cm^{-1}) ditampilkan pada Gambar 4.7, dan

diperoleh hasil bahwa posisi puncak modus vibrasi *RL mode* (63 cm^{-1}) relatif tetap. Hal ini mengindikasikan bahwa tidak ada dopan V^{5+} yang menempati Bi_2O_2 , sehingga tidak mempengaruhi energi vibrasi pergeseran lapis bismuth (Bi_2O_2) terhadap lapis perovskit (*RL mode*).



Gambar 4.7 Posisi puncak modus vibrasi 63 cm^{-1} senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)

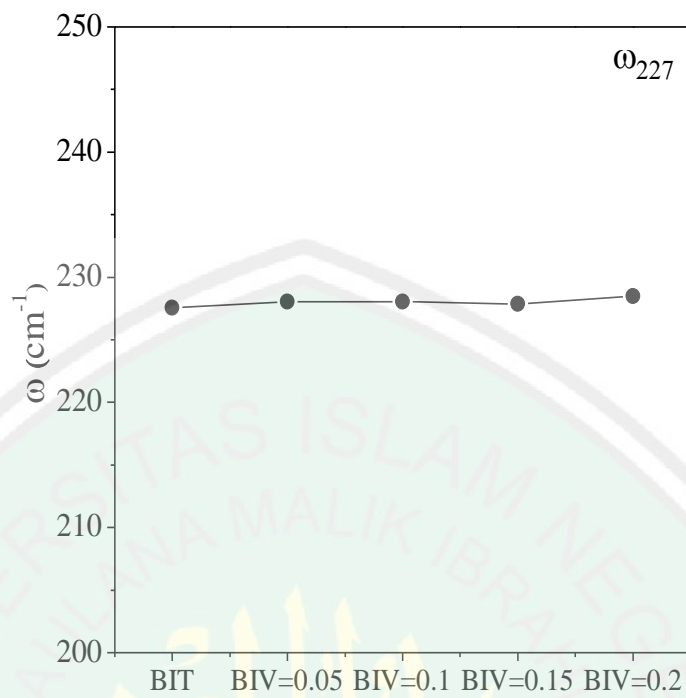
Modus vibrasi 117 cm^{-1} merupakan modus vibrasi pergeseran kation A dan pengaruh doping V^{5+} terhadap modus vibrasi ini ditampilkan pada Gambar 4.8, diperoleh hasil bahwa posisi puncak modus vibrasi 117 cm^{-1} relatif sama pada setiap senyawa uji. Hal ini mengindikasikan bahwa tidak ada kation V^{5+} yang menggantikan kation A (Bi^{2+}).



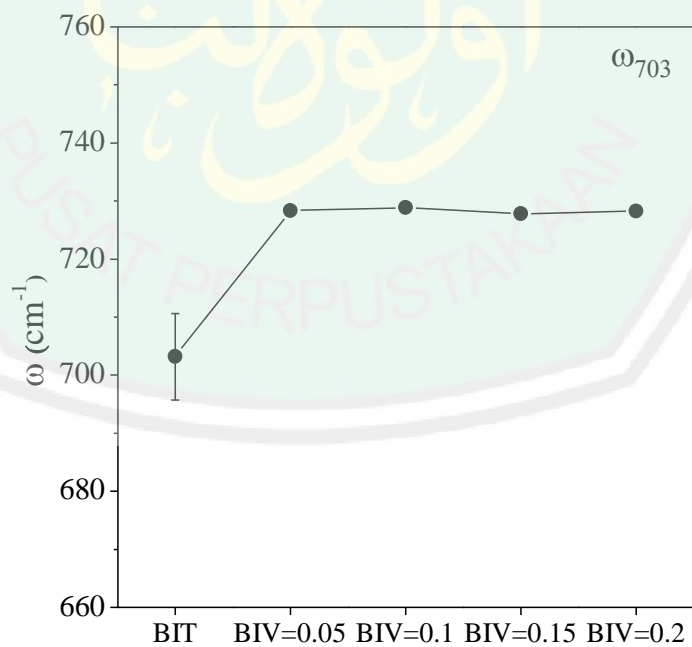
Gambar 4.8 Posisi puncak modus vibrasi 117 cm⁻¹ senyawa Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ (x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2)

4.3.2 Pergeseran Bilangan Gelombang Modus Vibrasi Internal BO₆

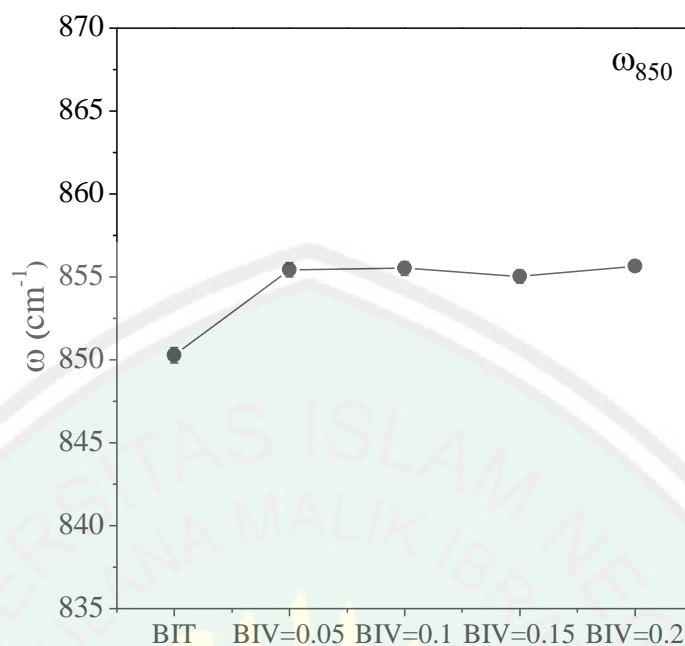
Perubahan modus vibrasi internal BO₆ (≥ 200 cm⁻¹) pada senyawa Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ disebabkan oleh pergantian kation Ti⁴⁺ oleh V⁵⁺ pada kation B lapisan BO₆ oktahedral, sehingga menyebabkan perubahan struktur lokal senyawa Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ (x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2). Pengaruh doping V⁵⁺ terhadap modus vibrasi *Bending* Ti-O (227cm⁻¹) ditampilkan pada Gambar 4.9, dan diketahui bahwa posisi puncak modus vibrasi 227 cm⁻¹ relatif tidak mengalami perubahan puncak modus vibrasi, sehingga dopan V⁵⁺ tidak mempengaruhi modus vibrasi *Bending* B/Ti-O pada lapisan TiO₆ oktahedral senyawa Bi₄Ti₃O₁₂.



Gambar 4.9 Posisi puncak modus vibrasi 227 cm⁻¹ senyawa Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ (x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2)



Gambar 4.10 Posisi puncak modus vibrasi 703 cm⁻¹ senyawa Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ (x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2)



Gambar 4.11 Posisi puncak modulus vibrasi 850 cm⁻¹ senyawa Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ (x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2)

Pengaruh doping V⁵⁺ terhadap modulus vibrasi *stretching* Ti-O (703 dan 850 cm⁻¹) ditampilkan pada Gambar 4.10-4.11, dan diperoleh bahwa pendopingan senyawa Bi₄Ti₃O₁₂ dengan V⁵⁺ menyebabkan perubahan halus pada tingkat struktur lokal kristal BO₆ oktahedral yang teridentifikasi dengan pergeseran posisi puncak modulus vibrasi *stretching* Ti-O (703 dan 850 cm⁻¹) yang bergeser ke arah bilangan gelombang lebih tinggi (energi lebih besar) dengan meningkatnya konsentrasi dari V⁵⁺. Pergeseran puncak vibrasi ini disebabkan jari-jari V⁵⁺ (0,54 Å) lebih kecil dibandingkan Ti⁴⁺ (0,605 Å) sehingga ikatan B-O menjadi semakin pendek.

Mempelajari suatu ciptaan Allah yang tersedia di alam misalnya senyawa Bi, Ti dan O serta mensintesisnya menjadi senyawa Aurivillius Bi₄Ti₃O₁₂ yang memiliki manfaat bagi manusia, merupakan salah satu usaha untuk menuntun ilmu yang hakekatnya bersumber dari Allah SWT. Keutamaan bagi orang-orang yang berilmu terdapat dalam al-Quran surat al-Mujadalah ayat 11 yang berbunyi:

يَا أَيُّهَا الَّذِينَ ءَامَنُوا إِذَا قِيلَ لَكُمْ تَفَسَّحُوا فِي الْمَجَالِسِ فَافْسَحُوا يَفْسَحِ اللَّهُ لَكُمْ وَإِذَا قِيلَ أَنْشُرُوا فَأَنْشُرُوا يَرْفَعِ اللَّهُ
الَّذِينَ ءَامَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ وَاللَّهُ بِمَا تَعْمَلُونَ خَبِيرٌ (١١)

Artinya: “Wahai orang-orang yang beriman, apabila dikatakan kepada kamu: “Berlapang-lapanglah dalam majlis-majlis,” maka lapangkanlah niscaya Allah akan melapangkan buat kamu, dan apabila dikatakan: “Berdirilah kamu, maka berdirilah, niscaya Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman diantara kamu dan orang-orang yang diberi ilmu beberapa derajat. dan Allah maha mengetahui terhadap apa yang kamu kerjakan.” (al-Mujadalah: 11)

Tafsir al-Quran surat al-Mujadalah ayat 11 menurut Abuddin Nata, disebutkan bahwa orang-orang yang berilmu dan beriman akan ditinggikan beberapa derajat oleh Allah SWT (Azami, 2014). Hal ini merupakan anugerah yang diberikan oleh Allah SWT kepada orang yang berilmu dan memanfaatkannya demi kemaslahatan manusia. Mempelajari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan menemukan manfaat yang dimilikinya merupakan suatu anugerah yang dapat membuat kita selalu bersyukur, bersikap tawaduk, dan rendah hati karena selalu mengingat keesaan Allah SWT akan ciptaan-Nya.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) telah berhasil disintesis dengan metode reaksi fasa padat dan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM-EDS. Data XRD menunjukkan bahwa fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah terbentuk dari proses sintesis dengan grup ruang $B2cb$ disertai dengan adanya pengotor VO_2 . Hasil SEM-EDS menunjukkan bahwa morfologi partikel dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) adalah *plate-like* serta ditemukan adanya logam vanadium dalam senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.
2. Kajian perubahan tingkat struktur lokal senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) telah berhasil dilakukan dengan menggunakan teknik spektroskopi Raman. Pendopongan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan V^{5+} menyebabkan perubahan halus pada tingkat struktur kristal BO_6 oktahedral yang teridentifikasi pada pergeseran bilangan gelombang *stretching* Ti-O (703 dan 850 cm^{-1}) ke arah bilangan gelombang yang lebih tinggi atau ke arah energi yang lebih besar yang mengindikasikan terjadi pemendekan ikatan B-O.

