

**SINTESIS SENYAWA  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) DENGAN VARIASI  
RASIO MOL BIT:NaCl MENGGUNAKAN  
METODE LELEHAN GARAM**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NURUL RODHIYAH**  
**NIM.14630059**



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

**SINTESIS SENYAWA  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) DENGAN VARIASI  
RASIO MOL BIT:NaCl MENGGUNAKAN  
METODE LELEHAN GARAM**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NURUL RODHIYAH**  
**NIM. 14630059**

**Diajukan Kepada:**  
**Fakultas Sains dan Teknologi**  
**Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang**  
**Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam**  
**Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

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

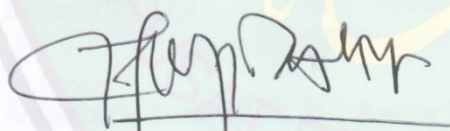
**SINTESIS SENYAWA  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) DENGAN VARIASI  
RASIO MOL BIT:NaCl MENGGUNAKAN  
METODE LELEHAN GARAM**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NURUL RODHIYAH**  
NIM.14630059

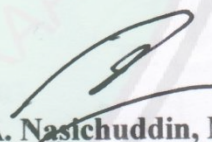
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal : 22 November 2018

**Pembimbing I**



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

**Pembimbing II**



**A. Nasichuddin, M.A**  
NIP. 19730705 200003 1 002

**Mengetahui,  
Ketua Jurusan**



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

**SINTESIS SENYAWA  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) DENGAN VARIASI  
RASIO MOL BIT:NaCl MENGGUNAKAN  
METODE LELEHAN GARAM**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NURUL RODHIYAH**  
NIM.14630059

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** : Suci Amalia, M. Sc  
NIP. 19821101 200901 2 007

(.....)

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

(.....)

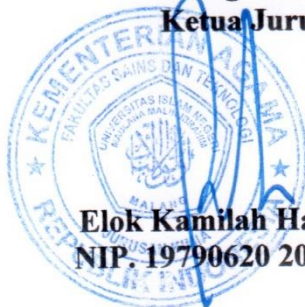
**Sekretaris Penguji** : Dr. Anton Prasetyo, M.Si  
NIP. 19770925 200604 1 003

(.....)

**Anggota Penguji** : A. Nasichuddin, M.A  
NIP. 19730705 200003 1 002

(.....)

**Mengesahkan,  
Ketua Jurusan**



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

## PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Nurul Rodhiyah

NIM : 14630059

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Sintesis Senyawa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) dengan Variasi Rasio Mol BIT-NaCl Menggunakan Metode Lelehan Garam”

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 22 November 2018  
Yang Membuat Pernyataan,



Nurul Rodhiyah  
NIM. 14630059

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi dengan judul **“Sintesis Senyawa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) dengan Variasi Rasio Mol BIT:NaCl Menggunakan Metode Lelehan Garam”**. Shalawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Agung Muhammad saw yang telah menerangi dunia dengan cahaya iman dan Islam. Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada pihak-pihak yang membantu proses penyusunan skripsi ini baik dari segi material maupun materiil.

Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Ibu, Ayah dan keluarga tercinta yang senantiasa memberi dukungan serta doa-doa yang tidak pernah putus.
2. Bapak Dr. Anton Prasetyo selaku pembimbing utama yang banyak memberikan pengarahan dan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
3. Bapak A. Nasichuddin, M.A., selaku pembimbing agama yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
4. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si. selaku konsultan yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
5. Ibu Suci Amalia, M.Sc., selaku penguji yang telah memberi masukan yang membangun dalam penyusunan skripsi ini.
6. Seluruh dosen jurusan kimia fakultas sains dan teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah sabar mengajar dan mendidik penulis selama masa perkuliahan.

7. Seluruh laboran jurusan kimia fakultas sains dan teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang banyak membantu selama proses penelitian.
8. Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya atas bantuan jasa analisa difraksi sinar-X (XRD).
9. Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Bandung (ITB) atas bantuan jasa analisa spektroskopi Raman dan *scanning electron microscopy* (SEM).
10. Teman-teman lab riset anorganik, khususnya Risa, Anna, Tassya, Vina, Lina dan Chacha yang selalu mensupport dan banyak membantu selama proses penelitian dan secara umum teman-teman kimia 2014.
11. Teman-teman dan keluarga besar Pon. Pes. Roudhotul Jannah yang sering memberikan dukungan serta motivasi.

Penulis menyadari dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan. Penulis mengharap kritik dan saran yang membangun demi perbaikan dari naskah ini, sehingga nantinya penelitian ini bisa memberikan manfaat khususnya bagi penulis.

Jazakumullahu Khoir.

Malang, 22 November 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

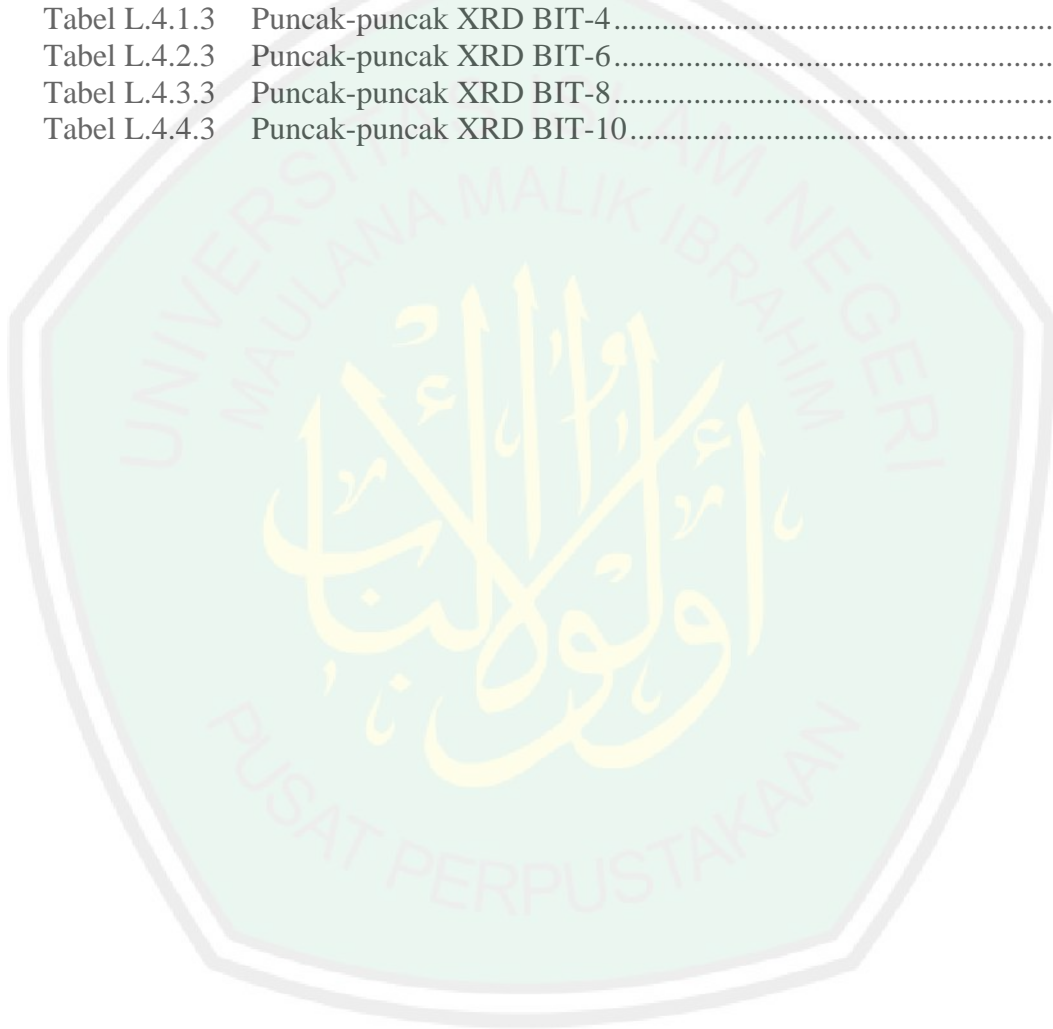
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN</b> .....	iv
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	v
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	ix
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	x
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xi
<b>ABSTRAK</b> .....	xiii
<b>ABSTRACT</b> .....	xiv
الملخص .....	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian .....	5
1.4 Batasan Masalah .....	5
1.5 Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	6
2.1 Senyawa Aurivillius .....	6
2.2 Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) .....	8
2.3 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dengan Metode Lelehan Garam .....	9
2.4 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ .....	18
2.4.1 X- Ray Diffraction (XRD) .....	18
2.4.2 Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	20
2.4.3 Spektroskopi Raman .....	21
2.5 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dalam Perspektif Islam .....	22
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	24
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	24
3.2 Bahan dan Alat .....	24
3.2.1 Alat .....	24
3.2.2 Bahan .....	24
3.3 Tahapan Penelitian .....	24
3.4 Prosedur Kerja .....	25
3.4.1 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) .....	25
3.4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD .....	26
3.4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM .....	27
3.4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Spektroskopi Raman .....	27
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	28
4.1 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam .....	28
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan XRD .....	29

4.3 Hasil <i>Refinement</i> Data XRD.....	31
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Bi <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> O <sub>12</sub> dengan Spektrofotometer Raman ...	34
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis Bi <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> O <sub>12</sub> dengan SEM.....	35
4.6 Sintesis Bi <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> O <sub>12</sub> dalam Perspektif Islam .....	37
<b>BAB V</b> .....	39
5.1 Kesimpulan.....	39
5.2 Saran.....	39
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	40
<b>LAMPIRAN</b> .....	44



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Pengaruh jenis garam terhadap hasil sintesis BaZrO <sub>3</sub> dengan metode lelehan garam .....	13
Tabel 2.2	Modus vibrasi molekul dalam senyawa BIT .....	22
Tabel 3.1	Massa prekursor dan garam NaCl yang dibutuhkan.....	26
Tabel 4.1	Parameter sel BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT-NaCl (NaCl = 4, 6, 8 dan 10) .....	32
Tabel 4.2	Modus vibrasi khas dalam senyawa BIT .....	35
Tabel L.4.1.3	Puncak-puncak XRD BIT-4 .....	48
Tabel L.4.2.3	Puncak-puncak XRD BIT-6.....	51
Tabel L.4.3.3	Puncak-puncak XRD BIT-8.....	53
Tabel L.4.4.3	Puncak-puncak XRD BIT-10.....	56



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Skema Kerja Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam..	44
Lampiran 2.	Perhitungan Rasio Mol NaCl:BIT. ....	45
Lampiran 3.	Standar Database $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ .....	46
Lampiran 4.	Data Analisis X-Ray <i>Diffraction</i> (XRD).....	47
Lampiran 5.	Data Analisis <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	57



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Aurivillius lapis dua yang tersusun dari lapis perovskit ( $\text{Bi}_3\text{Ti}_3\text{O}_{10}$ ) <sup>2-</sup> yang berinteraksi dengan dua lapis bismut ( $\text{Bi}_2\text{O}_2$ ) <sup>2+</sup> .....	7
Gambar 2.2	Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ .....	9
Gambar 2.3	Pola difraksi sinar-X BIT- <i>M</i> ( <i>M</i> = 4, 8, 16, 32, 40, 50, 60) yang disintesis dengan variasi rasio mol garam/BIT dengan metode sintesis lelehan garam dan BIT-0 dengan metode reaksi padatan.....	10
Gambar 2.4	Tahapan sintesis metode lelehan garam.....	11
Gambar 2.5	Morfologi oksida Aurivillius (BNN2) yang disintesis pada 1100°C selama 2 jam dengan campuran $\text{Bi}_2\text{O}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{Nb}_2\text{O}_5 = 5:1:4$ .....	12
Gambar 2.6	Morfologi BIT- <i>M</i> ( <i>M</i> =rasio mol garam:BIT) yang disintesis dengan metode lelehan garam pada 800°C (a) BIT-0, (b) BIT-4, (c) BIT-8, (d) BIT-16, (e) BIT-32, (f) BIT-40, (g) BIT-50 dan (h) BIT-6.....	15
Gambar 2.7	Pola XRD senyawa BIT yang dikalsinasi pada suhu berbeda.....	16
Gambar 2.8	Pola XRD senyawa BIT yang dikalsinasi pada suhu 650°C dengan variasi waktu pemanasan.....	17
Gambar 2.9	Morfologi BIT yang disintesis pada 650°C selama (a) 2 jam (b) 5 jam dan (c) 8 jam.....	17
Gambar 2.10	Spektra Raman nanokristalin serbuk BIT.....	18
Gambar 2.11	Difraksi sinar-X pada bidang kristal.....	19
Gambar 2.12	Hamburan stoke dan anti-stoke.....	21
Gambar 4.1	Perubahan sampel (a) sebelum kalsinasi (b) setelah kalsinasi suhu 900°C dengan lelehan garam dan (c) setelah pencucian dengan akuades panas.....	29
Gambar 4.2	Pola difraksi BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT-NaCl (NaCl = 4, 6, 8 dan 10).....	30
Gambar 4.3	Posisi puncak BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT-NaCl (NaCl = 4, 6, 8 dan 10) pada sudut $2\theta(^{\circ}) = 29,5-30,1$ .....	31
Gambar 4.4	Plot <i>refinement</i> data XRD BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT-NaCl (NaCl = 4, 6, 8 dan 10) (a) BIT-4 (b) BIT-6 (c) BIT-8 dan (d) BIT-10 dengan metode Le-Bail.....	33
Gambar 4.5	Spektra Raman Senyawa BIT BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT-NaCl (NaCl = 4, 6, 8 dan 10).....	34
Gambar 4.6	Mekanisme pembentukan plate-like dengan metode lelehan garam.....	35
Gambar 4.7	Morfologi <i>plate-like</i> BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT-NaCl (NaCl = 4, 6, 8 dan 10) (a) BIT-4, (b) BIT-6, (c) BIT-8 dan (d) BIT-10.....	36
Gambar L.4.1.2	Difraktogram BIT-4.....	49
Gambar L.4.2.2	Difraktogram BIT-6.....	51
Gambar L.4.3.2	Difraktogram BIT-8.....	54
Gambar L.4.4.2	Difraktogram BIT-10.....	56

- Gambar L.5.1 Morfologi BIT-4 yang disintesis dengan metode lelehan garam pada perbesaran (a) 6.000x, (b) 10.000x dan (c) 15.000x.....57
- Gambar L.5.2 Morfologi BIT-6 yang disintesis dengan metode lelehan garam pada perbesaran (a) 6.000x, (b) 10.000x dan (c) 15.000x.....58
- Gambar L.5.3 Morfologi BIT-8 yang disintesis dengan metode lelehan garam pada perbesaran (a) 6.000x, (b) 10.000x dan (c) 15.000x.....59
- Gambar L.5.4 Morfologi BIT-10 yang disintesis dengan metode lelehan garam pada perbesaran (a) 6.000x, (b) 10.000x dan (c) 15.000x.....60



## ABSTRAK

Nurul Rodhiyah. 2018. **Sintesis Senyawa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) dengan Variasi Rasio Mol BIT:NaCl Menggunakan Metode Lelehan Garam.**  
Pembimbing 1: Dr. Anton Prasetyo, M.Si. Pembimbing 2: A. Nasichuddin, M.A. Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

---

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) merupakan senyawa Aurivillius lapis tiga. Senyawa BIT dengan morfologi *plate-like* banyak disintesis karena dapat mempengaruhi sifat-sifatnya. Dalam penelitian ini, BIT disintesis dengan metode lelehan garam NaCl pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 6 jam dengan variasi rasio mol BIT:NaCl = 1: 4, 1: 6, 1: 8 dan 1:10. Data difraksi sinar-X menunjukkan bahwa senyawa yang terbentuk adalah BIT dan tidak ada pengotor. Senyawa BIT memiliki struktur kristal ortorombik dengan grup ruang B2cb dan peningkatan rasio mol tidak mempengaruhi strukturnya. Data spektra Raman juga menunjukkan bahwa sampel mempunyai modus vibrasi khas dari senyawa BIT. Gambar SEM menunjukkan bahwa morfologi partikel yang terbentuk adalah *plate-like* dan ukuran partikel BIT meningkat seiring dengan peningkatan rasio mol NaCl.