5.2. Saran

Berdasarkan hasil penelitian maka penulis menyarankan bahwa diperlukan karakterisasi XPS untuk mengidentifikasi muatan valensi dari masing-masing atom dan dopan dalam senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

DAFTAR PUSTAKA

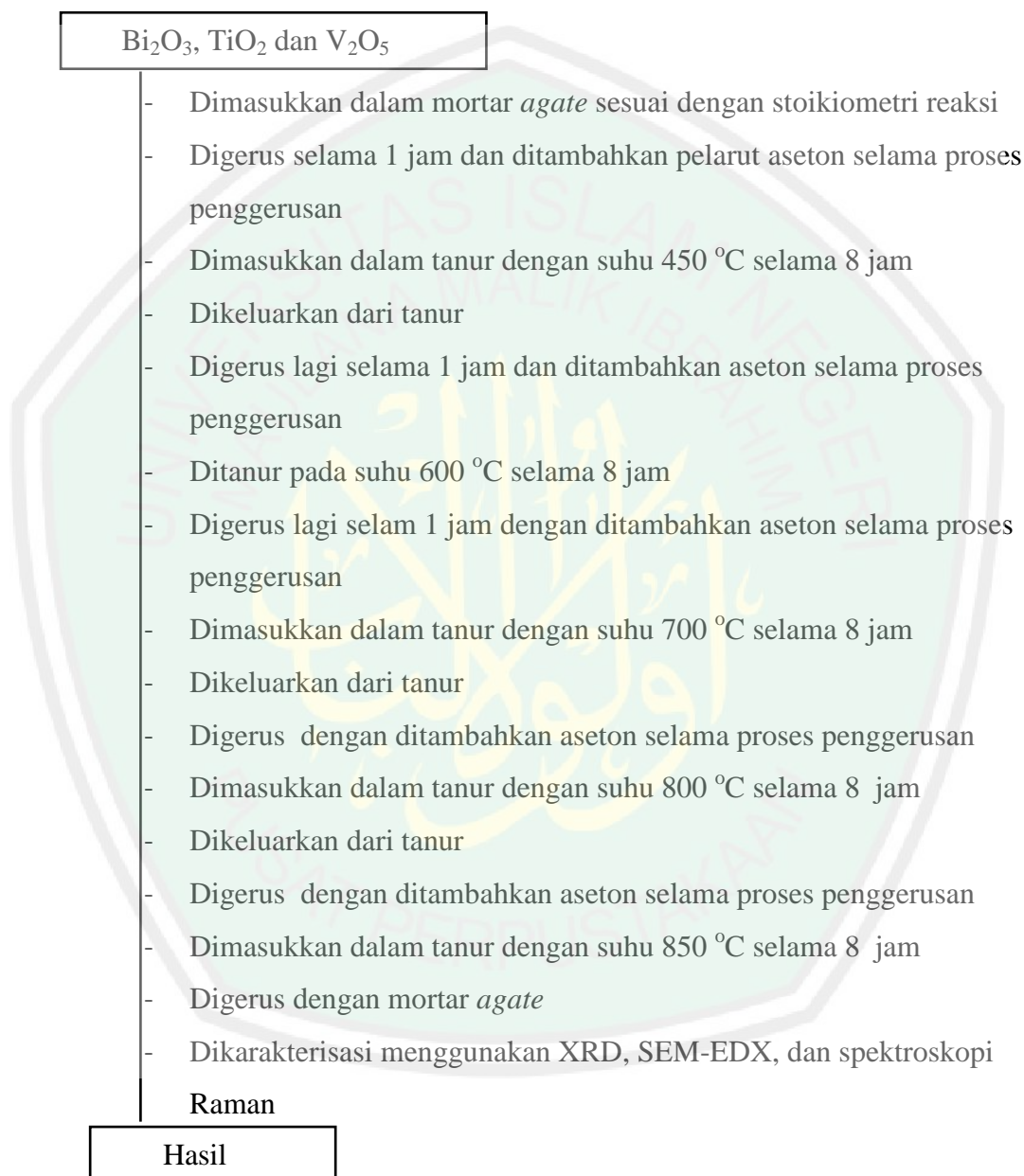
- Adamczyk, M., Kozielski, L., Pilch, M., Pawelczyk, M., Soszynski, A. 2013. Influence of Vanadium Dopant on Relaxor Behavior of BaBi₂Nb₂O₉ ceramics. *Ceramics International*, 39: 4589–4595.
- Aurivillius, B. 1949. Mixed Bismuth Oxides With Layer Lattices: I The Structure Type of Bi₄Ti₃O₁₂. *Arkiv Kemi Band*, 1(58): 463-480.
- Azmi, Komarulloh. Nilai-Nilai Pendidikan Akhlak Dalam Surat Al-Mujadalah Ayat 11-12. *Skripsi*. Jakarta: UIN Syarif Hidayatulloh.
- Bowne, W.R., Garvey, J. J. 2007. The Raman Effect And Its Application to Electronic Spectroscopies In Metal-Centered Species: Techniques and Investigation In Ground and Excited States. *Coordination Chemistry Reviews*, 251: 454-473.
- Chen, Z., Ziang, H., Jin, W., Shi, C. 2016. Enhanced Photocatalytic Performance Over Bi₄Ti₃O₁₂ Nanosheets with Controllable Size and Exposed (001) Facets for Rhodamine B Degradation. *Applied catalysis B: Environment*, 160: 698-706.
- Dorrian J., Newnham R., Smith D., Kay. 2011. Crystal Structure of Bi₄Ti₃O₁₂. *Ferroelectrics*, (3): 17-27.
- Egerton, R. F. 2005. *Physical Principles of Electron Microscopy An Introduction to TEM, SEM, and AEM*. New York: Springer.
- Goel, P, Yadav, K.L. 2006. Effect of Annealing Conditions and Concentration of Oxygen Vacancies on Vanadium Doped SrBi₂Ta₂O₉. *Materials Letters*, 60: 3183–3187.
- Gopalakrishnan, J., Sivakumar, T., Ramesha, K., Thangadurai, V., Subbanna, G. N. 2000. Transformation of Ruddlesden Popper Oxides to New Layered Perovskite Oxides by Metathesis Reactions. *Journal of American Chemistry of Society*, 122(26): 6237–6241.
- Gouadec, G dan Colomban, P. 2007. Raman Spectroscopy of Nanomaterials: How Spectra Relate to Disorder, Particle Size and Mechanical Properties. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 53(1): 1-56.
- Graves, P., Hua, G., Myhra, Y., Thompson, J. 1995. The Raman Modes of The Aurivillius Phase: Temperature and Polarization Dependence, *Journal of Solid State Chemistry*, 114 :112-122.
- Gu, D., Qin, Y., Wen, Y., Li, T., Qin, L., Seo, H. J. 2016. Electronic Structure and Optical Properties of V-Doped Bi₄Ti₃O₁₂ Nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds*: 1-8.

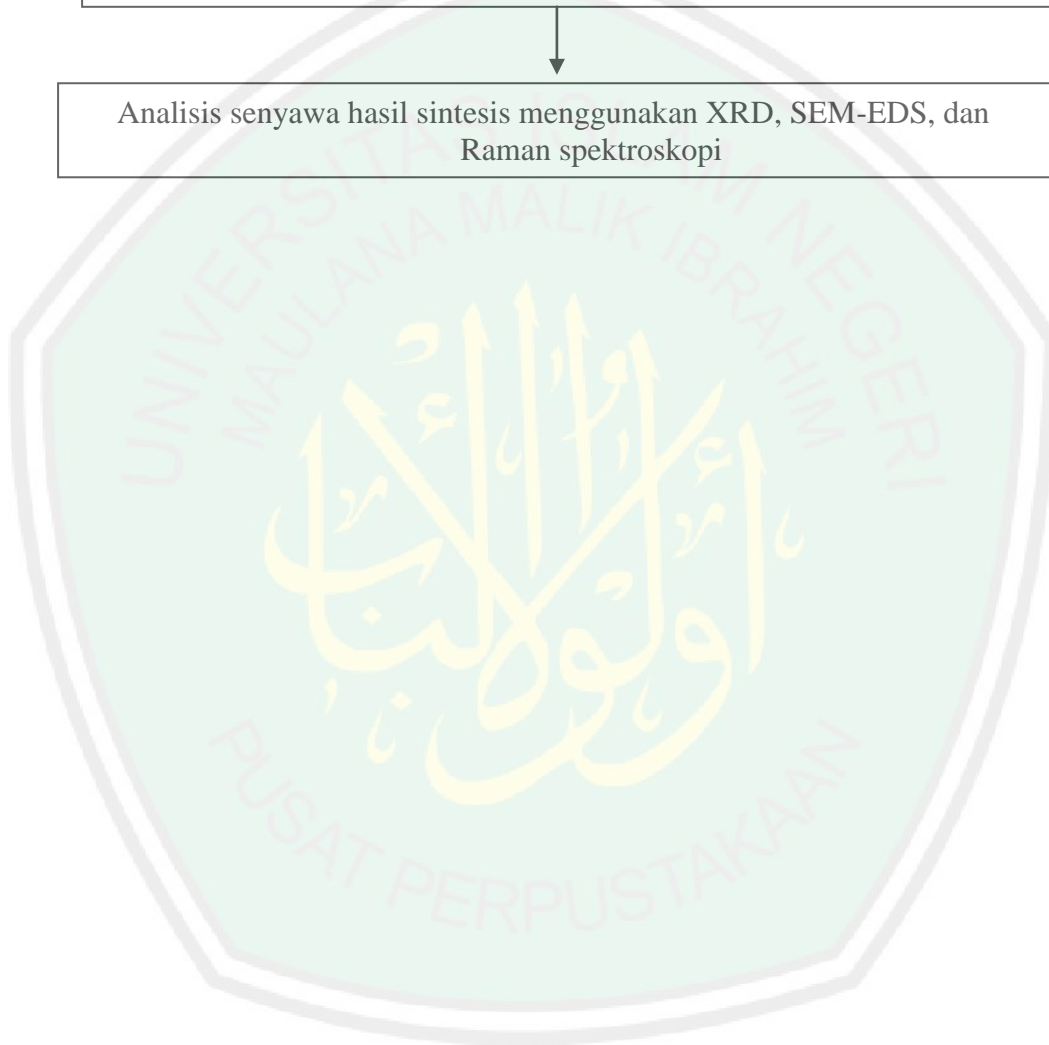
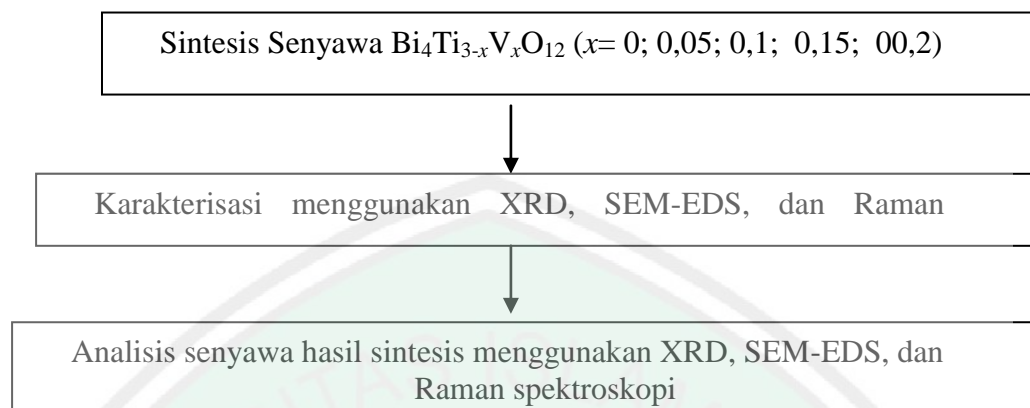
- Hao, H., Liu, H., Cao, M. H., Min, X. M., Ouyang, S. X. 2006. Study of A-Site Doping of $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Bi-Layered Compounds Using Micro-Raman Spectroscopy. *Applied Physics A*, 85: 69-73.
- Hao, H., Liu, H., Ouyang, S. 2009. Structure and Ferroelectric Property of Nb-Doped $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Ceramics. *Jurnal Electroceramic*, 22: 357-362.
- Hill, R. J and Madsen, I. 1986. The Effect of Profile Step Width On The Determination of Crystal Structure Parameters and Estimated Standard by X-ray Rietveld Analysis. *Journal Application Crystal*, 19: 10-18.
- Hou, J.Q., Cao, R., Wang, Z., Jiao, S.Q., Zhu, H.M. 2011. Chromium-Doped Bismuth Titanate Nanosheets As Enhanced Visible-Light Photocatalysts with A High Percentage Of Reactive {110} Facets. *Journal Materials Chemistry*, 21: 7296-7301.
- Hushur, A., Ko, J.H., Kojim, S., Lee, S., Jang, M. 2002. Raman Scattering Study of A And B-Site Substitutions in Ferroelectric $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Journal of the Korean Physical Society*, 41 (5): 763-768.
- Idink, H., Srikanth, V., White, W. B., Subbarao E. C. Raman Study Of Low Temperature Phase Transitions in Bismuth Titanate $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Journal Applied Physic Letters*, 76(3): 1819-1823.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam, Struktur, Sintesis dan Sifat Sifatnya*. Bandung: ITB Press.
- Liu, Y., Zhu, G., Gao, J., Hojamberdiev., Zhu, R., Wei., Guo. Q., Liu, P. 2016. Enhanced Photocatalytic Activity of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheets By Fe^{3+} Doping and The Addition of Au Nanoparticles: Photodegradation of Phenol and Bisphenol A. *Applied Catalysis B: Environmental*: 1-21.
- Macedo, Z. S dan Hernandez, A. C. 2002. Laser Sintering of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Ferroelectric Ceramics. *Materials Letters*, 55: 217-220.
- Maczka, M., Macalik, L., Hanuza, J. 2009. Raman and IR Spectra of The Cation Deficient Aurivillius Layered Crystal $\text{Bi}_2\text{W}_2\text{O}_9$. *Journal of Raman Spectroscopy*, 40: 2099-2103.
- Monfort, Olivier., Roch, T., Satrapinsky, L., Gregor, M. 2014. Reducing of V_2O_5 Thin Films Deposited By Aqueous Sol-Gel Method To VO_2 (B) and Investigation of Its Phocatalytic activity. *Applied Surface Science*, 322: 21-27.
- Nakamoto, K. 1997. *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds Part B: Theory and Application in Inorganic Chemistry*. US: A Wiley-Interscience Publication.

- Nyquist, G dan Row, T. N. G. 1997. Structure Determination at Room Temperature and Phase Transition Studies Above T_c in $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Ba, Sr$ or Pb). *Bulletin Material Science*, 25(4): 275–281.
- Prasetyo, A., Mihailova, B., Suendo, V., Nugroho, A., Zuhadjri., Ismunandar. 2016. Raman Scattering Study of The Effect of A and B -Site Substitution on The Room-Temperature Structure of $ABi_4Ti_4O_{15}$. *Materials Science and Engineering*, 196: 1-4.
- Prasetyo, A. 2016. Spektroskopi Raman Aurivillius Lapis Empat $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Ba, Sr, Pb$). *Thesis*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Shi, Y., Cao, C., Feng, S. 2000. Hydrothermal Synthesis and Characterization of $Bi_4Ti_3O_{12}$. *Material Letter*, 46: 270-273.
- Simoës, A.Z., Stojanovic, B.D., Ramirez, M.A., Cavalheiro, A.A., Longo, E., Varela, J.A. 2008. Lanthanum-Doped $Bi_4Ti_3O_{12}$ Prepared By The Soft Chemical Method: Rietveld Analysis and Piezoelectric Properties. *Ceramics International*, 34(2): 257-261.
- Smith dan Dent. 2005. *Modern Raman Spectroscopy: A Practical Approach Chichester*. New York: John Wiley & Sons Ltd.
- Srinivas, A., Kim, D. W., Hong, K. S., Suryanarayana, S. V. 2004. Study of Magnetic and Magnetoelectric Measurements in Bismuth Iron Titanate Ceramic $BiFe_4Ti_3O_{24}$. *Material Research Bulletin*, 39: 55-61.
- Srinivas, A., Kumar, M. M., Suryanarayana, S. V., Bhimasankaram, T. 1999. Investigation of Dielectric and Magnetic Nature of $Bi_7Fe_3Ti_3O_{21}$. *Material Research Bulletin*, 34: 989-996.
- Srinivas, A., Suryanarayana, S. V., Kumar, G. S., Kumar, M. M. 1999. Magnetoelectric Measurements on $Bi_5FeTi_3O_{15}$ and $Bi_6Fe_2Ti_3O_{18}$. *Journal of Physic*, 11: 3335–3340.
- Su, D dan Schlogl, R. 2002. Thermal Decomposition of Divanadium Pentoxide V_2O_5 : Towards a Nanocrystal V_2O_3 Phase. *Catalyst Letters*, 83: 155-119.
- Takahashi, M., Noguchi, Y., Miyayama M. 2003. Effects of V-Doping on Mixed Conduction Properties of Bismuth Titanate Single Crystal. *Japanese Journal of Applied Physics*, 42(9B).
- Tang, Q., Kan, Y., Li, Y., Zhang, G., Wang, P. 2006. Effect of Vanadium Doping on Fabrication and Property of $Bi_4Ti_3O_{12}$ Ceramics. *Scripta Material*, 54: 2075-2080.
- Tori. 2011. Keutamaan Ilmu Ulama Prespektif Hadis. *Skripsi*. Jakarta: UIN Syarif Hidayatulloh.

- Wasicki, J., Pajzderska, A., Fojud, Z. 2008. Temperature Dependence of Spontaneous Polarization in Order-Disorder Pyridinium Periodate Extracted from 2H-NMR Data, *Journal of Physical Chemistry B*, 112: 7503-7508.
- West, A. R. 1984. *Solid State Chemistry and Its Applications*. US: John Wiley & Sons.
- Withers, R. L., Thompson, J. G., Rae, A. D. 1991. The Crystal Chemistry Underlying Ferroelectricity in $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_3\text{TiNbO}_9$, and Bi_2WO_6 , *Journal of Solid State Chemistry*, 94: 404-417.
- Yoa, W.F., Wang, H., Xu, X. H., Shang, S.X., Hou, Y., Zhang, W., Wang, M. 2003. Synthesis and Photocatalytic Property of Bismuth Titanate $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Materials Letters*, 57: 1899–1902.
- Zhang, H., Lu, M., Liu, S., Wang L., Xiu, Z., Zhou, Y., Qiu, Z., Zhang, A, Ma, Q. 2009. Preparation and Photocatalytic Property of Perovskite $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Films. *Materials Chemistry and Physics*, 114: 716–721.
- Zulhadjri., Prijamboedi, B., Nugroho, A. A., Mufti, N., Ismunandar. 2011. Five Layers Aurivillius Phases $\text{Pb}_{2-x}\text{Bi}_{4+x}\text{Ti}_{5-x}\text{Mn}_x\text{O}_{18}$: Synthesis, Structure, Relaxor Ferroelectric and Magnetic Properties. *ITB Journal of Science*, 43: 139-150.