Kata kunci :  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ , metode lelehan garam, rasio mol BIT:NaCl, partikel *plate-like*

## ABSTRACT

Nurul Rodhiyah. 2018. **Synthesis  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) with Variation Mole Rasio of BIT:NaCl Using Molten Salt Method.** Supervisor 1: Dr. Anton Prasetyo, M.Si. Supervisor 2: A. Nasichuddin, M.A. Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

---

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) is a three layer Aurivillius. Morphology plate-like BIT are synthesized by many researchers because influence to its properties. In this research, BIT was synthesized by the molten salt of NaCl at  $900^\circ\text{C}$  for 6 hours with variation mole ratio of BIT:NaCl = 1: 4, 1: 6, 1: 8 and 1:10. X-ray diffraction data shows that BIT was successfully synthesized and there is no impurities. BIT has crystal structure of orthorhombic and space group of B2cb. The Raman spectra also shows the typical vibration modes of BIT and SEM image shows the BIT particle has plate-like shape and the particle size of BIT increases as increases of NaCl mole ratio.

Keywords :  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ , molten salt synthesis method, mole ratio of BIT:NaCl, plate-like particles.

## الملخص

نورالراضية. ٢٠١٨ . ٢ . تركيب  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) باختلاف نسبة شامة NaCl : BIT استخدم طريقة الملح المصهور. المشرف ١ : الدكتور أنتون فراستيا الماجستير . المشرف ٢: أحمد ناصح الدين الماجستير. المستشار: سوسي نور الخليفة الماجستير.

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) هو مركب أوريفيليوس ذو طبقة ثالثة. يتم توليف مركبات BIT مع مورفولوجيا تشبه لوحة لأنها يمكن أن تزيد من خواصها المحتملة. تم الإبلاغ عن طريقة الملح المصهور لتكون قادرة على إنتاج الجسيمات مع مورفولوجيا لوحة مثل. في هذه الدراسة، تم تحضير BIT بواسطة طريقة الملح المصهور باستخدام  $\text{TiO}_2$ ،  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (أناتاس) وأملاح NaCl عند ٩٠٠ درجة مئوية لمدة ٦ ساعات مع وجود اختلاف في نسبة شامة NaCl : BIT = ١:٤، ١:٦، ١:٨ و ١:١٠. تظهر تقنيات حيود أشعة إكس أن المركبات التي تم تكوينها هي BIT وليس هناك شوائب. BIT لديها بنية الكريستال من مجموعة orthorhombic والفضاء من B2cb. بينما تظهر أطياف رامان وضع الاهتزاز النموذجي لمركبات BIT وتظهر بيانات SEM أن حجم جسيمات BIT يزيد مع الزيادة في نسبة شامة NaCl.

الكلمات الرئيسية:  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ، طريقة توليف الملح المصهور، نسبة شامة NaCl : BIT، جزيئات مثل لوحة

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) merupakan senyawa Aurivillius lapis tiga. Senyawa Aurivillius tersusun bergantian atas lapis bismut  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$  dan lapis perovskit  $(A_{m-1}B_m\text{O}_{3m+1})^{2-}$ , di mana  $m$  menunjukkan jumlah lapis perovskit (Rosyidah, dkk., 2008, Moon, dkk., 2002). Kation  $A$  umumnya merupakan kation berukuran besar seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ , sedangkan kation  $B$  adalah kation bermuatan tinggi seperti  $\text{Ti}^{4+}$ ,  $\text{Nb}^{5+}$ ,  $\text{Ta}^{5+}$ ,  $\text{W}^{6+}$ , atau  $\text{Mo}^{6+}$  (Aurivillius, 1949). Senyawa aurivillius diketahui memiliki sifat feroelektrik pada suhu tinggi ( $675^\circ\text{C}$ ) dan berpotensi sebagai *ferroelectric random access memory* (FRAM) serta sebagai sensor dan aktuator (Jardiel, dkk., 2008).

Senyawa BIT memiliki banyak kegunaan dalam kehidupan sebagaimana disebutkan di atas. Allah SWT menciptakan segala sesuatu dengan manfaatnya masing-masing sebagai tanda kekuasaan-Nya bagi orang-orang yang berfikir sebagaimana Q.S Ali Imron ayat 190-191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاجْتِذَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِّأُولَى الْأَلْبَابِ (١٩٠) الَّذِينَ يَذْكُرُونَ  
 اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَ يَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا  
 سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ (١٩١)

Artinya : "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal (QS,3:190). (Yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): " Ya Rabb kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Mahasuci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa Neraka (QS,3:191) ".

Ayat di atas menjelaskan tanda-tanda kekuasaan Allah ada pada ciptaan-Nya berupa segala sesuatu yang ada di langit dan bumi. Keagungan ciptaan tersebut dapat menjadi *ibrah* (pelajaran) bagi orang yang berakal, yaitu orang yang mampu memahami hikmah dari setiap ciptaan Allah dan senantiasa berdzikir kepada-Nya dalam segala kondisi (Abdullah, 2004). Pemahaman tentang hikmah dari ciptaan Allah dapat menjadikan manusia *bertafakur* bahwa tidak ada satupun ciptaan Allah yang sia-sia. Sebagai seorang muslim sudah seharusnya kita belajar dari ayat tersebut bagaimana memaknai dan memandang fenomena alam di sekitar kita baik secara makroskopik maupun mikroskopik. Penelitian tentang senyawa BIT ini bisa menjadi salah satu cara untuk *bertafakur* tentang ciptaan Allah SWT secara mikroskopik.

Morfologi dan ukuran partikel sangat menentukan sifat dari suatu senyawa. Morfologi partikel yang seragam dengan bentuk yang unik dan mempunyai distribusi ukuran yang seragam adalah yang diinginkan. Dewasa ini, sintesis BIT dengan bentuk *plate-like* banyak dilakukan berbagai pihak karena partikel dengan bentuk *plate-like* berpengaruh pada sifat fisik seperti feroelektrik, piezoelektrik dan dielektrik (Saito, dkk., 2006). Oleh karenanya banyak usaha yang telah dilakukan untuk mendapatkan senyawa BIT dengan morfologi tersebut. Salah satu metode yang banyak digunakan adalah metode lelehan garam.

Sintesis lelehan garam merupakan salah satu metode pembuatan serbuk keramik yang melibatkan penggunaan lelehan garam sebagai media untuk pembuatan kompleks oksida dari bahan penyusunnya (oksida dan karbonat). Metode ini adalah modifikasi dari metode metalurgi serbuk, di mana lelehan garam berfungsi sebagai pelarut untuk mengendalikan karakteristik serbuk seperti ukuran

dan bentuk (Kimura, dkk., 2006). Keuntungan dari metode sintesis lelehan garam adalah metode yang mudah, hemat biaya dan efektif untuk memperoleh kristal murni (Zhou, dkk., 2007).

Sintesis BIT dengan metode lelehan garam sering digunakan untuk memperoleh partikel dengan bentuk *plate-like*, sebagaimana yang telah dilaporkan oleh He, dkk. (2014) bahwa hasil karakterisasi dengan menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM) menunjukkan BIT yang diperoleh mempunyai bentuk dan ukuran *plate-like* yang seragam, sedangkan metode reaksi padatan menunjukkan BIT dengan ukuran yang tidak seragam. Selain itu, hasil karakterisasi dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) juga menunjukkan bahwa kemurnian senyawa BIT lebih baik dengan menggunakan metode lelehan garam daripada reaksi padatan. Di samping itu, keuntungan dari sintesis dengan menggunakan metode lelehan garam adalah diperlukan suhu yang lebih rendah daripada menggunakan metode keadaan padatan (Umam, dkk., 2013).

Metode sintesis lelehan garam dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain: jenis garam, waktu pemanasan dan rasio mol antara garam dan BIT. He, dkk. (2014) melaporkan bahwa perubahan rasio mol garam/BIT mempengaruhi laju pertumbuhan partikel *plate-like*. Pada kenaikan rasio mol garam (NaCl:KCl):BIT dari 4:1, 8:1, 16:1, 32:1, 40:1 dan 50:1, lebar rata-rata partikel BIT yang terbentuk adalah 1,8; 1,4; 1,0; 0,8 dan 0,5  $\mu\text{m}$ . Kenaikan rasio mol dari 4 menjadi 16 menyebabkan ketebalan partikel rata-rata menurun (dari 150 nm menjadi 75-90 nm), sedangkan kenaikan rasio mol dari 32:1 sampai 60:1 menyebabkan ketebalan partikel menjadi 55 nm. Dengan demikian peningkatan jumlah garam berperan penting dalam mengendalikan ukuran BIT yang dihasilkan. Hasil penelitian yang

telah dilaporkan menunjukkan bahwa BIT yang disintesis dengan garam sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ ) masih terdapat pengotor pada  $900^\circ\text{C}$ , sedangkan garam klorida ( $\text{NaCl}/\text{KCl}$ ) sudah menunjukkan BIT dalam fasa murni dengan bentuk *plate-like* (Zhang, dkk., 2011, Zhao, dkk., 2014).

Garam yang banyak digunakan dalam sintesis dengan metode lelehan garam adalah NaCl. Zhou, dkk. (2007) melaporkan bahwa Aurivillius  $\text{BaC}_2\text{O}_4$  yang disintesis dengan menggunakan NaCl menghasilkan kemurnian 93,3%, sedangkan tanpa garam hanya menghasilkan kemurnian 69%. NaCl memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan garam lain, di antaranya harga yang murah dan dapat menghasilkan senyawa BIT dengan kemurnian yang tinggi. Dari uraian di atas maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis BIT dengan rasio mol NaCl/BIT sehingga diharapkan diketahui rasio mol BIT:NaCl terbaik dalam sintesis partikel *plate-like* dengan metode lelehan garam. Evolusi struktur dari senyawa yang terbentuk akan dikaji dengan menggunakan data pola difraksi sinar-X, sedangkan evolusi morfologi bentuk partikel akan dikaji dengan menggunakan data dari pengukuran SEM dan evolusi lokal struktur akan dikaji dari data pengukuran spektroskopi Raman.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah bagaimana pengaruh variasi rasio mol NaCl:BIT terhadap struktur dan morfologi senyawa yang disintesis dengan metode lelehan garam?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi rasio mol garam NaCl:BIT terhadap struktur senyawa yang disintesis dengan metode lelehan garam.

### 1.4 Batasan Masalah

Penelitian ini akan menggunakan variasi mol garam NaCl:BIT = 4:1, 6:1, 8:1 dan 10:1 dengan suhu pemanasan 900°C selama 6 jam.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini dapat memberikan pengetahuan terkait sintesis BIT menggunakan metode lelehan garam dengan variasi rasio mol garam NaCl:BIT, sehingga diharapkan dapat mengetahui kondisi terbaik dalam sintesis senyawa BIT dengan metode lelehan garam.

## BAB II

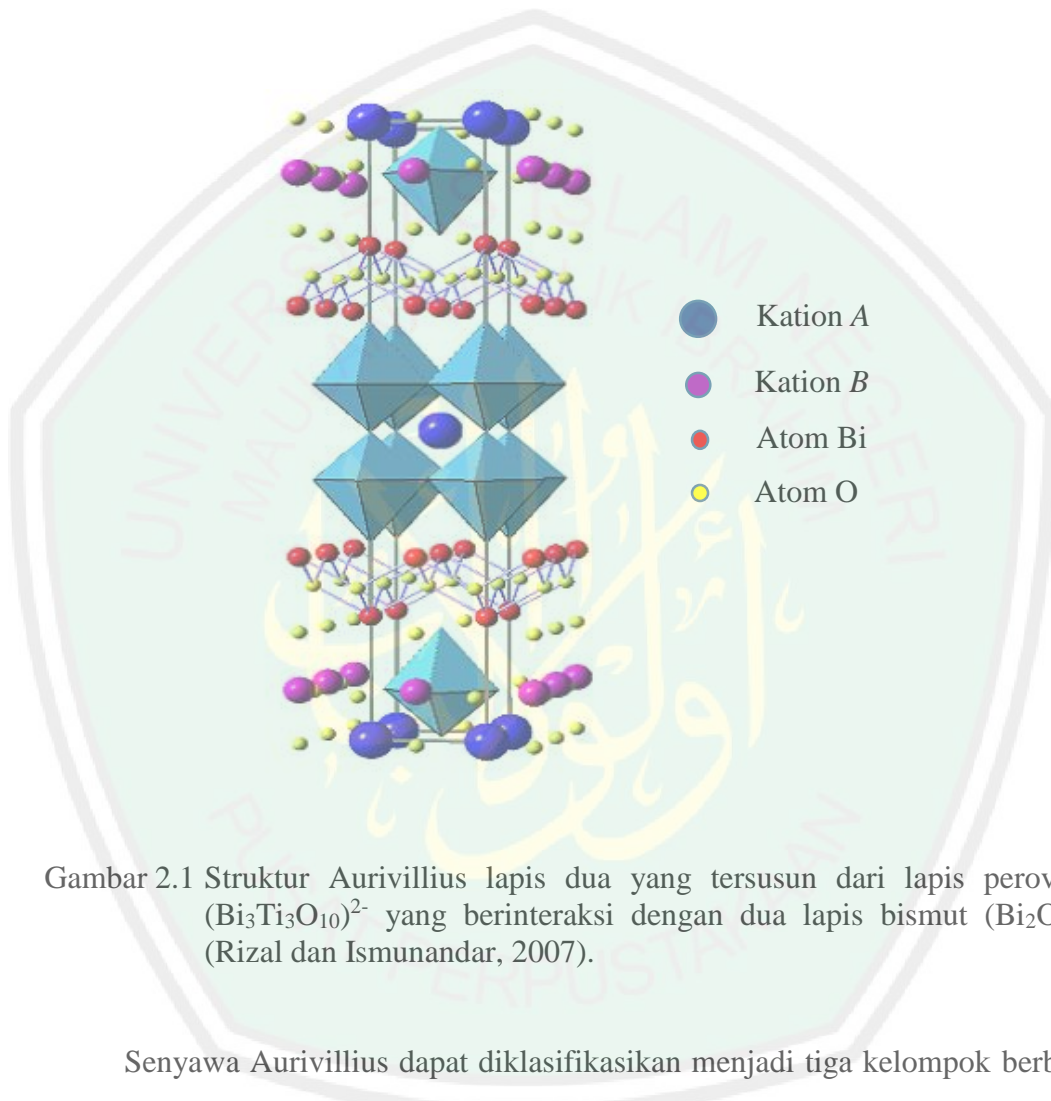
### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Senyawa Aurivillius

Oksida Aurivillius pertama kali dilaporkan pada tahun 1949 oleh Bengt Aurivillius. Senyawa Aurivillius memiliki rumus umum  $\text{Bi}_2\text{O}_2[\text{A}_{m-1}\text{B}_m\text{O}_{3m+1}]^{2-}$  yaitu gabungan lapis bismut dengan lapis perovskit. Kation *A* merupakan ion-ion bermuatan +1, +2, atau +3 yang memiliki koordinasi dodekahedral. Kation *A* biasanya berupa logam alkali, alkali tanah, unsur tanah jarang atau campurannya dengan ukuran yang lebih besar dibandingkan kation *B*. Kation *B* berupa unsur transisi yang memiliki koordinasi oktahedral dengan *m* berupa bilangan bulat ( $1 < m < 5$ ) yang menunjukkan jumlah oktahedral pada lapis perovskit (Borg, dkk., 2002). Lapisan  $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$  terbentuk dari anion oksigen yang membentuk jaringan bujur sangkar dengan kation  $\text{Bi}^{3+}$  pada bagian atas dan bawah dan dapat pula digambarkan sebagai piramida segi empat yang saling bergantian. Kation *A* akan membentuk struktur perovskit yang berkoordinasi dengan 12 atom oksigen. Sedangkan kation *B* akan berkoordinasi dengan 6 atom oksigen membentuk suatu oktahedron  $\text{BO}_6$ . Struktur dari senyawa Aurivillius secara umum ditampilkan dalam pada Gambar 2.1 (Rizal dan Ismunandar, 2007).

Struktur Aurivillius berbentuk seperti lapisan beda muatan yang menimbulkan anisotrop listrik dengan komponen terbesar dari polarisasi spontannya paralel dengan lapis bismut. Suhu Curie yang tinggi ( $T_c = 670^\circ\text{C}$ ) memberikan ketetapan yang luas dalam unsur-unsur elektronik, seperti transduser, perangkat piezoelektrik dan memori. Penggunaan aktivitas magnetik ion-ion tanah jarang pada Aurivillius atau pengantian kation *A* dan *B* memberikan pengaruh pada

derajat kebebasan, struktur kristal, komposisi, kristalinitas dan fungsi. Hal itu dilakukan untuk memanipulasi karakteristik bahan dengan aplikasi lain yang menguntungkan (Arifianto, dkk., 2012).



Gambar 2.1 Struktur Aurivillius lapis dua yang tersusun dari lapis perovskit  $(\text{Bi}_3\text{Ti}_3\text{O}_{10})^{2-}$  yang berinteraksi dengan dua lapis bismut  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$  (Rizal dan Ismunandar, 2007).