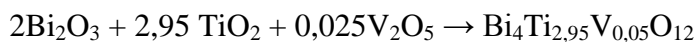
. LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Kerja Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)

Lampiran 2. Rancangan Percobaan

Lampiran 3. Perhitungan Preparasi Bahan

1. Konsentrasi Vanadium 0,05



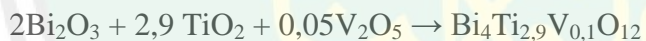
$$\begin{aligned} n \text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12} &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{4 \text{ g}}{1171,772 \text{ g/mol}} = 0,0034 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa V}_2\text{O}_5 &= \text{Mr} \times n \text{V}_2\text{O}_5 \\ &= 181,88 \text{ g/mol} \times 0,0081 \text{ g} \\ &= 0,0156 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mr} \times n \text{TiO}_2 \\ &= 79,9 \text{ g/mol} \times 0,01 \text{ mol} \\ &= 0,8046 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mr} \times n \text{Bi}_2\text{O}_3 \\ &= 465,96 \text{ g/mol} \times 0,006828 \text{ g/mol} \\ &= 3,18123 \text{ g} \end{aligned}$$

2. Konsentrasi Vanadium 0,05



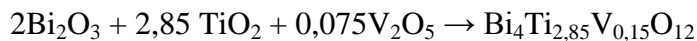
$$\begin{aligned} n \text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12} &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{4 \text{ g}}{1171,9 \text{ g/mol}} = 0,003413 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa V}_2\text{O}_5 &= \text{Mr} \times n \text{V}_2\text{O}_5 \\ &= 181,88 \text{ g/mol} \times 0,0017 \text{ mol} \\ &= 0,031 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mr} \times n \text{TiO}_2 \\ &= 79,9 \text{ g/mol} \times 0,0099 \text{ mol} \\ &= 0,7908 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mr} \times n \text{Bi}_2\text{O}_3 \\ &= 465,96 \text{ g/mol} \times 0,006827 \text{ mol} \\ &= 3,1808 \text{ g} \end{aligned}$$

3. Konsentrasi Vanadium 0,15



$$\begin{aligned} n \text{Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12} &= \frac{\text{massa}}{M_r} \\ &= \frac{4 \text{ g}}{1172,076 \text{ g/mol}} = 0,003412 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa V}_2\text{O}_5 &= M_r \times n \text{ V}_2\text{O}_5 \\ &= 181,88 \text{ g/mol} \times 0,00026 \text{ mol} \\ &= 0,0466 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= M_r \times n \text{ TiO}_2 \\ &= 79,9 \text{ g/mol} \times 0,0097 \text{ mol} \\ &= 0,777 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= M_r \times n \text{ Bi}_2\text{O}_3 \\ &= 465,96 \text{ g/mol} \times 0,006825 \text{ mol} \\ &= 3,1804 \text{ g} \end{aligned}$$

4. Konsentrasi Vanadium 0,2



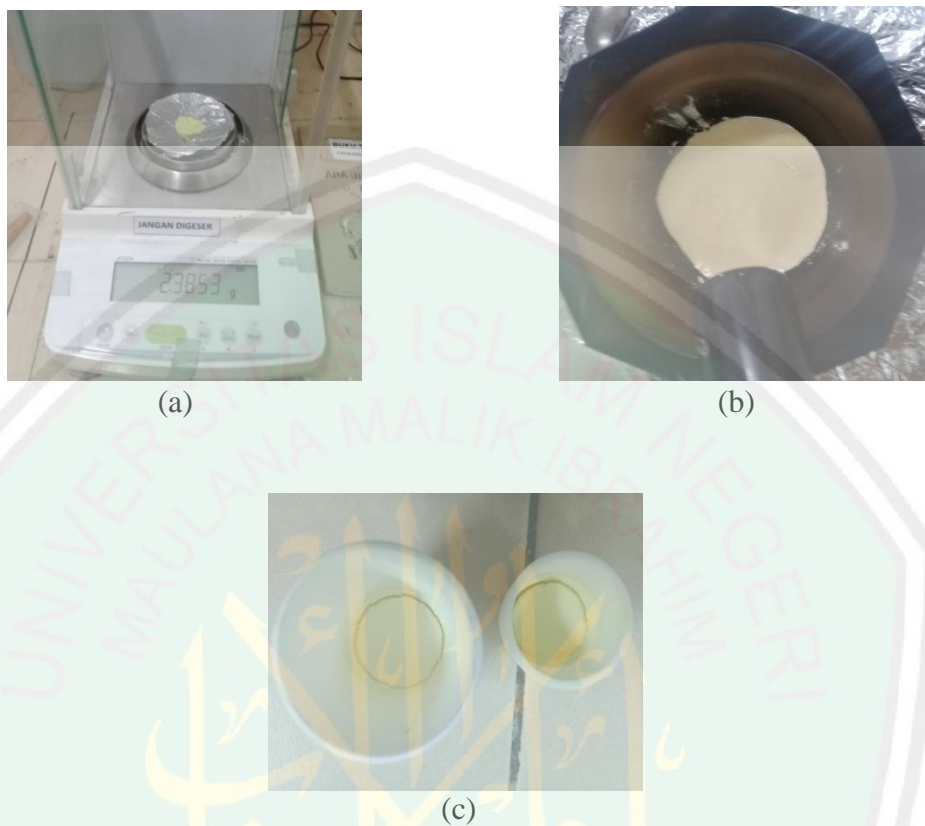
$$\begin{aligned} n \text{Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12} &= \frac{\text{massa}}{M_r} \\ &= \frac{3 \text{ g}}{1172,228 \text{ g/mol}} = 0,0026 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa V}_2\text{O}_5 &= M_r \times n \text{ V}_2\text{O}_5 \\ &= 181,88 \text{ g/mol} \times 0,00026 \text{ mol} \\ &= 0,0465 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= M_r \times n \text{ TiO}_2 \\ &= 79,9 \text{ g/mol} \times 0,0007 \text{ mol} \\ &= 0,5726 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= M_r \times n \text{ Bi}_2\text{O}_3 \\ &= 465,96 \text{ g/mol} \times 0,0051 \text{ mol} \\ &= 2,385 \text{ g} \end{aligned}$$

Lampiran 4. Gambar Hasil Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)



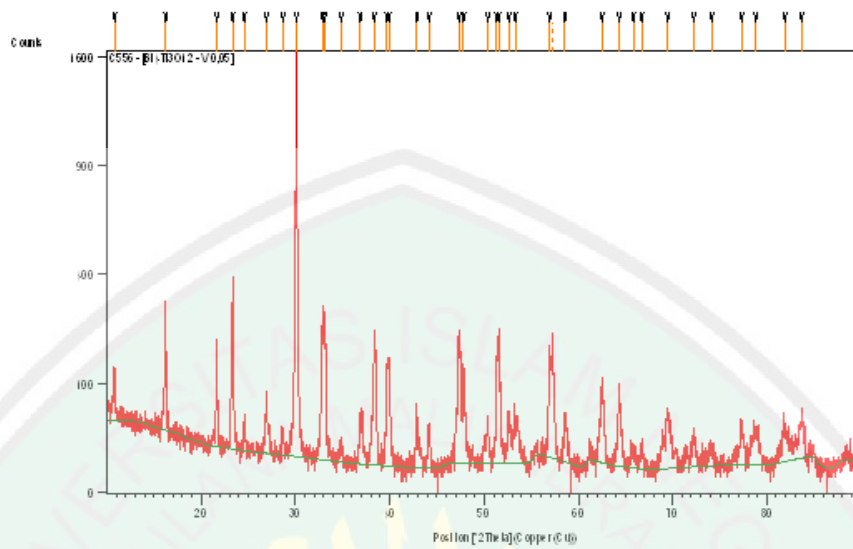
Gambar L.4.1 (a) Penimbangan sampel, (b) penggerusan sampel, dan (c) kalsinasi sampel

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi menggunakan XRD

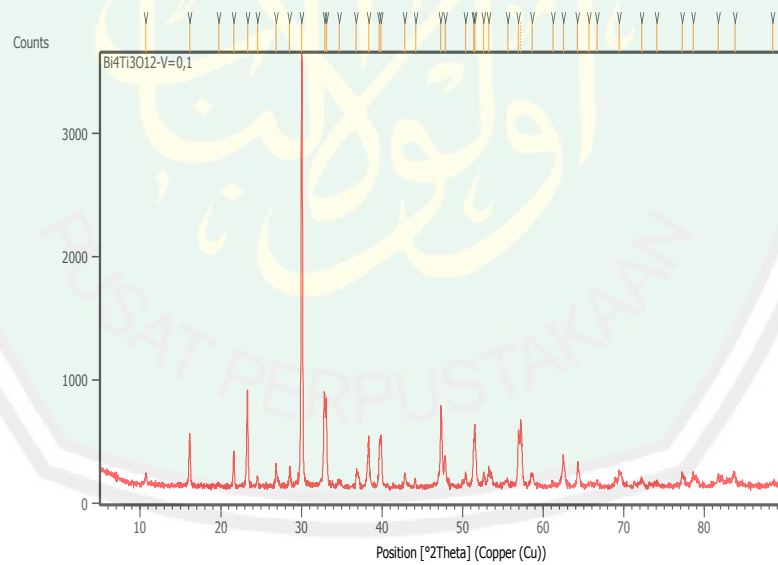
Karakterisasi XRD dilakukan di jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya (ITS) dan Universitas Negeri Malang (UM). Spesifikasi alat ditampilkan dalam Tabel berikut:

Spesifikasi	ITS	UM
Anode Material	Cu	Cu
K-Alpha1 [\AA]	1,54060	1,54060
K-Alpha2 [\AA]	1,54443	1,54443
K-Beta [\AA]	1,39225	1,39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0,50000	0,50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV	35 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD	0000000011063758
Diffractometer Number	1	0
Start Position [$^{\circ}2\text{Th.}$]	5,0084	10,0100
End Position [$^{\circ}2\text{Th.}$]	89,9744	89,9900
Sampel	BTV=0,1; 0,15; 0,2	BTV= 0,05

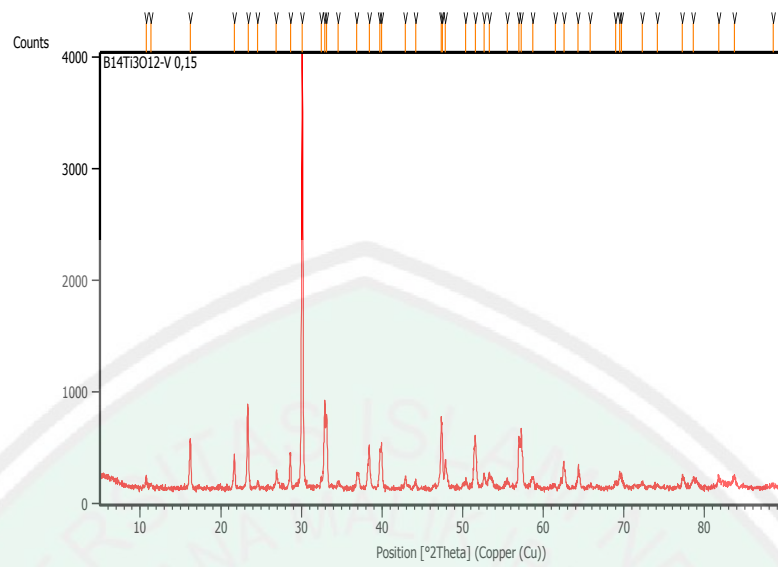
L.5.1. Karakterisasi Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$



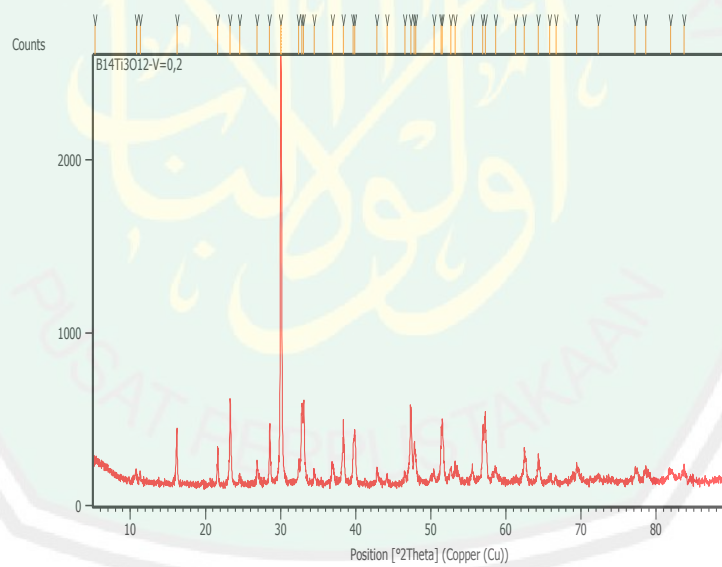
Gambar L.5.1 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} - \text{V} = 0,05$



Gambar L.5.2 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} - \text{V} = 0,1$



Gambar L.5.3 Difraktogram XRD Bi₄Ti₃O₁₂ - V 0,15



Gambar L.5.4 Difraktogram XRD Bi₄Ti₃O₁₂ - V 0,2

L.4.2 Hasil *Rifinement* Data XRD

1. Hasil *Rifinement* Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,05

PHASE: VO_2

```

+-----+
CELL PARAMETER      =  9.049255  0.000092  0.001767
                    5.802533  0.000038  0.000664
                    4.518940  0.000050  0.000550
RECIPROCAL CELL     =  0.111  0.172  0.221  90.000  88.153  90.000
CELL VOLUME         =  237.159973  0.060942
  
```

PHASE: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

```

+-----+
CELL PARAMETERS     =  5.433630  0.000022  0.000369
                    5.415743  0.000014  0.000358
                    32.730972  0.000565  0.003018
RECIPROCAL CELL     =  0.184  0.185  0.031  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME         =  963.178955  0.127318
PHASE  $\text{VO}_2$            : 19.76
PHASE  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  : 80.24
  
```

```

+-----+
|Rp |Rwp | GOF |
+-----+
| 13.58 | 8.79 | 0.7116E-01
  
```

2. Hasil *Rifinement* Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,1

PHASE VO_2

```

+-----+
CELL PARAMETERS     =  8.986354 -0.000097  0.002210
                    5.801855  0.000011  0.000762
                    4.521699  0.000000  0.000001
RECIPROCAL CELL     =  0.111  0.172  0.221  90.000  88.165
                    90.000
CELL VOLUME         =  235.629288  0.065706
PHASE  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ 
  
```

```

+-----+
CELL PARAMETERS     =  5.437000  0.000000  0.000000
                    5.414659 -0.000007  0.000295
                    32.702003  0.000195  0.002382
RECIPROCAL CELL     =  0.184  0.185  0.031  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME         =  962.730652  0.087600
PHASE  $\text{VO}_2$            : 19.66
PHASE  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  : 80.34
  
```

```

+-----+
| Rp |Rwp | GOF|
+-----+
| 6.74 | 6.88 | 0.3679E+00|
  
```

3. Hasil *Rifinement* Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,15

```

|          PHASE VO2 |
+-----+
CELL PARAMETERS      =  8.915265  0.005339  0.001563
                    =  5.803559  0.000363  0.000668
                    =  4.526577 -0.001071  0.000599

RECIPROCAL CELL     =  0.112  0.172  0.221  90.000  88.177  90.000
CELL VOLUME         =  234.087830  0.058054

```

```

|          PHASE: Bi4Ti3O12 |
+-----+
CELL PARAMETERS      =  5.433870 -0.000352  0.000405
                    =  5.415703 -0.000185  0.000290
                    =  32.683300  0.000000  0.000000

RECIPROCAL CELL     =  0.184  0.185  0.031  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME         =  961.811462  0.088239
PHASE VO2          :  19.57
PHASE: Bi4Ti3O12 :  80.43

```

```

+-----+
| Rp | Rwp | GOF |
+-----+
| 6.98 | 7.53 | 0.4517E+00 |
+-----+

```

4. Hasil *Rifinement* Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,2

```

|          PHASE VO2 |
+-----+
CELL PARAMETERS      =  8.903234  0.000136  0.001868
                    =  5.807445  0.000013  0.000730
                    =  4.525891 -0.000021  0.000775

RECIPROCAL CELL     =  0.112  0.172  0.221  90.000  88.180  90.000
CELL VOLUME         =  233.893341  0.069849

```

```

|          Phase: Bi4Ti3O12 |
+-----+
CELL PARAMETERS      =  5.438519  0.000018  0.000560
                    =  5.417018 -0.000001  0.000468
                    =  32.709488  0.000156  0.003340

RECIPROCAL CELL     =  0.184  0.185  0.031  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME         =  963.639771  0.162631
PHASE VO2          :  19.53
PHASE: Bi4Ti3O12 :  80.47

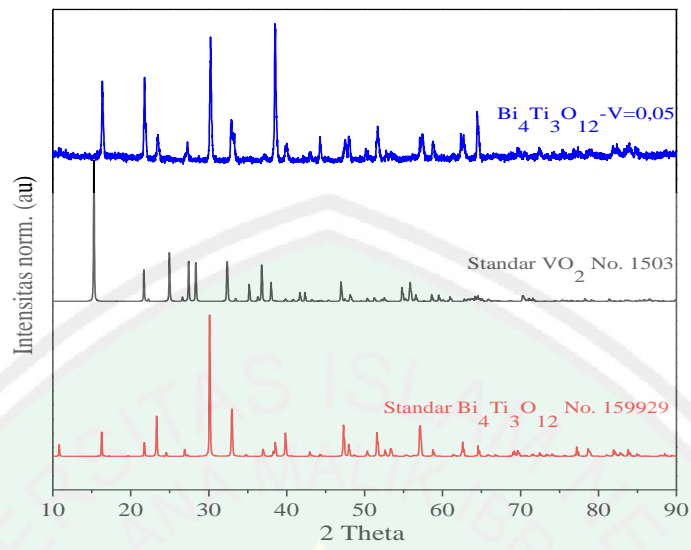
```

```

+-----+
| Rp | Rwp | GOF |
+-----+
| 6.88 | 7.80 | 0.3078E+00 |
+-----+

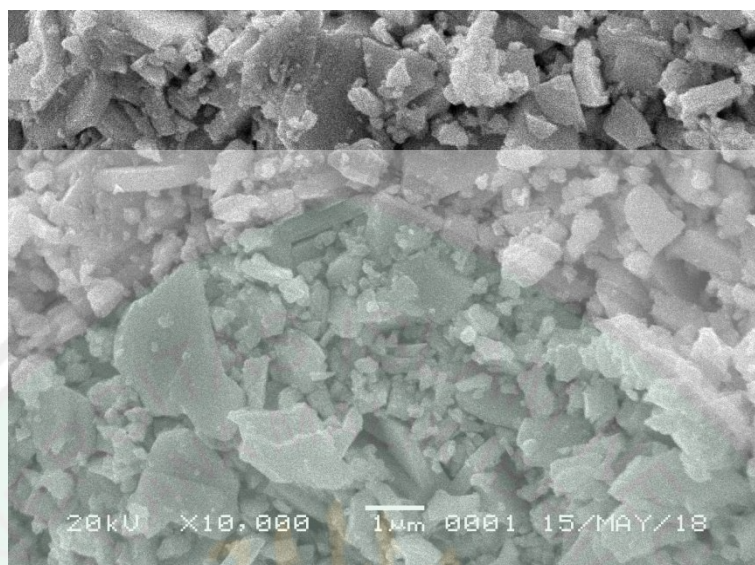
```