Senyawa Aurivillius dapat diklasifikasikan menjadi tiga kelompok berbeda berdasarkan nomor unit pseudo-perovskit  $(A_{m-1}B_mO_{3m+1})^{2-}$  dengan lapis bismut  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ , yaitu (Jardiel, dkk., 2008):

- Struktur dengan nilai  $m$  genap.
- Struktur dengan nilai  $m$  ganjil.
- Struktur dengan dua nilai  $m$  berbeda dari unit sel.

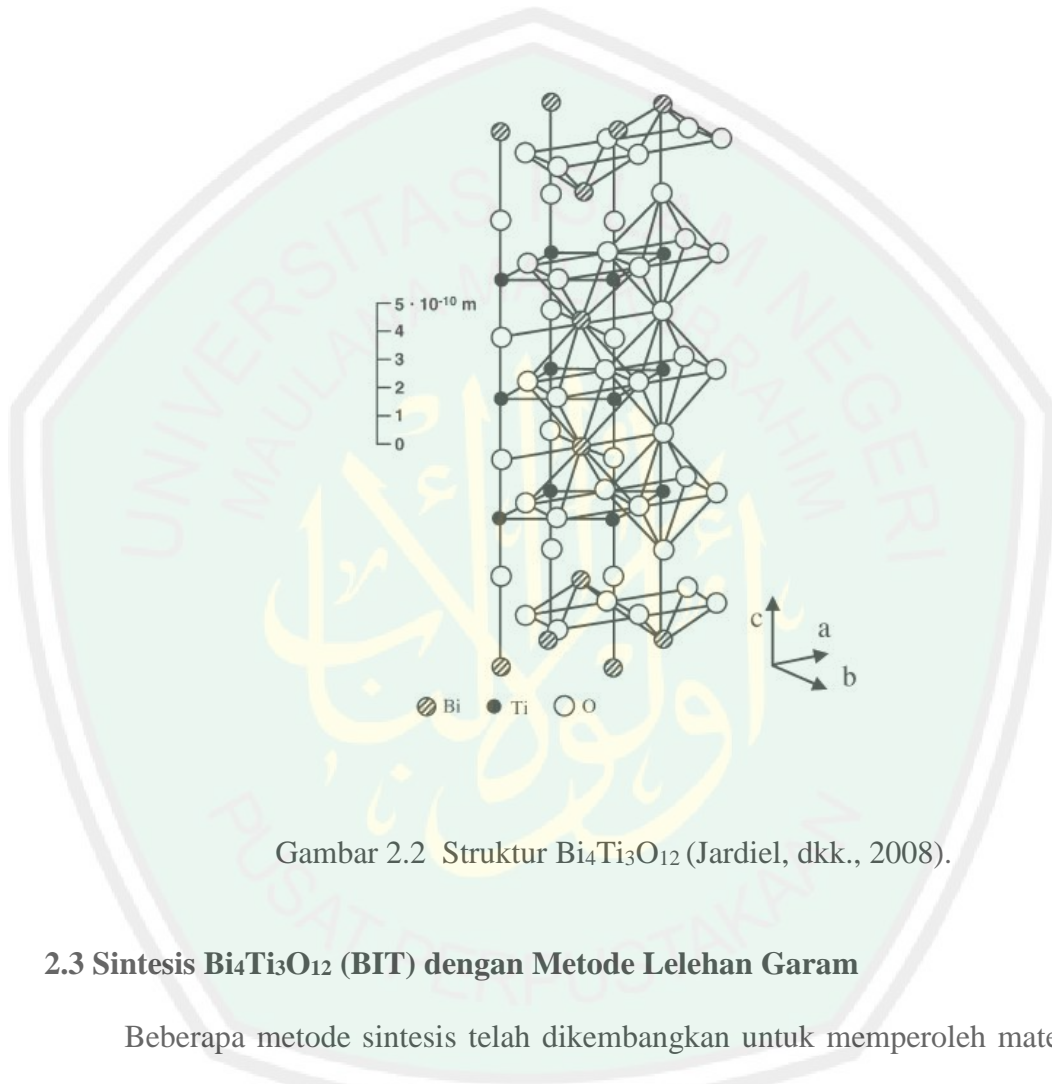
Oksida Aurivillius dikembangkan sesuai dengan manfaat dan penggunaannya, oksida ini dapat digunakan sebagai bahan superkonduktor, katalis dalam industri petrokimia, keramik di bidang kesehatan, bahan penyimpanan memori seperti *FRAM*, *DRAM* (*dynamic random access memory*), konduktor, material magnetik, katalis, *optical display* dan kapasitor (Bencan, dkk., 2004). Salah satu senyawa Aurivillius adalah BIT. Senyawa ini terdiri dari lapis perovskit  $(\text{Bi}_3\text{Ti}_3\text{O}_{10})^{2-}$  yang berinteraksi dengan lapis bismut  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$  (Rizal dan Ismunandar, 2007).

## 2.2 Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT)

BIT memiliki struktur yang dibentuk dari lapis  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$  tetrahedron dan lapis pseudo-perovskit  $(\text{Bi}_3\text{Ti}_3\text{O}_{10})^{2-}$  (Rojero, dkk., 2010). BIT merupakan senyawa Aurivillius lapis tiga yang memiliki kemampuan sebagai material piezoelektrik, *memory storage* dan *display optic* karena memiliki suhu Curie ( $T_c$ ) yang tinggi yaitu  $675^\circ\text{C}$  serta kemampuan *electrooptic* yang baik. Dewasa ini, senyawa BIT banyak mendapat perhatian karena aplikasinya yang besar bagi perkembangan teknologi. Pseudo-perovskit unit BIT memiliki parameter kisi  $a = 0,5450$  nm,  $b = 0,54059$  nm dan  $c = 3,2832$  nm, dan polarisasi spontan  $P_s = 50$  dan  $4 \mu\text{C}/\text{cm}^2$  sepanjang sumbu  $a$  dan  $c$  (Ranieri, dkk., 2013).

BIT merupakan senyawa yang memiliki sifat ferroelektrik karena memiliki sifat polarisasi spontan tanpa adanya medan listrik. Sifat polarisasi spontan ini muncul karena BIT tidak memiliki struktur *centrosymmetry* pada unit selnya, sehingga menyebabkan terbentuknya momen dipol elektrik pada unit sel. BIT juga memiliki kekuatan dielektrik ( $\kappa$ ) yang tinggi, yaitu sekitar 200 (Lazarevic, dkk., 2005). BIT dilaporkan memiliki kelompok ruang B2bc dan memiliki sistem kristal

orthorombik pada suhu di bawah  $675^{\circ}\text{C}$ . Pada suhu di atas  $675^{\circ}\text{C}$  sistem kristal BIT berubah menjadi tetragonal (Jardiel, dkk., 2008). Struktur BIT ditampilkan pada Gambar 2.2.

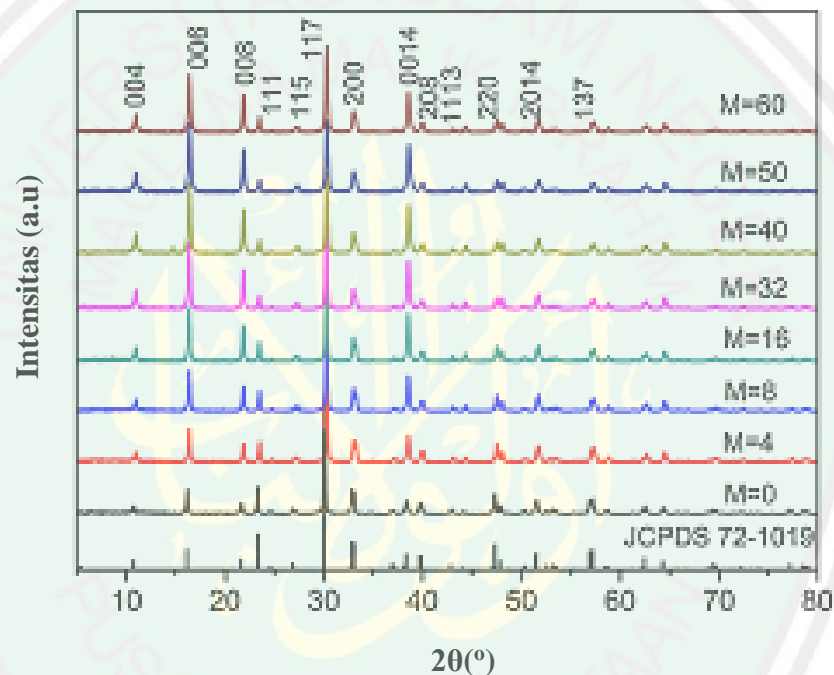


Gambar 2.2 Struktur  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (Jardiel, dkk., 2008).

### 2.3 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dengan Metode Lelehan Garam

Beberapa metode sintesis telah dikembangkan untuk memperoleh material BIT, seperti reaksi dalam keadaan padatan, hidrotermal dan *electrospinning*. Namun metode tersebut melibatkan penggunaan prekursor yang mahal dan proses sintesis yang rumit (He, dkk., 2014). Alternatif dari pemasalahan tersebut adalah metode sintesis lelehan garam, metode ini memanfaatkan campuran lelehan garam sebagai media yang sangat reaktif. Ini merupakan metode yang efektif untuk menekan biaya dan untuk membentuk kristal fase nano dalam skala besar. Sintesis

dengan metode lelehan garam biasanya membutuhkan suhu reaksi yang relatif rendah, di mana mobilitas ion dalam garam cair ( $10^{-5}$ - $10^{-8}$ cm<sup>2</sup>/s) ini  $10^{10}$  kali lebih tinggi daripada padatan ( $\sim 10^{-18}$ cm<sup>2</sup>/s), dengan demikian membutuhkan waktu yang relatif singkat untuk memperoleh bahan kristal yang tinggi daripada metode reaksi padatan (He, dkk., 2014).

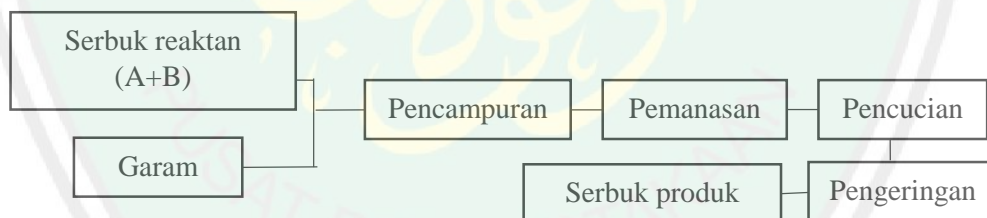


Gambar 2.3 Pola difraksi sinar-X BIT-M ( $M = 4, 8, 16, 32, 40, 50, 60$ ) yang disintesis dengan variasi rasio mol garam/BIT dengan metode sintesis lelehan garam dan BIT-0 dengan metode reaksi padatan (He, dkk., 2014).

Metode lelehan garam sering digunakan dalam sintesis BIT karena memberikan hasil yang lebih baik, seperti yang dilaporkan oleh He, dkk. (2014). Dari data pola difraksi yang ditampilkan pada Gambar 2.3 menunjukkan bahwa intensitas puncak difraksi pada 001 dan 006 meningkat seiring dengan

bertambahnya rasio mol garam:BIT. Intensitas yang semakin tinggi mengidentifikasi bahwa derajat kristalinitas senyawa produk semakin tinggi pula.

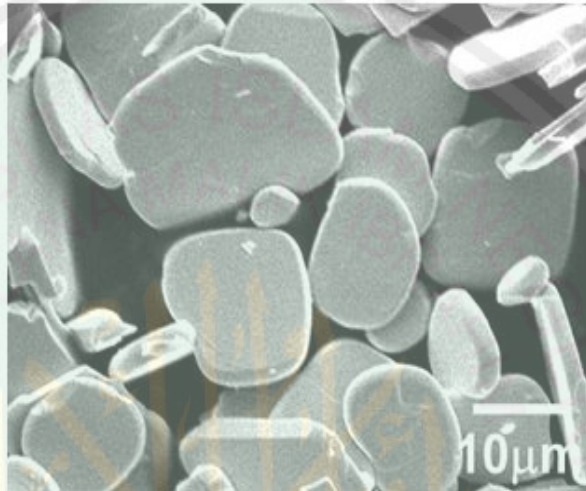
Metode lelehan garam merupakan salah satu metode pembuatan serbuk keramik yang melibatkan penggunaan lelehan garam sebagai media untuk pembuatan kompleks oksida dari bahan penyusunnya (oksida dan karbonat). Metode ini adalah modifikasi dari metode metalurgi serbuk, di mana lelehan garam berfungsi sebagai pelarut untuk mengendalikan karakteristik serbuk seperti ukuran dan bentuk (Kimura, dkk., 2006). Keuntungan dari metode sintesis lelehan garam adalah metode yang mudah, hemat biaya dan efektif untuk memperoleh kristal murni (Zhou, dkk., 2007). Tahapan dalam sintesis metode lelehan garam diilustrasikan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Tahapan sintesis metode lelehan garam (Kimura, dkk. 2006)

Sintesis BIT dengan metode lelehan garam dilaporkan menghasilkan morfologi partikel *plate-like*. Mekanisme pembentukan partikel *plate-like* melalui metode lelehan garam meliputi empat proses yaitu: (1) reaksi padatan dan nukleasi (2) pembentukan struktur *plate-like* (3) difusi dan nukleasi tepi (4) difusi dan pertumbuhan epitaksi (Zhao, dkk., 2014). Sintesis partikel *plate-like* sangat penting karena penggunaannya dapat memperbaiki feroelektrik, piezoelektrik dan

dielektrik dari suatu materi (Saito, dkk., 2006). Kikuchihara, dkk. (2012), melaporkan bahwa metode sintesis lelehan garam dapat memberikan morfologi *plate-like* sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Morfologi oksida Aurivillius (BNN2) yang disintesis pada 1100° C selama 2 jam dengan campuran  $\text{Bi}_2\text{O}_3:\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{Nb}_2\text{O}_5=5:1:4$  (Kikuchihara, dkk., 2012)

Sintesis lelehan garam menggunakan sejumlah besar garam yang digunakan sebagai pelarut untuk mengendalikan ukuran dan bentuk produk. Jenis garam yang umum digunakan dalam sintesis metode lelehan garam adalah garam klorida dan garam sulfat (Arendt, dkk., 1979). Peran lelehan garam adalah (1) untuk meningkatkan laju reaksi dan menurunkan suhu reaksi (2) meningkatkan derajat homogenitas (distribusi penyusunnya unsur dalam larutan padat) (3) mengendalikan ukuran partikel (4) mengendalikan bentuk partikel dan (5) untuk mengendalikan keadaan aglomerasi. Syarat garam yang digunakan untuk sintesis metode lelehan garam adalah stabil, mudah didapat, murah dan mudah larut dalam

air. Syarat lain adalah garam yang digunakan memiliki tekanan uap yang rendah pada suhu pemanasan dan tidak menyebabkan reaksi yang tidak diinginkan dengan reaktan dan produk (Kimura, dkk., 2006).