L.5.3 Data Standar VO₂

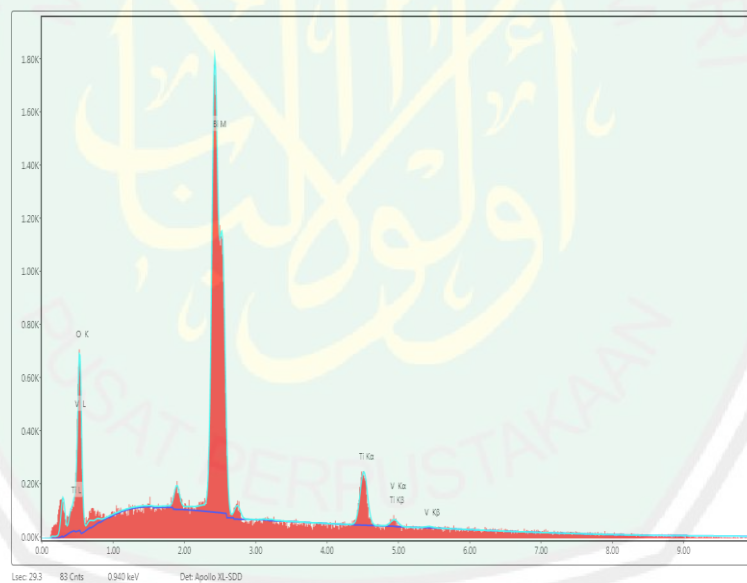


Gambar 5.5 Perbandingan difraktogram sampel dengan standar

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi menggunakan SEM-EDS
L.6.1 Hasil Karakterisasi SEM-EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,05



Gambar L.6.1 SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,05

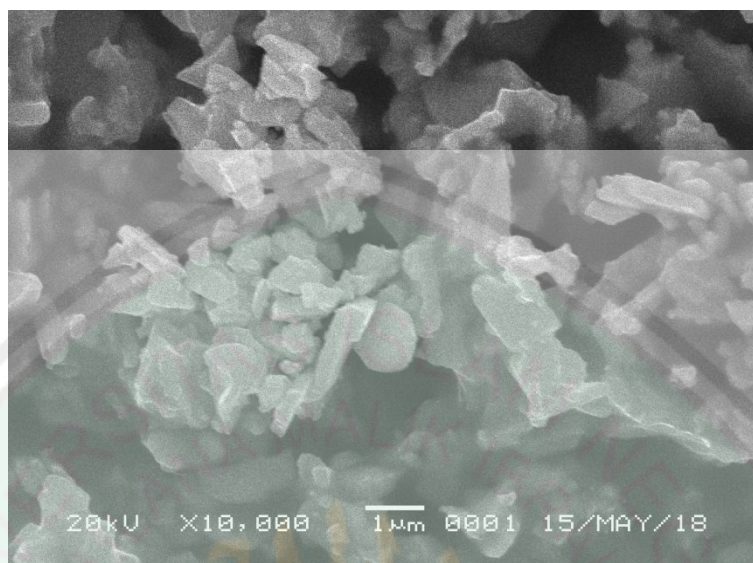


Gambar L.6.2 EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,05

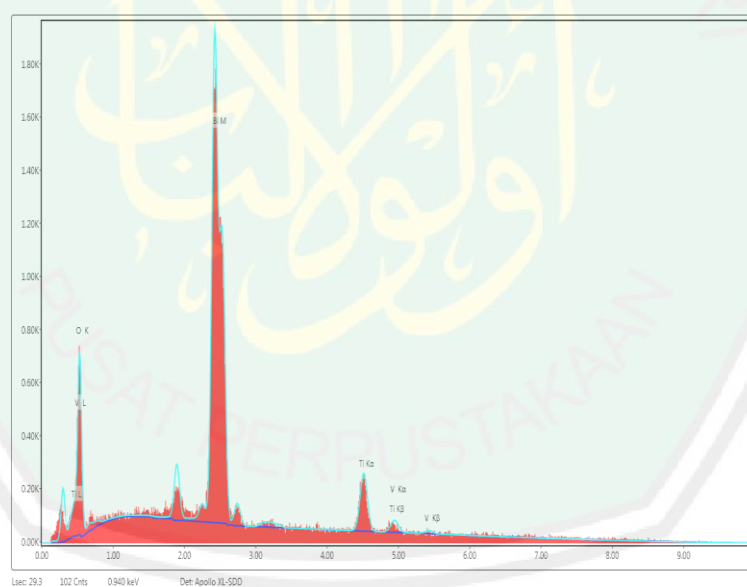
Komposisi unsure yang terkandung:

Element	Weight %	Atomic %	Error %	Net Int.	K Ratio
O K	23.62	73.78	11.44	145.3	0.0795
Bi M	66.45	15.89	4.26	558.33	0.5979
Ti K	9.44	9.85	10.24	84.62	0.0918
V K	0.49	0.48	64.88	3.62	0.0049

L.6.2 Hasil Karakterisasi SEM-EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,1



Gambar L.6.3 SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,1

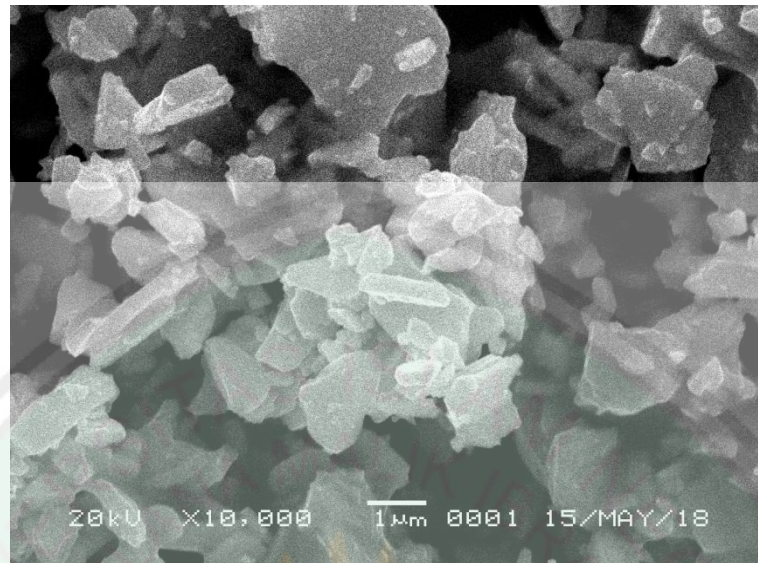


Gambar L.6.4 EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,1

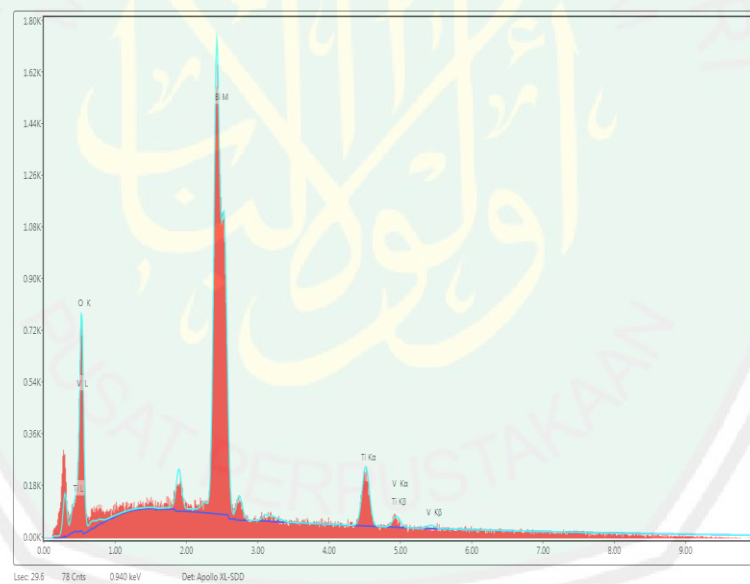
Komposisi unsur yang terkandung:

Element	Weight %	Atomic %	Error %	Net Int.	K Ratio
O K	22.56	72.27	11.18	148.02	0.0748
Bi M	66.74	16.37	3.76	609.48	0.6028
Ti K	9.42	10.08	8.71	91.82	0.092
V K	1.27	1.28	37.02	10.19	0.0126

L.6.3 Hasil Karakterisasi SEM-EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,15