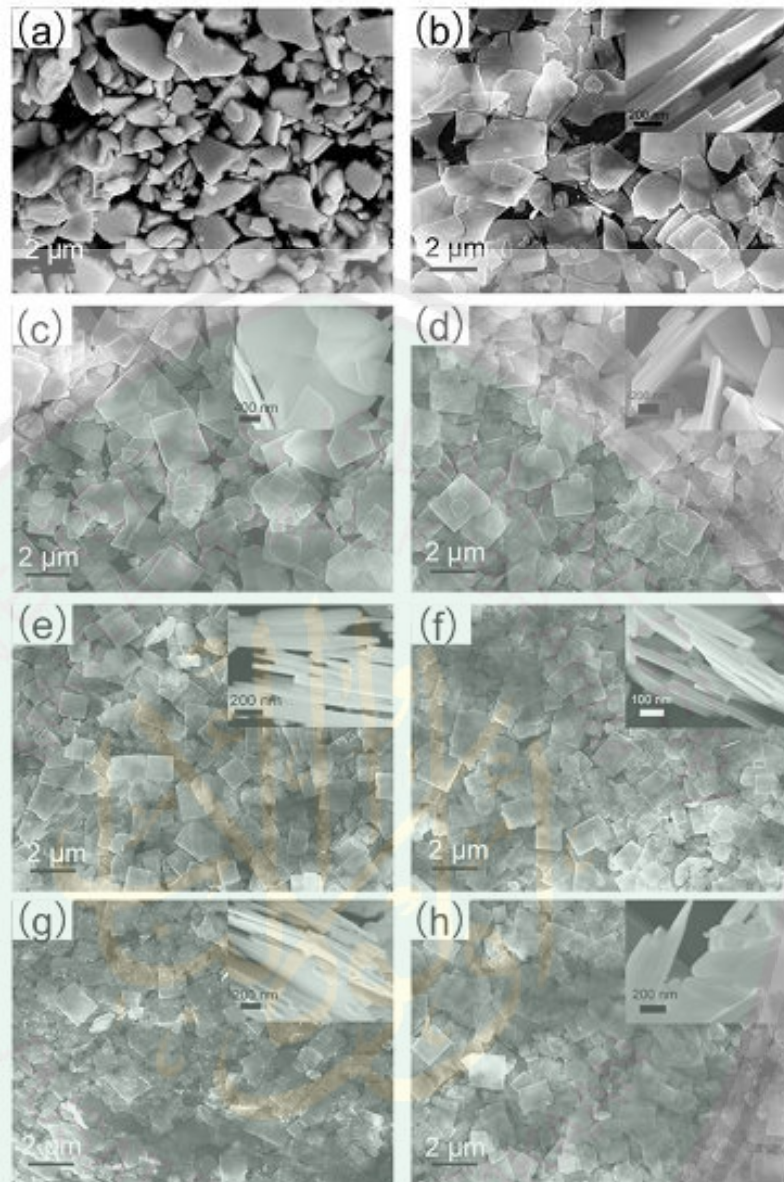
Tabel 2.1 Pengaruh jenis garam terhadap hasil sintesis BaZrO<sub>3</sub> dengan metode lelehan garam (Zhou, 2007)

Prekursor	Garam	Produk (kemurnian, ukuran dan morfologi)
BaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> dan ZrO <sub>2</sub>	Tanpa garam	BaZrO <sub>3</sub> (69%; agregat) dengan BaCO <sub>3</sub> dan ZrO <sub>2</sub>
	NaOH/KOH	BaZrO <sub>3</sub> (100%; ~320 nm; sphere)
	NaCl/KCl	BaZrO <sub>3</sub> (93.3%; ~200 nm; kubus) dengan BaCO <sub>3</sub> dan ZrO <sub>2</sub>
	NaCl	BaZrO <sub>3</sub> (93.3%; ~200 nm; kubus) dengan BaCO <sub>3</sub> dan ZrO <sub>2</sub>
	NaNO <sub>3</sub>	Tidak terbentuk BaZrO <sub>3</sub> ; pengotor BaCO <sub>3</sub> dan ZrO <sub>2</sub>
	NaNO <sub>3</sub> /NaCl	Tidak terbentuk BaZrO <sub>3</sub> pengotor BaCO <sub>3</sub> dan ZrO <sub>2</sub>

Garam yang digunakan dalam penelitian ini adalah garam NaCl. Penelitian yang dilakukan Zhou, dkk. (2007) menunjukkan bahwa garam NaCl yang digunakan dalam sintesis oksida Aurivillius BaZrO<sub>3</sub> menghasilkan kemurnian sebesar 93,3% dengan ukuran partikel rata-rata ~200 nm. Tabel 2.1 menampilkan pengaruh jenis garam terhadap hasil sintesis dengan metode lelehan garam. Ada beberapa faktor yang mempengaruhi hasil sintesis dengan menggunakan metode lelehan garam, yaitu jenis garam, suhu sintesis, waktu sintesis, laju pendinginan dan jenis prekursor. Masing-masing parameter tersebut memberikan hasil yang berbeda terhadap ukuran dan morfologi partikel yang terbentuk (Zhou, dkk., 2007). Lelehan basa NaOH dan KOH memberikan hasil sintesis yang sempurna untuk senyawa BaZrO<sub>3</sub>, namun karena faktor efisiensi maka garam dalam fasa lelehan lebih banyak dipilih.

Salah satu faktor yang mempengaruhi hasil sintesis metode lelehan garam adalah jenis garam, termasuk di dalamnya rasio mol garam. He, dkk. (2014) melaporkan bahwa perubahan rasio mol garam (NaCl:KCl):BIT mempengaruhi ukuran dan ketebalan partikel *plate-like* yang ditunjukkan oleh hasil karakterisasi SEM pada Gambar 2.6. BIT- $M$  ( $M = 0, 4, 8, 16, 32, 40, 50, 60$ ) yang disintesis dengan variasi mol garam:BIT sudah menghasilkan BIT berbentuk *plate-like*. BIT yang disintesis dengan reaksi keadaan padat (BIT-0) memiliki ukuran *plate-like* yang tidak seragam antara 0,1-3  $\mu\text{m}$ , sedangkan BIT- $M$  yang disintesis dengan metode lelehan garam memiliki ukuran *plate-like* yang lebih seragam. Namun, ukuran dan ketebalan *plate-like* BIT- $M$  menurun seiring dengan kenaikan rasio mol garam:BIT.

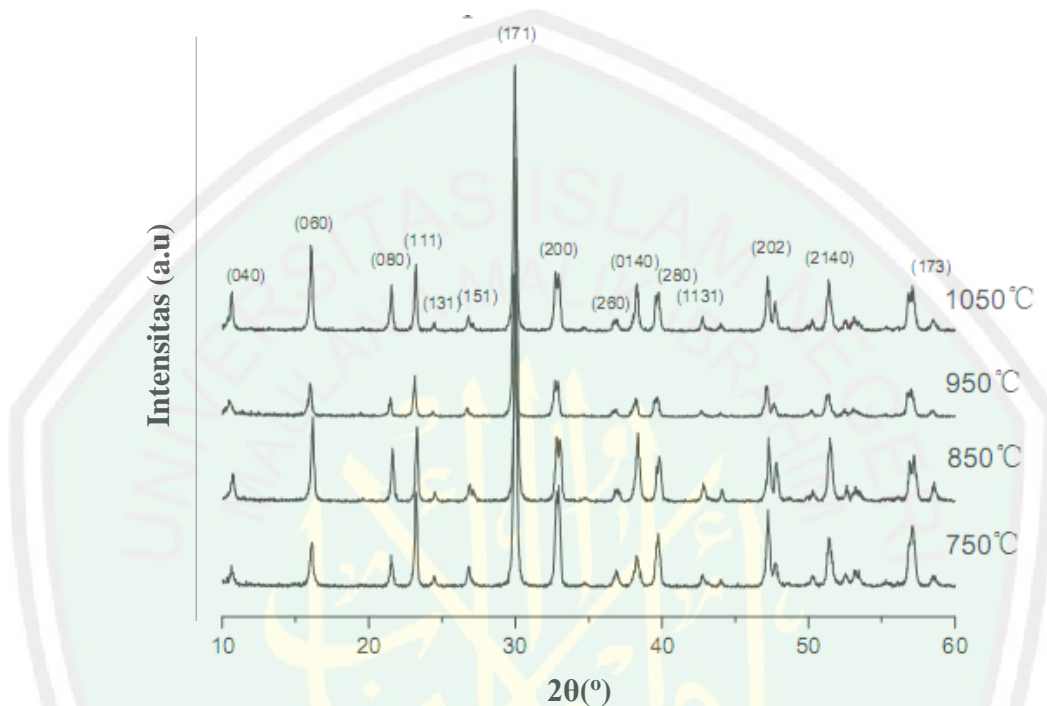
Kan, dkk. (2003) juga melaporkan bahwa kenaikan rasio mol dari 7,9 ke 15,8 dan 23,7 menyebabkan ukuran partikel *plate-like* BIT semakin kecil, sedangkan Kimura, dkk. (1980) dan Yoon, dkk. (1993) yang menyintesis Ni-ferrite dan magnesium niobat (PMN) dalam lelehan garam  $\text{Li}_2\text{SO}_4\text{-Na}_2\text{SO}_4$  dan KCl pada kisaran rasio mol 0,16-0,8 dan 0,79-3,94 menunjukkan bahwa ukuran partikel semakin besar seiring dengan kenaikan rasio mol. Kenaikan rasio mol dapat menyebabkan penurunan ukuran partikel jika rasio mol yang digunakan lebih besar, sebaliknya jika rasio mol yang digunakan lebih kecil maka menyebabkan peningkatan ukuran partikel (Kan, dkk., 2003).



Gambar 2.6 Morfologi BIT- $M$  ( $M$ =rasio mol garam:BIT) yang disintesis dengan metode lelehan garam pada  $800^{\circ}\text{C}$  (a) BIT-0, (b) BIT-4, (c) BIT-8, (d) BIT-16, (e) BIT-32, (f) BIT-40, (g) BIT-50 dan (h) BIT-60 (He, dkk., 2014).

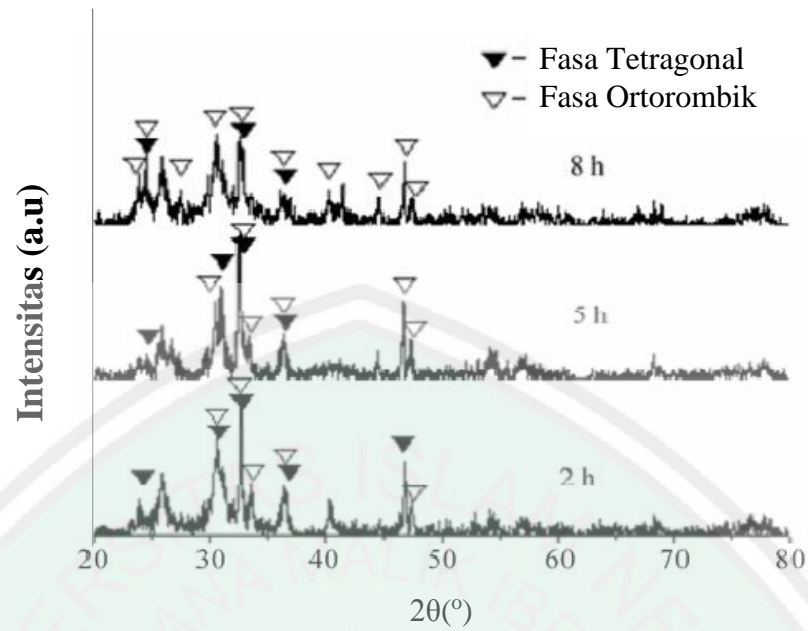
Chenjie, dkk. (2011) menyintesis senyawa BIT dengan metode lelehan garam (NaCl:KCl) pada suhu  $750$ ,  $850$ ,  $950$  dan  $1050^{\circ}\text{C}$ . Senyawa BIT berhasil disintesis pada suhu  $750^{\circ}\text{C}$  dan pola difraksi produk ditampilkan pada Gambar 2.7. Data pola difraksi juga menunjukkan bahwa kristalinitas senyawa BIT meningkat seiring

dengan kenaikan suhu, hal ini ditunjukkan dengan intensitas puncak difraksi yang semakin tinggi.

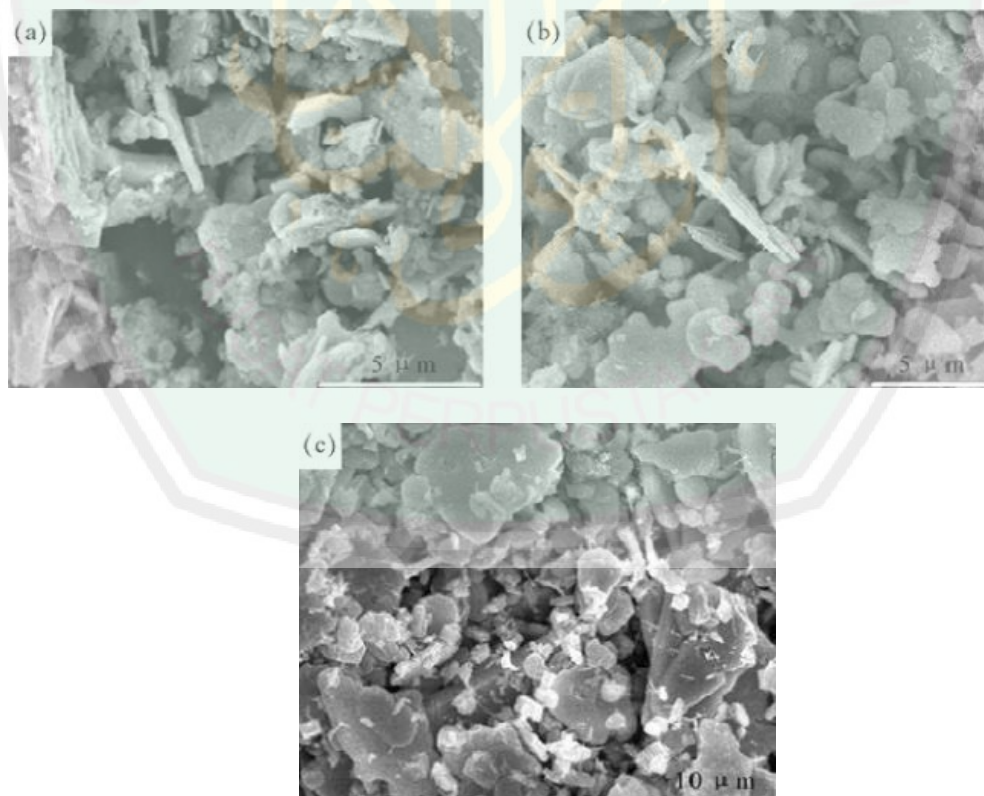


Gambar 2.7 Pola XRD senyawa BIT yang dikalsinasi pada suhu berbeda (Chenjie, dkk., 2011).

Sistem kristal BIT yang diperoleh juga dipengaruhi oleh waktu pemanasan. Wanmei, dkk. (2009) melaporkan bahwa peningkatan waktu pemanasan mempengaruhi sistem kristal dan ukuran *plate-like* BIT yang ditunjukkan oleh data pola difraksi (Gambar 2.8) dan morfologi partikel (Gambar 2.9). Seiring dengan peningkatan waktu pemanasan, sistem kristal BIT dominan kepada orthorombik dan juga ukuran partikel BIT semakin besar. Waktu pemanasan 2 dan 5 jam menghasilkan *plate-like* BIT dengan ukuran yang hampir sama, yaitu sekitar 1-3  $\mu\text{m}$ . Namun pada waktu pemanasan 2 jam masih didapati banyak agregat.

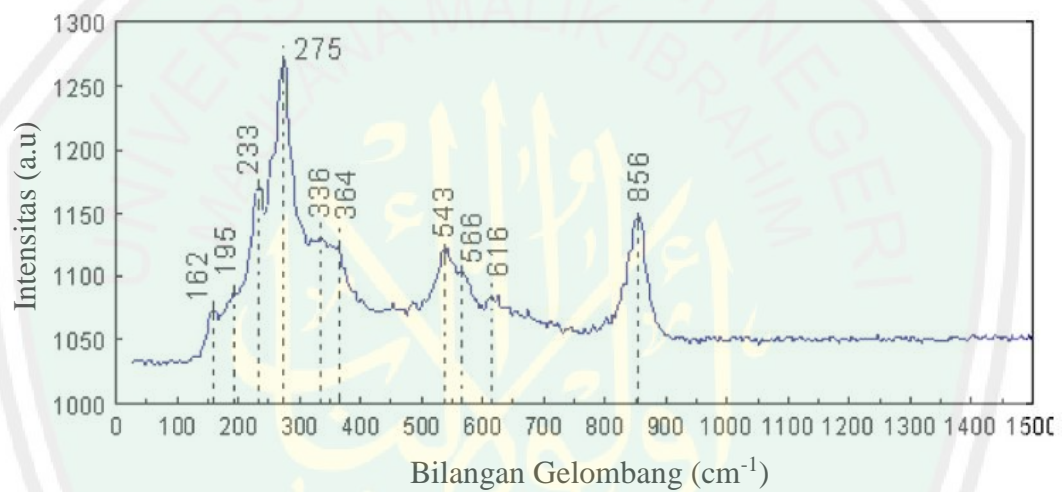


Gambar 2.8 Pola XRD senyawa BIT yang dikalsinasi pada suhu  $650^{\circ}\text{C}$  dengan variasi waktu pemanasan (Wanmei, dkk., 2009).



Gambar 2.9 Morfologi BIT yang disintesis pada  $650^{\circ}\text{C}$  selama (a) 2 jam (b) 5 jam dan (c) 8 jam (Wanmei, dkk., 2009).

Informasi tentang lokal struktur BIT dapat dikaji dengan data spektra Raman. BIT dilaporkan memiliki modus vibrasi pada  $275\text{ cm}^{-1}$  yang mengidentifikasi *bending* Ti-O dalam oktahedral  $\text{TiO}_6$ , modus vibrasi pada  $566$  dan  $856\text{ cm}^{-1}$  merepresentasikan vibrasi *stretching* O-Ti-O dari oktahedral  $\text{TiO}_6$ , modus vibrasi  $336\text{ cm}^{-1}$  merupakan kombinasi dari *stretching* dan *bending*, dan modus vibrasi  $275$ ,  $543$  serta  $856\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya struktur perovskit (Golda, dkk., 2011).



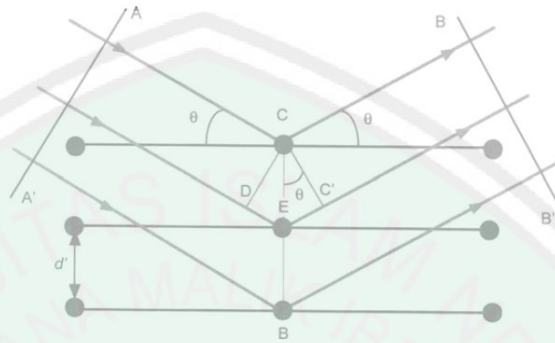
Gambar 2.10 Spektra Raman nanokristalin serbuk BIT (Golda, dkk., 2011).

## 2.4 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

### 2.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD digunakan untuk menentukan struktur kristal sampel. Metode difraksi sinar-X dapat menerangkan parameter kisi, jenis struktur, susunan atom yang berbeda pada kristal, adanya ketidaksempurnaan pada kristal, orientasi, butir-butir dan ukuran butir. Hamburan sinar-X dihasilkan jika suatu elektroda logam ditembakkan dengan elektron-elektron dengan kecepatan tinggi dalam tabung vakum. Suatu kristal dapat digunakan untuk mendifraksi berkas sinar-X

karena orde dari panjang gelombang sinar-X hampir sama atau lebih kecil dengan orde jarak antar atom dalam suatu kristal (Smallman dan Bishop, 1991).



Gambar 2.11 Difraksi sinar-X pada bidang kristal (Suryanarayana dan Norton 1988)

Interaksi sinar-X dengan sampel menghasilkan interferensi konstruktif (sinar terdifraksi) ketika kondisinya memenuhi hukum Bragg (Bunaciu, dkk., 2015):

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

dengan  $n$  adalah bilangan bulat,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X,  $d$  adalah jarak antarplanar menghasilkan difraksi, dan  $\theta$  adalah sudut difraksi. Hukum ini menghubungkan panjang gelombang radiasi elektromagnetik ke sudut difraksi dan jarak kisi dalam sampel kristal. Sinar-X yang terdifraksi ini kemudian dideteksi, diproses, dan dihitung. Dengan memindai sampel melalui kisaran sudut  $2\theta$ , semua kemungkinan arah difraksi dari kisi harus dicapai karena orientasi acak bahan serbuk. Konversi dari puncak difraksi untuk jarak ( $d$ ) memungkinkan identifikasi senyawa karena setiap senyawa memiliki jarak ( $d$ ) yang khas. Hal ini dicapai dengan perbandingan  $d$ -jarak dengan standar pola referensi (Bunaciu, dkk., 2015). Difraksi menurut pendekatan Bragg menganggap bahwa kristal terdiri dari lapisan-

lapisan atau bidang-bidang kaca semi transparan. Sinar-X sebenarnya tidak benar-benar dipantulkan, namun dihamburkan. Berdasarkan Gambar 2.11, sudut datang dan sudut hamburannya diasumsikan sama, sebesar  $\theta$ , dengan bidang atom (Suryanarayana dan Norton 1998).

#### 2.4.2 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

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

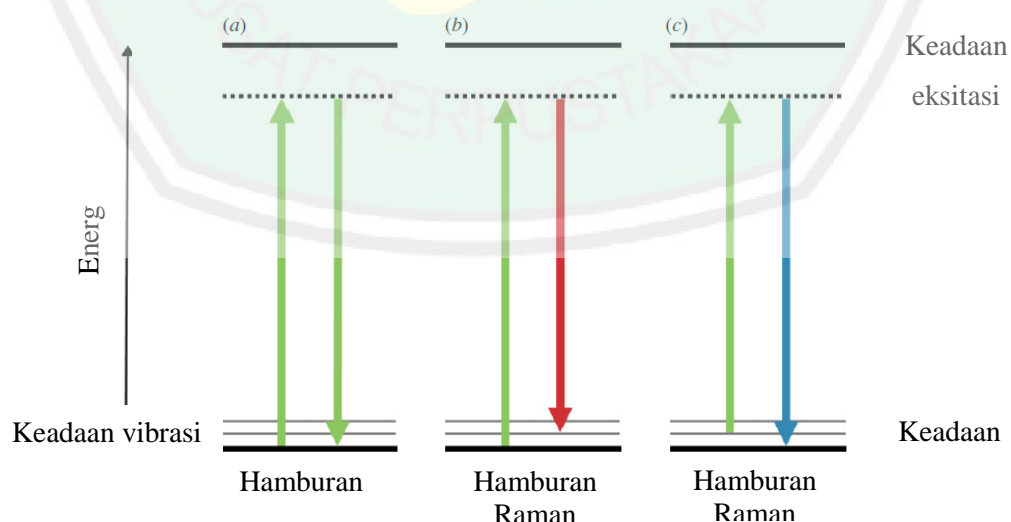
Sampel yang akan dianalisa menggunakan SEM akan diradiasikan dengan elektron yang telah difokuskan. Terdapat beberapa sinyal hasil radiasi antara elektron dengan materi sampel, diantaranya *secondary electron*, *backscattered electron*, *characteristic X-rays*, dan beberapa foton dengan energi yang berbeda beda. Sinyal-sinyal ini didapatkan dari emisi spesifik dari sampel yang digunakan untuk mempelajari beberapa sifat dari sampel, seperti topografi, kristalografi, komposisi, dan lain sebagainya (Hawkes, dkk., 1998).

*Secondary* dan *backscattered electrons* adalah yang paling banyak digunakan karena akan menghasilkan topografi dari material. Penampakan tiga dimensi dari gambar yang dihasilkan SEM dikarenakan besarnya medan elektron dari SEM yang

dihasilkan dari *secondary electron* dan *backscattered electrons*. Karakteristik sinar-*X* (*characteristic X-rays*) merupakan hasil emisi dari elektron yang ditembakkan ke sampel. Hasil dari karakteristik sinar-*X* adalah informasi kuantitatif maupun kualitatif dari elemen atau atom atom penyusun material (Hawkes, dkk., 1998).

### 2.4.3 Spektroskopi Raman

Spektroskopi raman merupakan spektroskopi yang berhubungan dengan vibrasi senyawa berdasarkan hamburan sinar. Sinar yang dihamburkan terdiri dari 2 jenis, yakni (a) hamburan Rayleigh yang kuat dan memiliki frekuensi yang sama dengan sumber sinar, dan (b) hamburan raman yang frekuensinya tidak sama dengan sumber sinar. Jenis hamburan raman jumlahnya sangat kecil, sehingga dibutuhkan sumber sinar dengan intensitas yang cukup tinggi, sehingga digunakanlah sinar laser (Ferraro, dkk., 2003). Jenis hamburan sinar diilustrasikan pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12 Hamburan stoke dan anti-stoke (Moura, dkk., 2016).

Sumber sinar dengan frekuensi tunggal akan berinteraksi dengan molekul dan mengubah awan elektron sehingga membentuk posisi *short-lived* atau dikenal dengan *virtual state*. Keadaan ini tidak stabil sehingga foton akan sesegera mungkin diradiasikan kembali (Smith dan Dent, 2005). Hamburan stoke merupakan hamburan yang memiliki frekuensi hamburan lebih kecil daripada frekuensi sinar datang sehingga menimbulkan transisi dari keadaan dasar rendah ( $m$ ) dan kembali ke keadaan yang lebih tinggi ( $n$ ). Hamburan anti-stoke merupakan hamburan yang memiliki frekuensi hamburan lebih besar daripada frekuensi sinar datang sehingga menimbulkan transisi dari keadaan dasar tinggi ( $n$ ) dan kembali ke keadaan dasar yang lebih rendah ( $m$ ) (Ozaki dan Sasic, 2014). Golda, dkk., 2014 melaporkan bahwa BIT memiliki modus vibrasi yang dirangkum pada Tabel 2.2.

Tabel. 2.2 Modus vibrasi molekul dalam senyawa BIT (Golda, dkk., 2011).

Modus vibrasi (cm <sup>-1</sup> )	Jenis modus vibrasi
275	<i>Bending</i> TiO <sub>6</sub>
336	<i>Bending-stretching</i> TiO <sub>6</sub>
566 dan 856	<i>Stretching</i> TiO <sub>6</sub>
275, 543 dan 856	Struktur perovskit

## 2.5 Hikmah dalam Setiap Ciptaan Allah SWT

Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu secara detil dan mengandung manfaat, tidak ada satu ciptaan Allah di dunia ini yang sia-sia. Jika manfaat ciptaan Allah tidak diketahui, bukan berarti sia-sia, melainkan keterbatasan akal manusia yang belum mampu menemukan hikmah dari ciptaan tersebut. Sebagaimana firman Allah dalam surah Shaad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۚ فَوَيْلٌ  
لِّلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ (٢٧)

*Artinya : “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka (QS. 38:27)”.*

Lafadz *باطلاً* bermakna main-main dan sia-sia, maksudnya segala ciptaan

Allah yang ada di langit dan di bumi serta yang ada di dalamnya mengandung hikmah dan rahasia yang berguna bagi kemaslahatan seluruh makhluk. Segala ciptaan Allah mengandung faidah baik yang diketahui maupun yang tidak diketahui manusia (al-Maroghi, 1974). Allah menciptakan langit dan bumi juga segala yang ada di antara keduanya dengan tata aturan yang begitu rapi, indah dan harmonis. Ini menunjukkan bahwa Allah tidak bermain-main, yakni tidak menciptakannya secara sia-sia tanpa arah dan tujuan yang benar (Shihab, 2003). Semua ciptaan Allah tak lain merupakan bukti kekuasaan-Nya (*Qudratullah*) (ath-Thabari, 2008). Hikmah penciptaan alam semesta ini tak lain adalah agar manusia beribadah dengan mengingat dan bersyukur kepada Allah sebagai realisasi dari iman dan taqwa. Beribadah kepada Allah meliputi ibadah hati, ibadah perkataan dan ibadah perbuatan sesuai dengan apa yang disyari’atkan (al-Qurthubi, 2009).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Desember 2017 - Juni 2018 yang bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Penelitian juga akan dilakukan di Laboratorium Instrumen Jurusan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya, dan Laboratorium Instrumen Institut Teknologi Bandung (ITB).

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan adalah: seperangkat alat gelas, mortar agate, krus alumina, tanur, seperangkat alat difraksi sinar-X (XRD), *scanning electron microscopy* (SEM) dan spektroskopi Raman.

##### **3.2.2 Bahan**

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (Aldrich, 99,9% serbuk),  $\text{TiO}_2$  (Aldrich, 99% serbuk anatase),  $\text{NaCl}$  (Aldrich, 99,5% serbuk), aseton (Aldrich, larutan), larutan  $\text{AgNO}_3$  (Aldrich, 2,5% larutan) dan aquades.

#### **3.3 Tahapan Penelitian**

Tahapan penelitian yang akan dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Sintesis BIT dengan metode lelehan garam

BIT disintesis dengan mencampurkan prekursor  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  dan  $\text{TiO}_2$  secara stoikiometrik dan dengan menggunakan variasi rasio mol  $\text{NaCl} : \text{BIT} = 4:1$ ,  $6:1$ ,  $8:1$  dan  $10:1$ . Sintesis dilakukan pada  $900^\circ\text{C}$  selama 6 jam.

2. Karakterisasi hasil sintesis dengan XRD

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan menentukan kristalinitas sampel. Pola difraksi sinar-X merepresentasikan intensitas puncak difraksi dengan fungsi dan sudut  $2\theta$ . Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar untuk mengetahui perubahan fasa setelah perlakuan.

3. Karakterisasi hasil sintesis dengan SEM

Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi material. Sampel yang telah dilapisi logam (emas atau platina) ditembak dengan elektron yang dipercepat, elektron yang mengenai sampel akan dihamburkan dan merepresentasikan morfologi sampel.

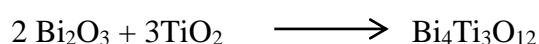
4. Karakterisasi hasil sintesis dengan spektroskopi Raman

Hasil sintesis BIT berupa serbuk dikarakterisasi dengan spektroskopi Raman untuk menentukan modus vibrasi khas pada molekul BIT.

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam

Prekursor yang terdiri dari 2 mol  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  dan 3 mol  $\text{TiO}_2$  ditimbang secara stoikiometri (untuk menghasilkan  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  sebanyak 4 gram) dengan komposisi ditampilkan pada Tabel 3.1. Persamaan reaksi sintesis BIT adalah:



Tabel 3.1. Massa prekursor dan garam NaCl yang dibutuhkan

Variasi Mol NaCl/Bi <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> O <sub>12</sub>	Massa Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (gram)	Mol TiO <sub>2</sub> (gram)	Mol NaCl (gram)
4:1	3,1816	0,8183	0,7989
6:1	3,1816	0,8183	1,1983
8:1	3,1816	0,8183	1,5976
10:1	3,1816	0,8183	1,9972

Pada tahap pertama prekursor Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan TiO<sub>2</sub> digerus dalam mortar agate selama 1 jam dengan ditambahkan aseton untuk menghomogenkan campuran. Kemudian campuran prekursor dipanaskan pada suhu 700°C selama 24 jam yang bertujuan untuk meningkatkan titik lelehnya.

Pada tahap kedua prekursor yang telah dipanaskan dicampurkan dengan garam NaCl dengan variasi konsentrasi yang ditampilkan pada Tabel 3.1. Campuran digerus dalam mortar agate selama 1 jam dan ditambahkan aseton. Kemudian ditempatkan pada krus alumina dan dipanaskan pada suhu 900°C masing-masing selama 6 jam (Marella, 2017 dan He, dkk., 2014). Setelah pemanasan sampel digerus dan dicuci beberapa kali dengan akuades panas untuk menghilangkan garamnya. Untuk mengidentifikasi garam NaCl maka diuji dengan menggunakan larutan AgNO<sub>3</sub>.

#### 3.4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan XRD

Sampel berupa serbuk dibuat pelet dan diletakkan dalam sampel holder, kemudian dilakukan pengukuran pada rentang  $2\theta(^{\circ}) = 10-90$ . Hasil XRD yang diperoleh akan dilakukan *refinement* dengan metode Le-Bail yang bertujuan untuk menentukan sistem kristalnya.

### 3.4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM

Sampel berupa serbuk dibuat pelet dan dilapisi dengan logam (emas atau platina) untuk memperbesar kontras antara preparat yang akan diamati dengan lingkungan sekitarnya. Sampel diletakkan pada *holder* dan dikarakterisasi dengan rentang perbesaran 3000-10000 kali. Hasil yang diperoleh akan dianalisa dengan menggunakan piranti lunak *Image-J*.

### 3.3.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Spektroskopi Raman

Serbuk BIT diletakkan pada sampel holder untuk dianalisis dengan menggunakan sinar laser berpanjang gelombang 532 nm dengan resolusi  $\sim 4 \text{ cm}^{-1}$  dan diukur pada rentang bilangan gelombang 50-1500  $\text{cm}^{-1}$ .

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

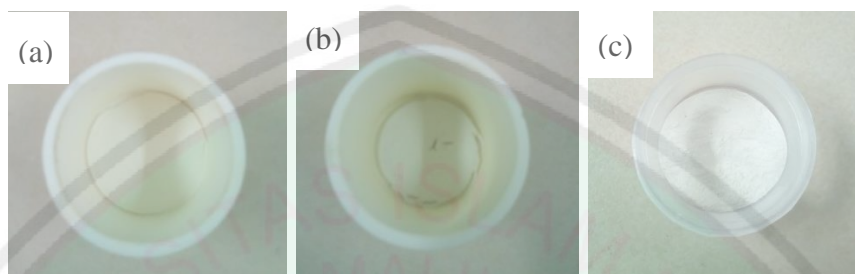
Dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) dengan menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl. Sintesis dilakukan pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 6 jam dengan rasio mol BIT dan NaCl yang digunakan adalah 1:4 ; 1:6 ; 1:8 dan 1:10. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan (a) teknik difraksi sinar-X untuk menentukan fasa BIT yang terbentuk, (b) spektroskopi Raman untuk mengetahui modus vibrasi dan (c) *scanning electron microscopy* (SEM) digunakan untuk melihat morfologi partikel.