Gambar L.6.5 SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,15

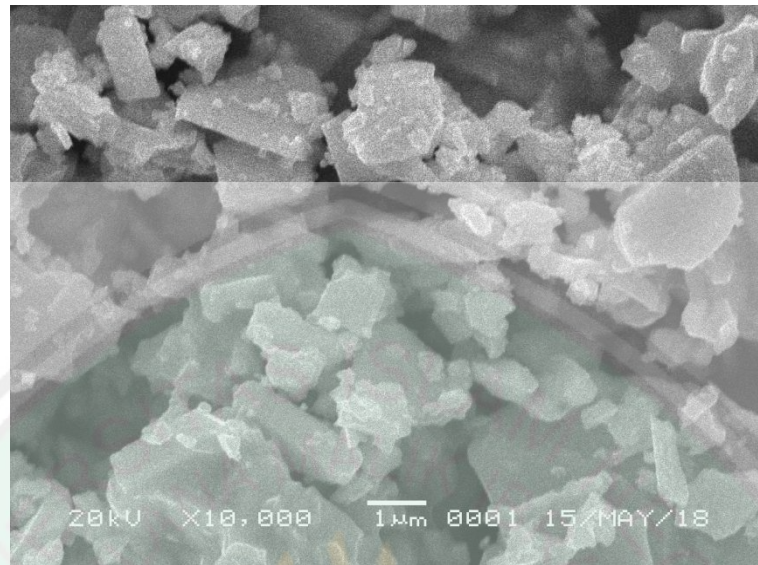


Gambar L.6.6 EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - V 0,15

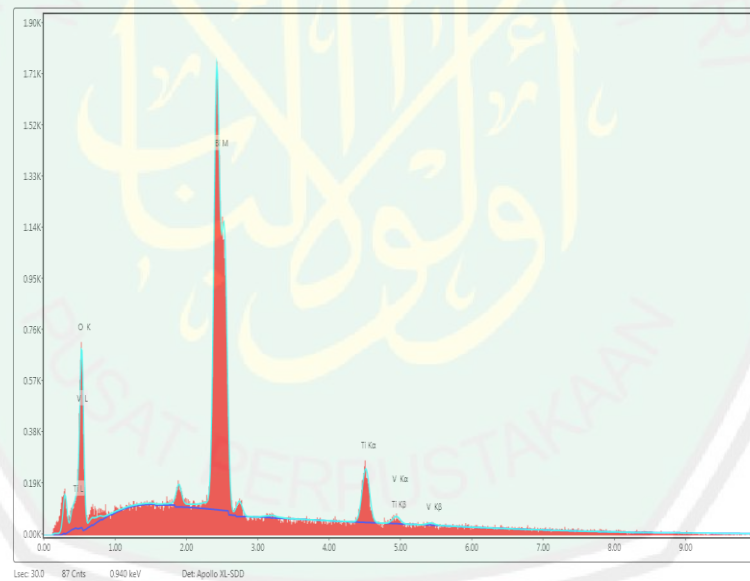
Komposisi unsur yang terkandung:

Element	Weight %	Atomic %	Error %	Net Int.	K Ratio
O K	25.91	75.52	11.03	164.15	0.0875
Bi M	63.42	14.15	4.14	541.72	0.5651
Ti K	9.55	9.3	8.69	87.17	0.0921
V K	1.12	1.02	49.7	8.36	0.0109

L.6.4 Hasil Karakterisasi SEM-EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} - \text{V } 0,2$



Gambar L.6.7 SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} - \text{V } 0,2$

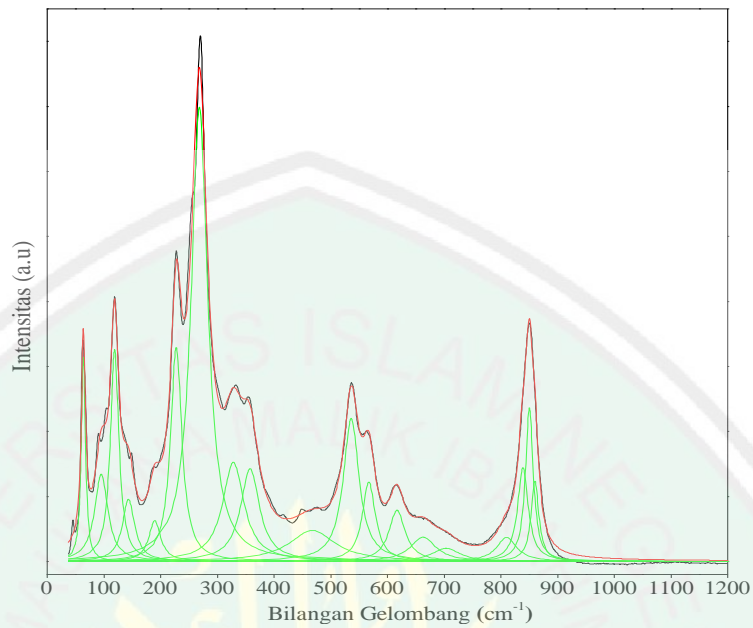


Gambar L.6.8 EDS Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} - \text{V } 0,2$

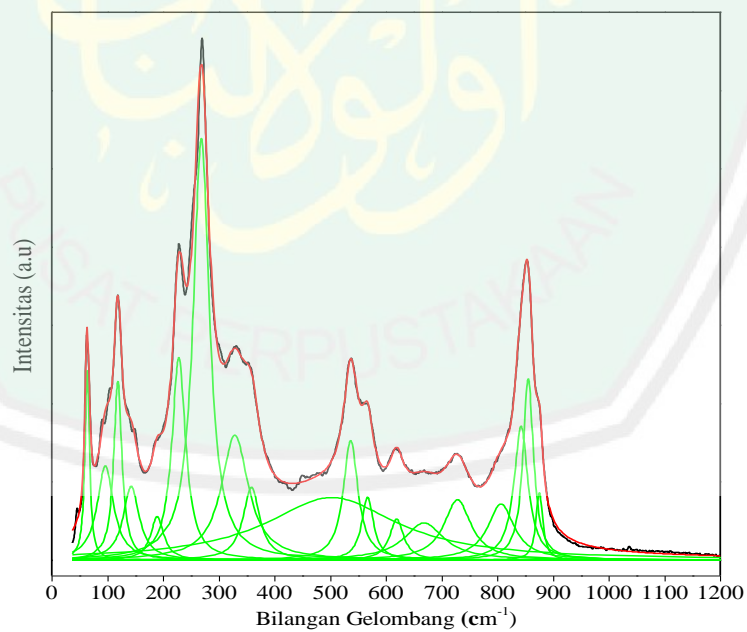
Komposisi unsure yang terkandung:

Element	Weight %	Atomic %	Error %	Net Int.	K Ratio
O K	24.23	74.26	11.18	145.84	0.0816
Bi M	65.62	15.4	4.32	537.95	0.5889
Ti K	9.59	9.81	9.83	83.89	0.093
V K	0.56	0.54	63.31	4.01	0.0055

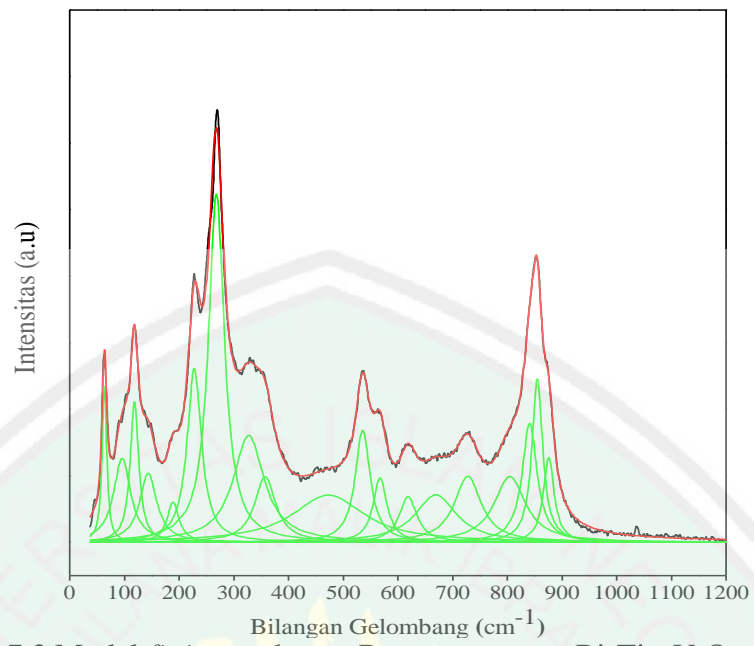
Lampiran 7 Hasil Analisa *Fitting* spektroskopi Raman
L.7.1 Model *Fitting* Spektrum Raman Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$



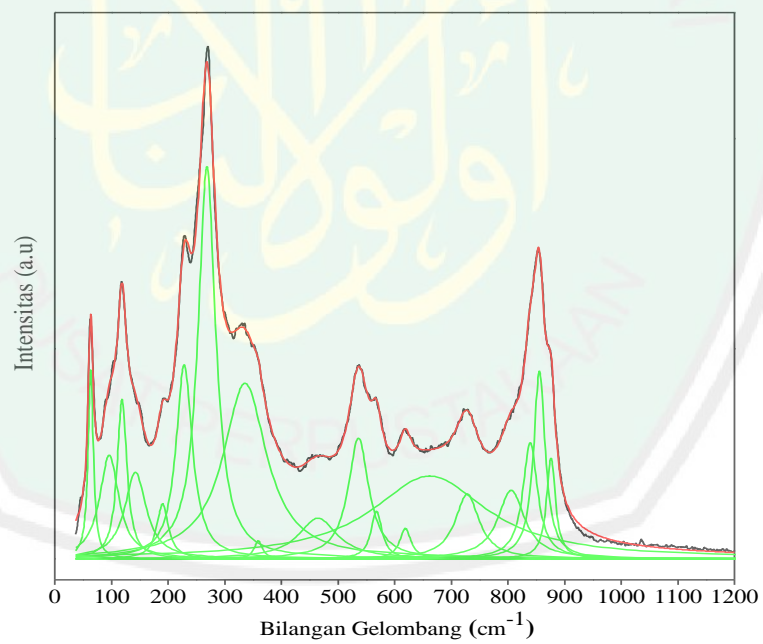
Gambar L. 7.1 Model *fitting* spektrum Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$



Gambar L. 7.2 Model *fitting* spektrum Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,05$)



Gambar L. 7.3 Model *fitting* spektrum Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,15$)



Gambar 7.4 Model *fitting* spektrum Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,2$)

L.7.2 Contoh Analisa Hasil *Fitting* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,1$)

Parameters		Value	Shared	Standard Error
Peak1(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	63.65718	0	0.03905
	w	10.88846	0	0.17267
	A	622.49442	0	10.8212
	H	36.39561		
Peak2(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	96.26043	0	0.39855
	w	40.82088	0	1.31386
	A	1372.87278	0	57.29885
	H	21.41056		
Peak3(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	118.75539	0	0.08807
	w	18.50557	0	0.48485
	A	1035.55403	0	44.1313
	H	35.62463		
Peak4(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	142.62897	0	0.36908
	w	36.69931	0	1.41069
	A	980.14313	0	47.74171
	H	17.00246		
Peak5(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	189.24688	0	0.33683
	w	32.37539	0	1.61542
	A	518.56119	0	31.12566
	H	10.19683		
Peak6(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	228.02034	0	0.08654
	w	31.89427	0	0.41685
	A	2013.19107	0	31.04622
	H	40.18394		
Peak7(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	268.92059	0	0.04878
	w	37.49538	0	0.2691
	A	5012.58696	0	52.5167
	H	85.10681		
Peak8(Lorentz)	yu	u	u	u
	xc	326.15883	0	1.22905
	w	65.00485	0	3.19011
	A	2604.99762	0	287.25208
	H	25.51184		
Peak9(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	356.98456	0	1.17024
	w	54.26945	0	3.07179
	A	1445.38469	0	240.59298
	H	16.9554		
Peak10(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	469.00188	0	1.43857
	w	144.17875	0	6.69534
	A	2566.27981	0	143.10929
	H	11.33138		
Peak11(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	536.17558	0	0.21821
	w	38.52271	0	1.0116
	A	1523.82497	0	62.43889
	H	25.18248		
Peak12(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	567.88828	0	0.29921
	w	32.53148	0	1.22653
	A	781.81319	0	40.34705
	H	15.29957		
Peak13(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	619.91021	0	0.48047
	w	45.06936	0	2.52325
	A	845.24987	0	84.3582
	H	11.93944		
Peak14(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	669.43988	0	1.30598
	w	81.29663	0	8.60445
	A	1259.12627	0	199.26964
	H	9.86		
Peak15(Lorentz)	y0	0	0	0
	xc	728.84908	0	0.56082
	w	63.8824	0	2.69869
	A	1589.20927	0	118.0907
	H	15.83726		

x_c =Posisi puncak/ bilangan gelombang

w = FWHM

A = integrated intensity

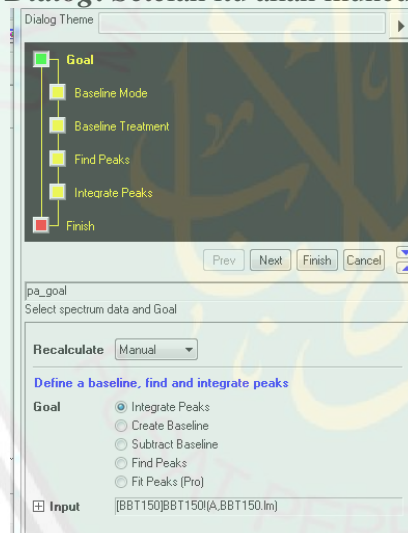
H = tinggi puncak

	y0	0	0	0
Peak16(Lorentz)	xc	805.08393	0	1.30124
	w	61.1882	0	3.65879
	A	1271.13836	0	141.7724
	H	13.22529		
	y0	0	0	0
Peak17(Lorentz)	xc	841.01784	0	1.22722
	w	33.08533	0	3.12962
	A	1258.01052	0	309.79238
	H	24.20633		
	y0	0	0	0
Peak18(Lorentz)	xc	855.51059	0	0.41825
	w	25.10717	0	1.71109
	A	1414.94919	0	243.0854
	H	35.87759		
	y0	0	0	0
Peak19(Lorentz)	xc	875.64541	0	0.26351
	w	18.72981	0	0.84559
	A	441.17674	0	35.3311
	H	14.99545		

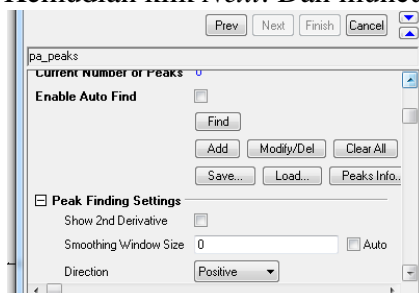
Reduced Chi-Sqr = 0,54397300255
 COD(R²) = 0,99800578357997
 Iterations Performed = 9
 Total Iterations in Session = 52
 Fit converged. Chi-Sqr tolerance value of 1E-6 was reached.

L.7.3 Tata Cara Proses Fitting

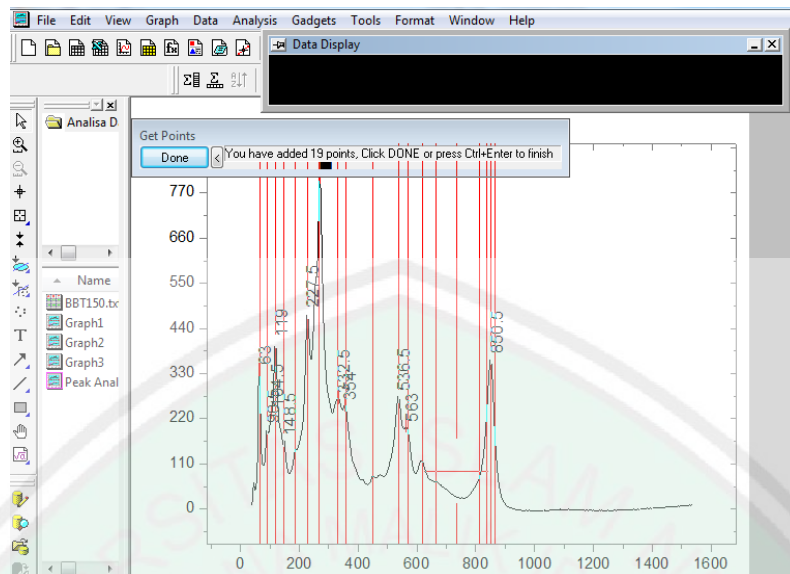
- 1) Setelah data Raman dikoreksi dengan background dan faktor Bose-Einstein kemudian pilih ikon *Analysis- Peaks and Baseline- Peak Analyzer-Open Dialog*. Setelah itu akan muncul panel, dibawah ini:



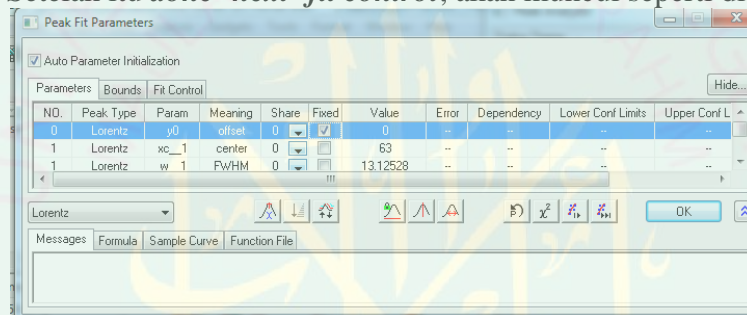
- 2) **Klik** *Recalculate* dan pilih *None* dan *peaks fit Pro*.
- 3) Selanjutnya *Next*
- 4) Klik *baseline mode* dan pilih *None*.
- 5) Kemudian klik *Next*. Dan muncul panel seperti dibawah ini:



- 6) Antentang *Anable Auto Find*, kemudian pilih *Direction- Positive*
- 7) Pilih *Add* dan pilih peak-peak dari spektra seperti dibawah ini:



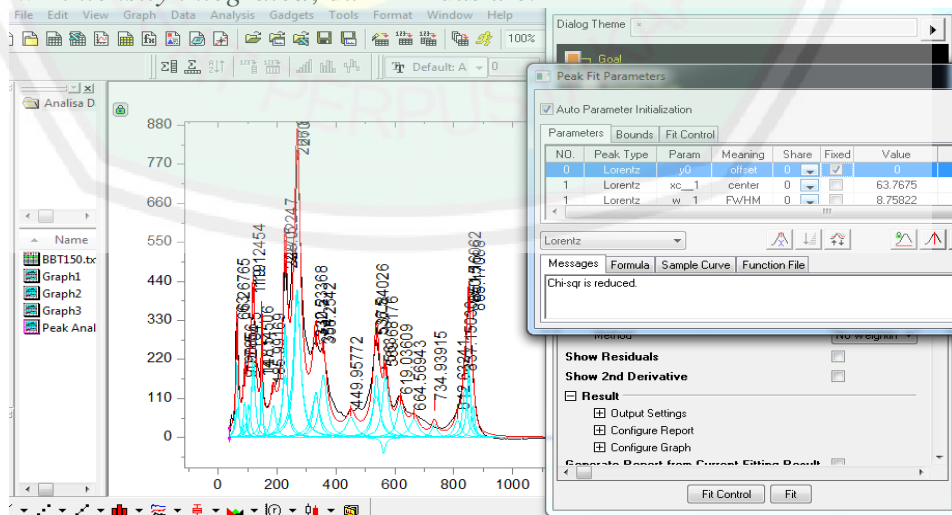
8) Setelah itu *done- next-fit control*, akan muncul seperti di bawah ini:



9) Ganti jenis peak menjadi *Lorentzian*, centang **y0**

10) Klik ikon *iteration*

11) Atur agar peak garis merah dan hitam saling tumpang tindih serta memiliki peak yang ideal dengan mengganti nilai $x =$ bilangan gelombang, $w =$ intensity integrated, dan $A =$ luas are.



12) Selanjutnya klik *Fit Until Converged*.

13) *Fitting* selesai dan akan diperoleh data-data seperti yang terlampir dalam Lampiran 7.1 dan 7.2.