#### 4.1 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam

Metode lelehan garam dapat memperbaiki morfologi partikel BIT karena meningkatkan laju difusi dari partikel sehingga terbentuk morfologi yang diinginkan. Prekursor  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  dan  $\text{TiO}_2$  (anatas) digerus dalam mortar agate untuk memaksimalkan kontak antar prekursor. Selama proses penggerusan juga ditambahkan aseton untuk meningkatkan homogenitas prekursor. Aseton digunakan karena tidak bereaksi dengan prekursor dan mudah dihilangkan karena dapat menguap pada suhu ruang.

Senyawa  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  meleleh pada suhu  $814^\circ\text{C}$ , sehingga sebelum disintesis pada suhu  $900^\circ\text{C}$  campuran prekursor ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$  dan  $\text{TiO}_2$ ) dikalsinasi pada suhu  $700^\circ\text{C}$  selama 24 jam untuk meminimalisir hilangnya senyawa  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . Prekursor yang telah dikalsinasi digerus kembali dengan penambahan garam variasi rasio mol BIT-NaCl (NaCl = 4, 6, 8 dan 10). Campuran dikalsinasi kembali pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 6 jam dengan laju suhu pendinginan diatur  $2^\circ\text{C}/\text{detik}$  untuk memaksimalkan proses

pertumbuhan kristal. Perubahan sampel sebelum dan setelah kalsinasi ditampilkan pada Gambar 4.1.



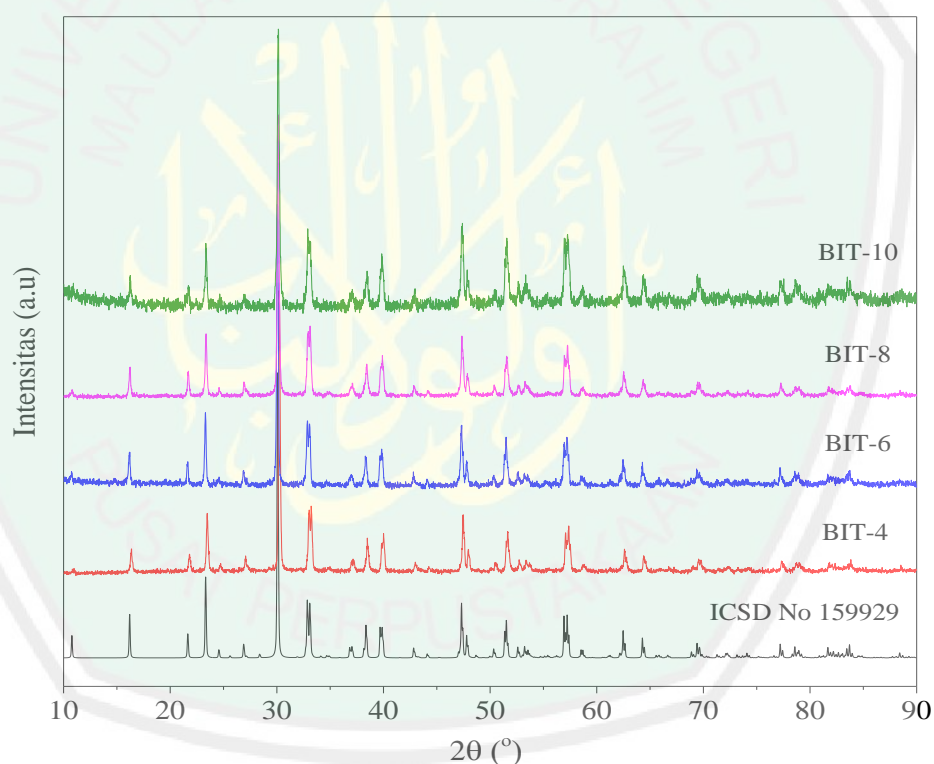
Gambar 4.1 Perubahan sampel (a) sebelum kalsinasi (b) setelah kalsinasi suhu  $900^{\circ}\text{C}$  dengan lelehan garam dan (c) setelah pencucian dengan akuades panas

Gambar 4.1 menunjukkan bahwa terjadi perubahan warna pada sampel sebelum dan setelah kalsinasi. Perubahan ini mengindikasikan bahwa terjadi reaksi selama proses pemanasan. Suhu tinggi akan melelehkan garam dan menyebabkan partikel prekursor larut dalam garam. Selama proses ini, terjadi kontak antaprekursor dan reaksi pembentukan senyawa BIT.

#### 4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan XRD

Sampel dianalisis dengan menggunakan teknik XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Pola difraksi sinar-X sampel BIT ditampilkan pada Gambar 4.2. Pola XRD menunjukkan bahwa puncak-puncak BIT hasil sintesis memiliki kemiripan dengan standar ICSD BIT 159929. Hal ini mengindikasikan bahwa senyawa yang terbentuk memiliki fasa tunggal dan tidak ditemukan impuritis. Perubahan rasio mol tidak mempengaruhi fasa BIT yang terbentuk. Seiring bertambahnya rasio mol, intensitas puncak yang dihasilkan semakin tinggi. BIT-10 menunjukkan

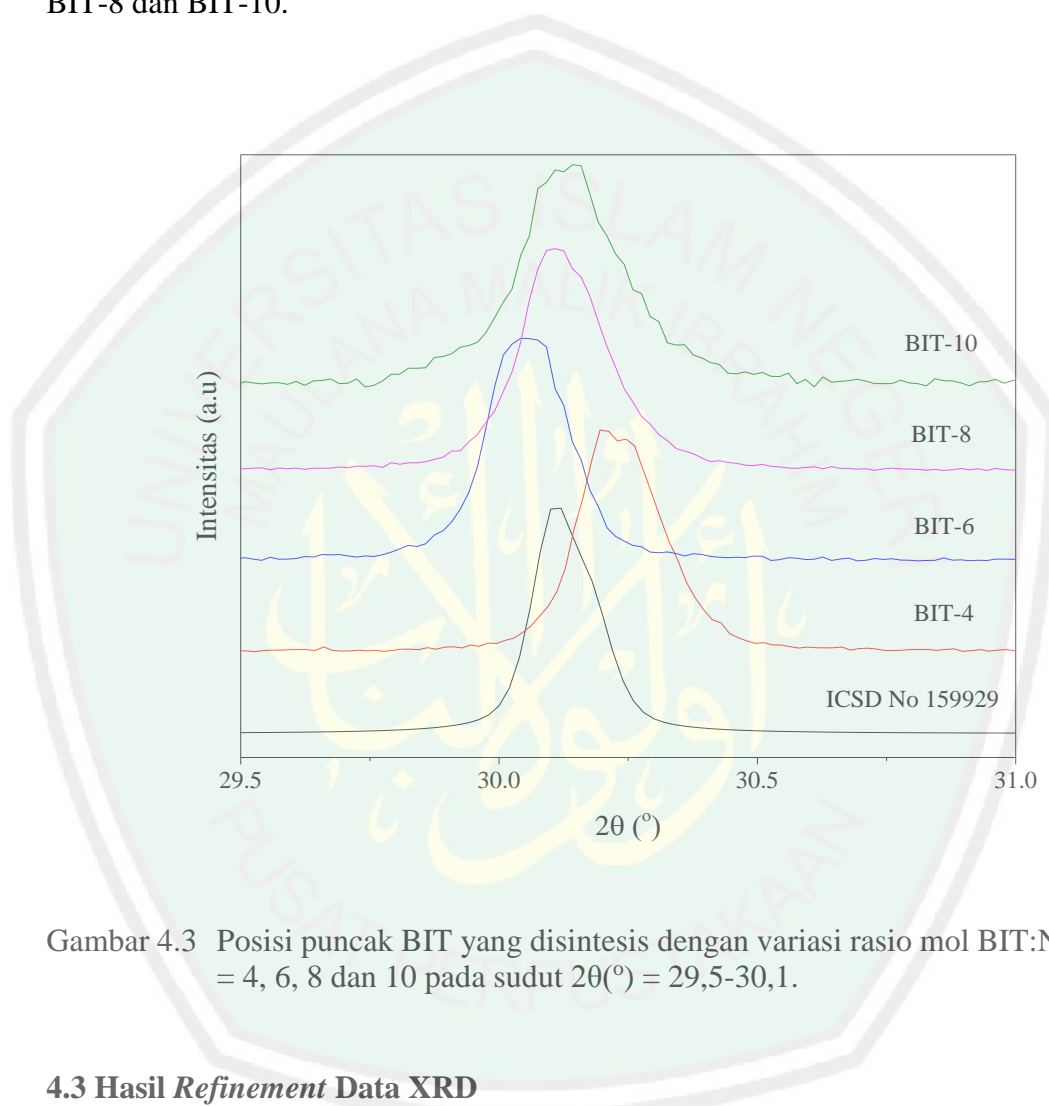
intensitas puncak dan *noise* yang lebih tinggi dibandingkan BIT hasil sintesis yang lain, namun data ini tidak menunjukkan peningkatan impuritis yang dikonfirmasi oleh hasil *refinement* dan *scanning electron microscopy* (SEM). Hasil penelitian Li, dkk. (2012) juga menunjukkan bahwa peningkatan rasio mol garam NaCl menyebabkan impuritis dari senyawa semakin berkurang. Hal ini karena lelehan garam memaksimalkan pertumbuhan kristal melalui proses difusi sehingga mengurangi terbentuknya agregat.



Gambar 4.2 Pola difraksi BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT:NaCl = 4, 6, 8 dan 10.

Padatan oksida logam memiliki kecenderungan untuk membentuk agregat, penggerusan dan pemanasan tidak dapat mencegah agregasi secara optimal. Lelehan garam berperan sebagai pelarut prekursor, di mana semakin banyak rasio garam proses difusi prekursor akan semakin mudah. Hal ini dapat meminimalisir

pembentukan agregat dan memaksimalkan pembentukan matriks BIT, sehingga impuritis berkurang seiring dengan peningkatan rasio garam. Peningkatan rasio garam juga meningkatkan kesesuaian puncak dengan standar yang ditunjukkan oleh BIT-8 dan BIT-10.



Gambar 4.3 Posisi puncak BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT:NaCl = 4, 6, 8 dan 10 pada sudut  $2\theta(^{\circ}) = 29,5-30,1$ .

#### 4.3 Hasil *Refinement* Data XRD

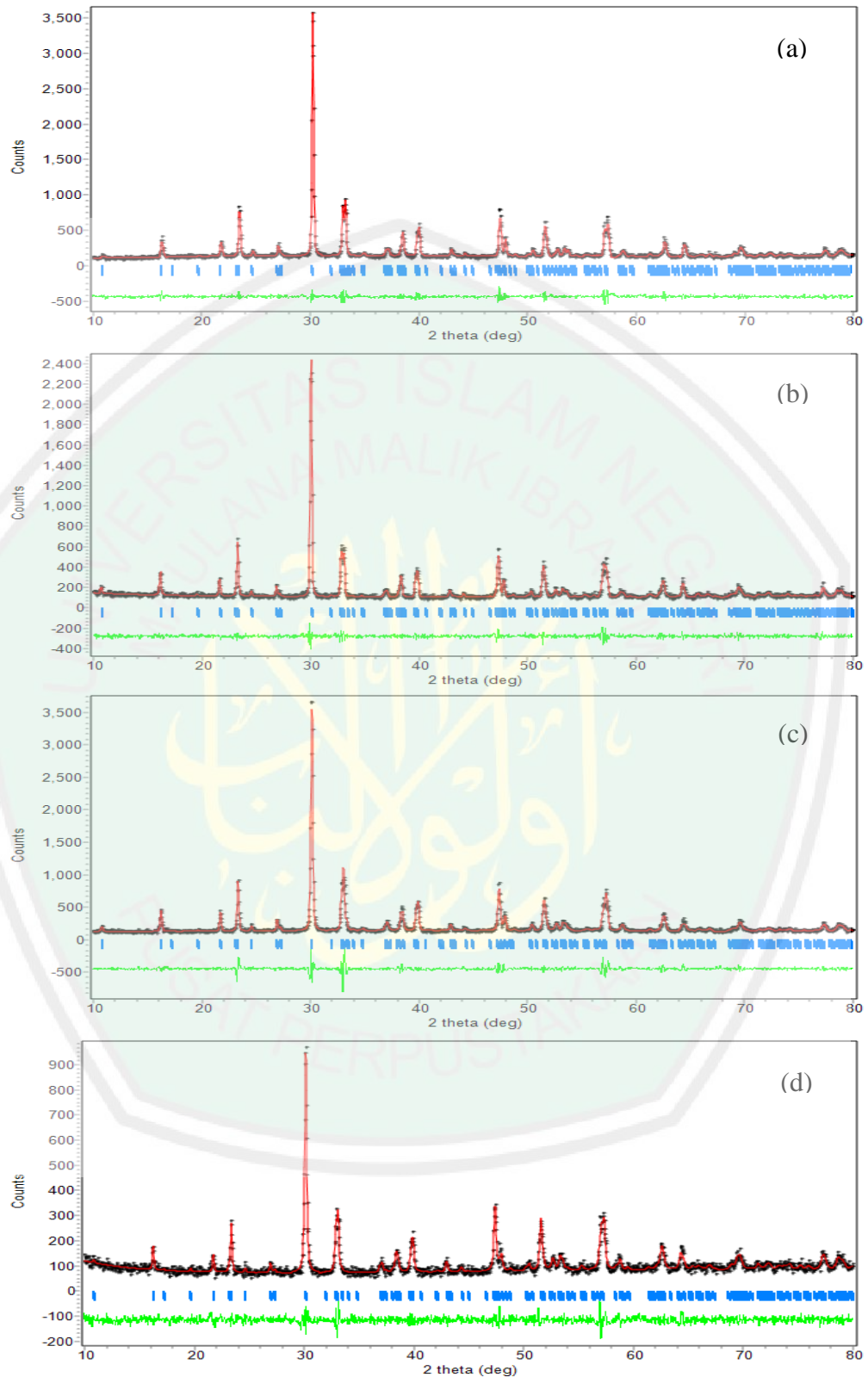
Hasil yang diperoleh dari data XRD selanjutnya dilakukan *refinement* untuk memperoleh informasi data kristalografi. Proses *refinement* menggunakan data standar ICSD BIT 159929 yang memiliki sistem kristal ortorombik dan grup ruang  $B2cb$  dengan panjang sisi  $a=5,4370$   $b=5,4260$  dan  $c=32,6833$ . Dari standar tersebut BIT tidak menunjukkan perubahan struktur dari sistem kristalnya. Senyawa BIT hasil sintesis memiliki nilai  $R_p$  (%) di bawah 10. Semakin kecil nilai  $R_p$  (%) dan  $R_{wp}$

(%) menunjukkan tingkat kecocokan dengan standar semakin tinggi. Peningkatan rasio mol garam menyebabkan perubahan panjang sisi dari struktur BIT, hal ini tampak dari perbedaan panjang sisi  $a$ ,  $b$  dan  $c$  pada setiap rasio mol. Panjang sisi sebanding dengan volume sel, namun nilai ini tidak merefleksikan ukuran partikel. Data kristalografi BIT hasil sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Parameter sel BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT:NaCl = 4, 6, 8 dan 10

Parameter	Data Kristalografi			
	BIT-4	BIT-6	BIT-8	BIT-10
Sistem Kristal	Ortorombik	Ortorombik	Ortorombik	Ortorombik
Grup Ruang	B2cb	B2cb	B2cb	B2cb
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4	4	4	4
Panjang a	5,4296	5,2330	5,4420	5,4370
Panjang b	5,3881	5,2180	5,4260	5,4260
Panjang c	32,5981	31,5738	32,6833	32,6833
Volume Sel (V)	971,1604	858,0189	965,0821	964,1954
$R_p$ (%)	7,27	7,28	8,26	8,50
$R_{wp}$ (%)	7,28	7,75	11,60	10,22
$GoF$ ( $X^2$ )	0,3468	0,2478	0,9956	0,1585

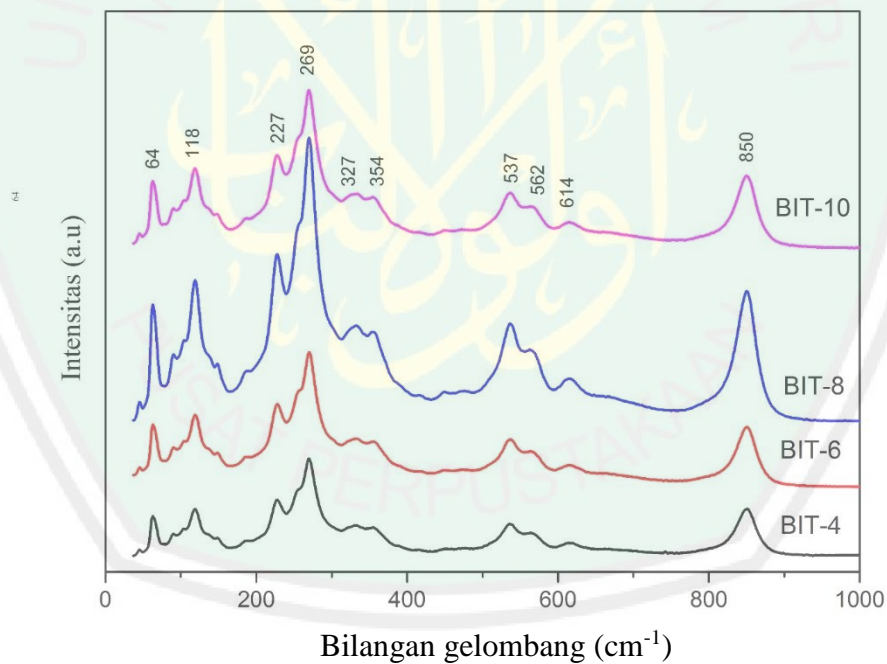
Plot perhitungan rietica terhadap puncak-puncak BIT ditampilkan pada Gambar 4.4. Titik hitam menunjukkan puncak yang dihasilkan sampel, garis merah menunjukkan puncak hasil perhitungan *Rietica*, garis hijau menunjukkan kecocokan antara sampel dan perhitungan *Rietica*, dan garis biru melambangkan puncak-puncak yang seharusnya ada dalam sampel BIT.



Gambar 4.4 Plot *refinement* data XRD BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT:NaCl = 4, 6, 8 dan 10 (a) BIT-4 (b) BIT-6 (c) BIT-8 dan (d) BIT-10 dengan metode Le-Bail.

#### 4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Spektrofotometer Raman

Karakterisasi dengan spektra Raman dilakukan untuk mengidentifikasi modus vibrasi senyawa BIT. Spektra Raman senyawa BIT ditampilkan pada Gambar 4.5. Identifikasi spektra Raman  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  merupakan modus eksternal dan internal dari unit perovskit  $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]$  dan lapis bismut  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ . Gambar 4.5 menunjukkan bahwa spektra Raman BIT hasil sintesis memiliki kesesuaian dengan hasil penelitian Golda, dkk. (2011) dan Ranieri, dkk. (2013) dan tidak ditemukan modus vibrasi senyawa lain yang mengindikasikan tidak terbentuk senyawa pengotor.



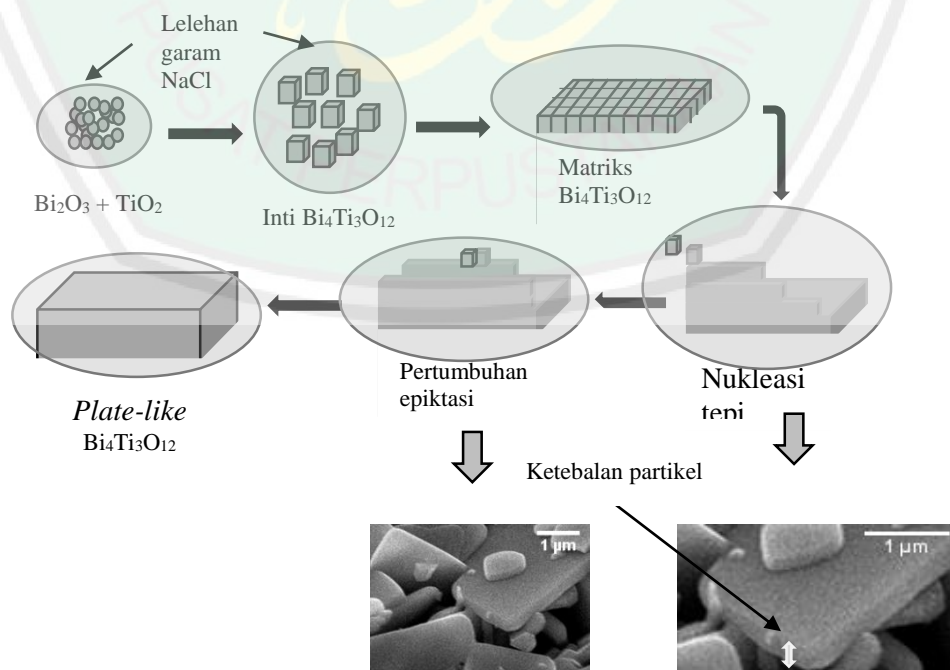
Gambar 4.5 Spektra Raman Senyawa BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol  $\text{BIT}:\text{NaCl} = 4, 6, 8$  dan  $10$ .

Table 4.2 Modus vibrasi khas dalam senyawa BIT (Golda, dkk., (2011), Ranieri, dkk., (2013), dan Jeon, dkk (2006))

Modus vibrasi ( $\text{cm}^{-1}$ )	Jenis modus vibrasi
64	Vibrasi lapis bismuth dengan lapis perovskit
118	Pergantian kation A
227	<i>Bending O-Ti-O</i>
269 dan 614	<i>Bending TiO<sub>6</sub></i>
327 dan 354	<i>Bending-stretching TiO<sub>6</sub></i>
537, 562 dan 850	<i>Stretching TiO<sub>6</sub></i>

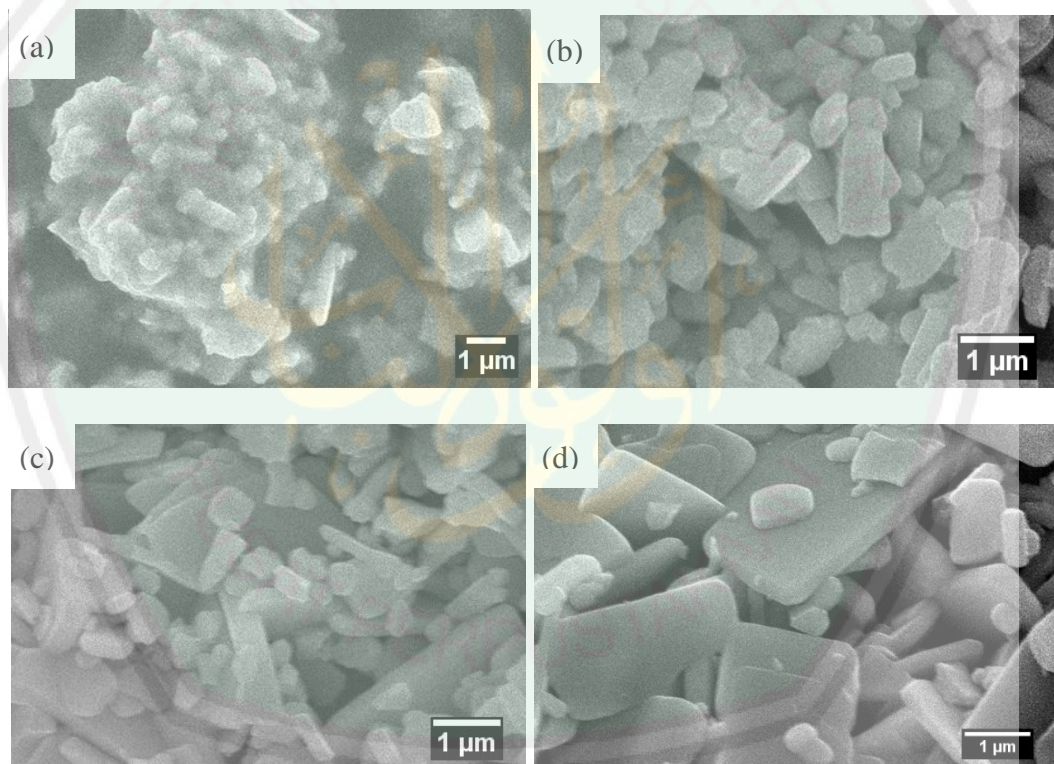
#### 4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan SEM

Morfologi partikel BIT karakterisasi dengan SEM ditampilkan pada Gambar 4.5 dan menunjukkan bahwa morfologi partikel mempunyai bentuk *plate-like*. Li, dkk. (2016) menyatakan bahwa pembentukan partikel dengan metode lelehan garam terjadi melalui dua tahap utama yaitu nukleasi dan tahap lanjutan. Tahap nukleasi terjadi ketika prekursor saling bereaksi dalam lelehan garam, sedangkan tahap lanjutan merupakan tahap pertumbuhan kristal, di mana inti kristal bergabung membentuk matriks dengan ukuran yang lebih besar.



Gambar 4.6 Mekanisme pembentukan *plate-like* dengan metode lelehan garam (Zhao, dkk., 2014 yang telah dimodifikasi)

Jumlah garam yang tinggi menyebabkan kelarutan prekursor dalam garam meningkat dan ukuran partikel terlarut semakin kecil. Kondisi ini meningkatkan kejenuhan prekursor dalam garam dan inti kristal berdifusi pada tepi matriks sehingga ketebalan meningkat. Seiring berlangsungnya proses pembentukan matriks, jumlah partikel kecil berkurang dan tingkat kejenuhan mulai menurun. Proses selanjutnya yaitu pembentukan permukaan matriks yang mempengaruhi morfologi partikel (Zhao, dkk., 2014).



Gambar 4.7 Morfologi *plate-like* BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT:NaCl = 4, 6, 8 dan 10 (a) BIT-4, (b) BIT-6, (c) BIT-8 dan (d) BIT-10.

Lelehan garam berperan dalam pembentukan partikel *plate-like* pada proses pertumbuhan kristal. Morfologi partikel BIT ditampilkan pada Gambar 4.5. *Plate-like* BIT-4 telah terbentuk dengan ukuran yang kecil dan acak (Gambar 4.5 a), dan

kemudian ukuran partikel mulai tampak seragam pada BIT-6 (Gambar 4.5 b) dan pada BIT-8 ukurannya semakin bertambah (Gambar 4.5 c). Morfologi *plate-like* BIT terbaik ditunjukkan oleh BIT-10 (Gambar 4.5 d) dengan batas tepi yang jelas serta bentuk *plate-like* yang sempurna.

#### 4.6 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam Perspektif Islam

Allah SWT telah berfirman dalam surah ali Imran ayat 190-191 dan surah shaad ayat 27 bahwa semua ciptaan-Nya memiliki maksud dan tujuan. Semua ciptaan Allah menunjukkan bukti *uluhiyah* dan *rububiyah* atas segala makhluk-Nya. Syaikh Abu Bakar Jabir menjelaskan bahwa bukti-bukti kekuasaan Allah tak terbantahkan melalui penciptaan langit dan bumi serta perbedaan siang dan malam baik meliputi panjang pendeknya waktu, keadaan gelap terang dan pergantian antara keduanya. Semuanya berlangsung secara teratur dan sistematis sesuai dengan *sunnatullah*.

BIT merupakan salah satu bukti pemanfaatan ayat di atas dalam skala mikroskopis, strukturnya yang teratur antara lapis bismut dan lapis perovskit membuatnya memiliki sifat feroelektrik, piezoelektrik dan kemampuan fotokatalitik yang baik. Mahasuci Allah yang telah mendesain struktur kristal yang rapi dan teratur dalam skala atomik, di mana sifat dari sebuah material dipengaruhi oleh struktur atom-atom penyusunnya. Penelitian tentang senyawa BIT merupakan salah satu upaya mendekatkan diri kepada Allah dengan cara *bertafakur* melalui ciptaan-Nya. Dengan memikirkan penciptaan alam raya, seorang mukmin dapat lebih memahami kebesaran Allah dan menyukuri karunia yang telah Allah berikan.

Segala ciptaan Allah di langit dan di bumi memiliki hikmah dan tujuan masing-masing. Syaikh Asy-syanqithi menjelaskan dalam tafsir *adhwa'ul bayan*

bahwa Allah tidak menciptakan segala sesuatu dalam keadaan *bathil* dan senda gurau, melainkan karena perkara besar yakni pahala, siksa, perhitungan dan pembalasan. Hanya orang-orang kafir yang beranggapan bahwa jagat raya diciptakan tanpa hikmah, padahal Allah telah menegaskan bahwa manusia tidak dibiarkan sia-sia. Segala amal perbuatan baik besar maupun kecil, banyak maupun sedikit akan diperhitungkan dan dibalas sesuai ganjarannya (al-Maraghi, 1974). Maka salah satu orang yang beruntung adalah orang yang *ulul albab*, yaitu orang mukmin yang senantiasa *bertafakur* terhadap ciptaan Allah dalam segala kondisi.



## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Senyawa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (BIT) telah disintesis dari prekursor  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  dan  $\text{TiO}_2$  (anatas) dengan metode lelehan garam  $\text{NaCl}$ . Peningkatan rasio mol BIT-4, BIT-6, BIT-8 dan BIT-10 tidak mempengaruhi struktur senyawa yang terbentuk. Data spektra Raman juga menunjukkan modus vibrasi khas dari senyawa BIT. Morfologi partikel yang ditampilkan oleh data *scanning electron microscopy* (SEM) menunjukkan bahwa morfologi partikel yang terbentuk adalah *plate-like* dan ukuran partikel semakin meningkat seiring dengan kenaikan rasio mol.

#### 5.2 Saran

Saran untuk penelitian ini ke depan antara lain:

1. Dilakukan penambahan aplikasi senyawa BIT sebagai material feroelektrik, piezoelektrik atau fotokatatalis.
2. Dilakukan pengukuran ketebalan partikel dan menggunakan variasi rasio garam yang lebih tinggi untuk mengetahui ukuran maksimal partikel BIT yang terbentuk dengan metode lelehan garam.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah bin Muhammad bin Abdurahman bin Isyqal Al-Sheikh. 2004. *Terjemah Tafsir Ibnu Katsir Jilid 2*. Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Al-Jazairi, Syaikh Abu Bakar Jabir. 2009. *Terjemah Tafsir Al-Qur'an Al-Aisar*. Jakarta: Darus Sunnah.
- Al-Maroghi, Ahmad Musthofa. 1974. *Terjemah Tafsir Al-Maroghi*. Semarang: Penerbit CV. Toha Putra.
- Al-Qurthubi, Syaikh Imam. 2009. *Terjemah Tafsir Al Jami' li Ahkaam Al Qur'an*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Arendt, R.H., Rosolowski, J.H., & Szymaszek, J.W. 1979. Lead Zirconate Titanate Ceramics from Molten Salt Solvent Synthesized Powders. *Materials Research Bulletin*, 14(5): 703-709.
- Arifianto, M.F.T. dan Rosyidah, A. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Aurivillius Lapis Dua  $\text{CaBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$  dan Aurivillius Lapis Dua  $\text{BaBi}_2\text{NbTaO}_9$  dengan Metode Solid State, *Jurnal Sains POMITS*, 1(1): 1-6.
- Asy-Syanqithi, Syaikh. 2006. *Terjemah Tafsir Adhwa'ul Bayan*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Ath-Thabari, Abu Ja'far Muhammad bin Jarir. 2008. *Terjemah Tafsir Jami' Al Bayan an Ta'wil Ayi Al Qur'an*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Aurivillius, B. 1949. Mixed Bismuth Oxide with Layer Lattices: I The Structure Type of  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ , *Arkiv Kemi Band I*, 58, 499-512.
- Bunaciu, A.A., Udristioiu, E.G., dan Enein, H.Y.A. 2015. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications, *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 45, 289-299.
- Bencan, A., Boullay, P., Mercurio, J.P. 2004. Characterisation of  $\text{BaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ , Powders and Thin Films Prepared by a Solution Synthesis Technique, *Journal Solid State Sciences*, 6: 547-551.
- Borg, S., Svensson, G., dan Bovin, J.O. 2002. Structure Study of  $\text{Bi}_{2,5}\text{Na}_{0,5}\text{Ta}_2\text{O}_9$  dan  $\text{Bi}_{2,5}\text{Na}_{m-1,5}\text{Nb}_m\text{O}_{3m+3}$  ( $m=2-4$ ) by Neutron Powder Diffraction and Electron Microscopy, *Journal Solid State Chemistry*, 167: 86-96.
- Chenjie, G. dan Zhang, C.S. 2011. Molten Salt Synthesis of Anisotropic  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Particles, *Advanced Materials Research*, 284-286: 1452-1455.

- Ferraro, J.R., Nakamoto, K., dan Brown C.W. 2003. *Introductory Raman Spectroscopy. Direct (Second Edition)*. London: Academic Press
- Golda, R. Anlin a, A. Marikani b,\* , D. 2011. Pathinettam Padiyan Mechanical synthesis and characterization of  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  nanopowders. *Ceramic International*, 37: 3731–3735
- Goldstein, J., Lyman, C.E., Newbury, D.E., dan Joy, D.C. 2003. *Scanning Electron Microscopy (Third Edition)*. New York: Springer Science + Business Media New York.
- Hawkes, E.P.W., Board, E., Siegman, A.L.S.A.E., dan Lotsch, M.E.H.K.V. 1998. *Springers Series in Optical Sciences, (45)*. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- He, H., Yin, L., Li, Y., Zhang, Y., Qiu, H., Xu, J., Xu, T. dan Wang, C. 2014. Nanosheet Dominated with {001} Facets Toward Enhanced Visible-light-driven Photocatalytic Activities, *Applied Catalysis*, 156-157: 35-43.
- Jardiel, T., Caballero, A.C., dan Villegas, M. 2008. Aurivilius ceramics:  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -based piezoelectric, *Journal of Ceramic Society of Japan*, 116(4): 511-518.
- Jeon, M.K., Kim, Y.I., Nahm, S.H., dan Woo, I. 2006. Crystal Structure of  $\text{Bi}_{4-x}\text{Ce}_x\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  ( $x = 0, 0.25, 0.5$  dan  $0.75$ ) Studied by Raman Spectroscopy and Neutron Powder Diffraction, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 39:5080-5085.
- Kan, Y., Jin, X., Wang, P., Li, Y., Cheng, Y.B., Yan, D. 2003. Anisotropic Grain Growth of  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  in Molten Salt Fluxes, *Material Research Bulletin*, 38: 567-576.
- Kikuchihara, A., Sakurai, F., dan Kimura, T. 2012. Preparation of Platelike  $\text{NaNbO}_3$  Particles by Single-Step Molten Salt Synthesis, *Journal American Ceramic Society*, 1-7.
- Kimura, T., Yoshida, Y. 2006. Origin of Texture Development in Barium Bismuth Titanate Prepared by the Templated Grain Growth Method, *Journal of the American Ceramic Society*, 89(8): 869-874.
- Lazarevi, Z. Ž., Rom, N. Ž., Todorovi, M., Stojanovi, B. D. 2007. Structural and Ferroelectrical Properties of Bismuth Titanate Ceramic Powders Prepared by Mechanically Assisted Synthesis. *Science of Sintering*, 39: 177–184.
- Li, B.M., Liu, X.T., Chen, P.L., dan Zheng, Y.S. 2012. Effect of Salt Species on Characterization of  $\text{Bi}_3\text{NbTiO}_9$  Powders Prepared by Molten Salt Method. *Ceramic International*, 38: 105-110.
- Li, L., Deng, J., Chen, J., dan Xing, X. 2016. Topochemical Molten Salt Synthesis for Functional Perovskite Compounds, *Chemical Science*.

- Marella, S. D. 2017. Sintesis Senyawa Aurivillius dengan Metode Lelehan Garam, *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Moon, S.Y., Choi, K.S., Jung, K.W., Lee, H., dan Jung, D. 2002. Ferroelectric Properties of Substituted Aurivillius Phases  $\text{SrBi}_2\text{Nb}_{2-x}\text{Mn}_x\text{O}_9$  (M=Cr,Mo), *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 23(10): 1463-1466.
- Moura, C.C., Tare, R.S., dan Offero, R.O.C. 2016. Raman Spectroscopy and Coherent Anti-Stokes Raman Scattering Imaging: Prospective Tools for Monitoring Skeletal Cells and Skeletal Regeneration, *The Royal Society*.
- Ozaki, Y., dan Sasic, S. 2008. *Pharmaceutical Application of Raman Spectroscopy*. New Jersey: John Wiley & Sons.
- Ranieri, M.G.A., Anguiar, E.E., Cilense, M., Simoes, A.Z., Varela, J.A. 2013. Synthesis of Bismuth Titanate Templates Obtained by The Molten Salt Method, *Ceramic International*, 39: 7291-7296.
- Rizal, M., dan Ismunandar. 2007. *Sintesis dengan Hidrotermal dan Karakterisasi Senyawa Berstruktur Aurivillius  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$* . Bandung: ITB. 44-48.
- Rojero, M.G.N., Romero, J.J., Marcos, F.R., Fernandez, J.F. 2010. Intermediate Phases Formation During the Synthesis of  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  by Solid State Reaction, *Ceramic International*, 36: 1319-1325.
- Rosyidah, A. dan A.R, Noviyanti. 2008. Synthesis and Ferroelectric Properties of  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Aurivillius Phase, *Proceeding of the International Seminar on Chemistry*, Jatinangor-Bandung, 487-490.
- Saito, Y. & Takao, H. 2007. Synthesis of Polycrystalline Plate-like  $\text{KNbO}_3$  Particles by the Topochemical Micro-Crystal Conversion Method and Fabrication of Grain-Oriented  $(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$  Ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 27(13-15): 745-751.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an Volume 7*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Quraish. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an Volume 12*. Jakarta: Lentera Hati.
- Smallman, R., & Bishop, R. 1999. *Modern Physics Metallurgy and Materials Engineering*. Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Smith, E., dan Dent, G. 2005. *Modern Raman Spectroscopy - a Practical Approach*. Chichester: John Wiley & Sons.
- Suryanarayana, C., dan M. Grant Norton. 1988. *X-Ray Diffraction : A Practical Approach*. Plenum Press. New York dan London.

- Umam, J., dan Afifah R. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  dengan Metode Solid State, *Jurnal Sains dan Seni PORMITS* 2(1): 2337-3520.
- Wanmei, S., Haiyang, YU., Shijun, L., Lili, W. 2009. Preparation and Characterization of  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Platelets by a Novel Low-temperature Molten Salt System, *Journal of Wuhan University of Tecnology-Mater.*
- Zhang, C.S. dan Guo, C.J. 2011. Synthesis of Plate-like templete  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Particles and Properties, *Advanced Materials Research*, 239-242, 2170-2173.
- Zhao, Z., Li, X., Ji, H., dan Deng, M. 2014. Fomation Mechanism of Plate-like  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Particles in Molten Salt Fluxes, *Integrated Ferroelectrics*, 154(1): 154-158.
- Zhou, H., Mao, Y., dan Wong, S.S. 2007. Probing Structure-Parameter Correlation in the Molten Salt Synthesis of  $\text{BaZrO}_3$  Perovskite Submicrometer-Sized Particles, *Chemistry of Matterials*, 19(22): 5238-5249.
- Zulianingsih, N. 2012. Analisa Pengaruh Jumlah Lapisan Tipis BZT yang ditumbuhkan dengan Metode Sol Gel terhadap Ketebalan dan Sifat Listrik (Kurva Histerisis). Surakarta: Universitas Sebelas Maret.

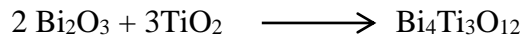
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Skema Kerja Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam



## Lampiran 2. Perhitungan Rasio Mol BIT:NaCl

Persamaan reaksi:



$$n \text{Bi}_2\text{O}_3 \approx n \text{TiO}_2 \approx n \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$$

$$n \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{4 \text{ g}}{1171,62 \text{ g/mol}} = 3,414 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$n \text{Bi}_2\text{O}_3 = 2 \times 3,414 \times 10^{-3} \text{ mol} = 6,828 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$n \text{TiO}_2 = 3 \times 3,414 \times 10^{-3} \text{ mol} = 10,242 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

Massa prekursor yang dibutuhkan

$$\text{Massa Bi}_2\text{O}_3 = n \times \text{Mr} = 6,828 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 465,96 \text{ g/mol} = 3,18157488 \text{ g}$$

$$\text{Massa TiO}_2 = n \times \text{Mr} = 10,242 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 79,9 \text{ g/mol} = 0,8183358 \text{ g}$$

Massa garam NaCl ( $n \times \text{Mr. NaCl}$ )

$$\text{Rasio mol NaCl:BIT} = 4:1 = (4 \times 3,414 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times 58,5 \text{ g/mol} = 0,798876 \text{ g}$$

$$\text{Rasio mol NaCl:BIT} = 6:1 = (6 \times 3,414 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times 58,5 \text{ g/mol} = 1,198314 \text{ g}$$

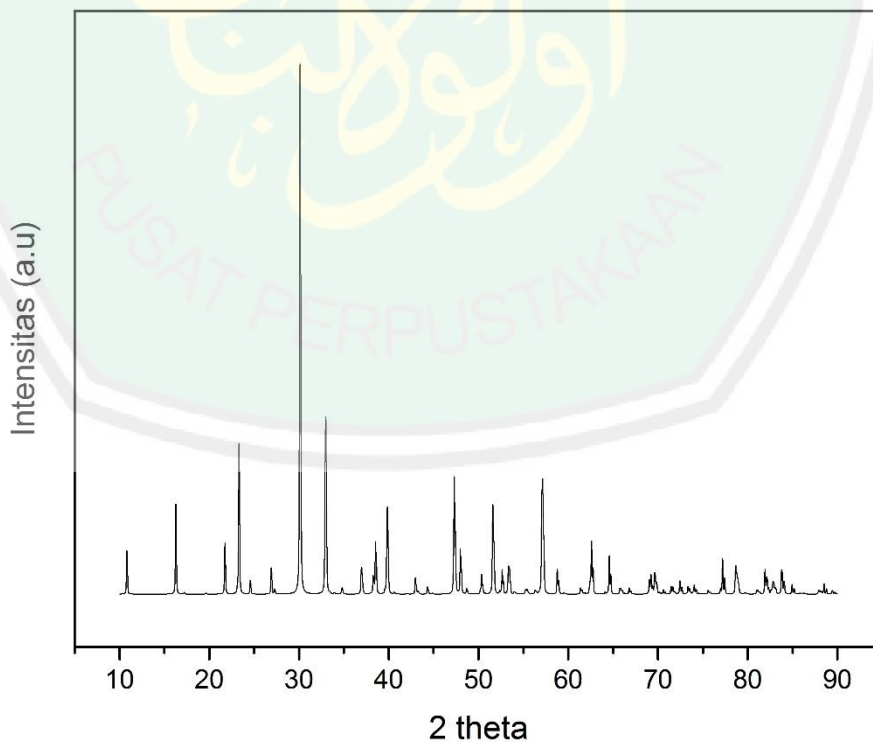
$$\text{Rasio mol NaCl:BIT} = 8:1 = (8 \times 3,414 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times 58,5 \text{ g/mol} = 1,597752 \text{ g}$$

$$\text{Rasio mol NaCl:BIT} = 10:1 = (10 \times 3,414 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times 58,5 \text{ g/mol} = 1,99719 \text{ g}$$

### Lampiran 3. Data Standar XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

#### L.3.1 Standar ICSD. No. 159929

Database_code_ICSD	159929
Audit_creation_date	2008/08/01
Chemical_name_systematic	'Tetrabismuth Trititanate'
Chemical_formula_structural	' $\text{Bi}_4 (\text{Ti}_3 \text{O}_{12})$ '
Chemical_formula_sum	' $\text{Bi}_4 \text{O}_{12} \text{Ti}_3$ '
Publ_section_title	Phase stability in ferroelectric bismuth titanate: a first-principles study
Cell_length_a	5.4370
Cell_length_b	5.4260
Cell_length_c	32.6833
Cell_angle_alpha	90.
Cell_angle_beta	90.
Cell_angle_gamma	90.
Cell_volume	964.2
Cell_formula_units_Z	4
Symmetry_space_group_name_H-M	' $B 2 c b'$ '



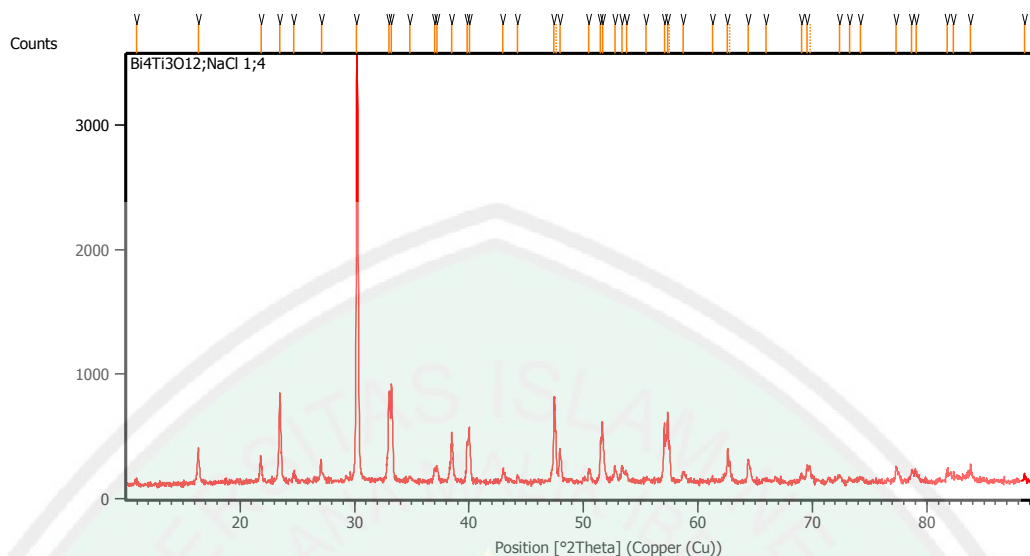
Gambar L.3.1 Standar ICSD  $\text{Bi}_4\text{O}_{12}\text{Ti}_3$  No. 159929

## L.4.1 Data XRD BIT-4

### L.4.1.1 Measurement Conditions:

Dataset Name	Bi4Ti3O12;NaCl 1;4
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
	2018\Januari\Nurul\Bi4Ti3O12;NaCl 1;4\Bi4Ti3O12;NaCl 1;4.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta);
Mini	
Measurement Date / Time	1/26/2018 6:37:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	10.0084
End Position [°2Th.]	89.9764
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

## L.4.1.2 Main Graphics, Analyze View



Gambar L.4.1.2 Difraktogram BIT-4

## L.4.1.3 Peak List:

Tabel L.4.1.3 Puncak-puncak XRD BIT-4

Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
10.9298	30.26	0.2676	8.09504	0.94
16.3720	279.20	0.1171	5.41439	8.64
21.8208	208.38	0.0669	4.07313	6.45
23.4728	711.14	0.1506	3.79007	22.00
24.6947	67.43	0.1673	3.60524	2.09
27.0936	142.61	0.1171	3.29124	4.41
30.1885	3232.83	0.1004	2.96050	100.00
32.9787	663.96	0.0669	2.71612	20.54
33.2354	782.25	0.1004	2.69573	24.20
34.8570	32.55	0.3346	2.57395	1.01
36.9819	110.37	0.1004	2.43079	3.41
37.2115	116.97	0.1338	2.41632	3.62
38.4746	314.69	0.0669	2.33985	9.73
39.8170	336.66	0.0669	2.26400	10.41
40.0240	421.12	0.0669	2.25277	13.03
42.9748	105.80	0.2007	2.10468	3.27
44.2372	47.93	0.2007	2.04751	1.48
47.4405	679.46	0.1224	1.91487	21.02
47.6019	397.42	0.0612	1.91350	12.29
47.9472	260.55	0.1428	1.89581	8.06
50.4730	94.62	0.2448	1.80670	2.93
51.5010	316.15	0.0816	1.77303	9.78

51.6523	481.99	0.1020	1.76819	14.91
52.7358	124.55	0.1632	1.73439	3.85
53.3696	127.93	0.1224	1.71528	3.96
53.7542	81.83	0.2448	1.70391	2.53
55.4793	23.83	0.4896	1.65494	0.74
57.0693	463.29	0.1224	1.61255	14.33
57.3647	554.47	0.1020	1.60495	17.15
57.5255	303.89	0.0816	1.60482	9.40
58.7390	74.41	0.4080	1.57063	2.30
61.2623	29.31	0.2448	1.51185	0.91
62.5943	258.90	0.1224	1.48284	8.01
62.7800	160.47	0.1020	1.48257	4.96
64.3993	173.91	0.1632	1.44556	5.38
65.9571	22.42	0.5712	1.41514	0.69
69.0349	51.69	0.2448	1.35937	1.60
69.5367	132.88	0.1632	1.35079	4.11
69.7926	128.62	0.1224	1.34980	3.98
72.3503	54.09	0.3264	1.30503	1.67
73.2473	37.19	0.3264	1.29124	1.15
74.1806	29.88	0.6528	1.27729	0.92
77.3390	119.65	0.1224	1.23282	3.70
78.6975	99.78	0.1632	1.21491	3.09
79.0477	81.48	0.2040	1.21040	2.52
81.7937	94.40	0.1632	1.17657	2.92
82.3277	70.08	0.1224	1.17028	2.17
83.8266	142.35	0.0612	1.15313	4.40
88.5196	47.30	0.2040	1.10372	1.46

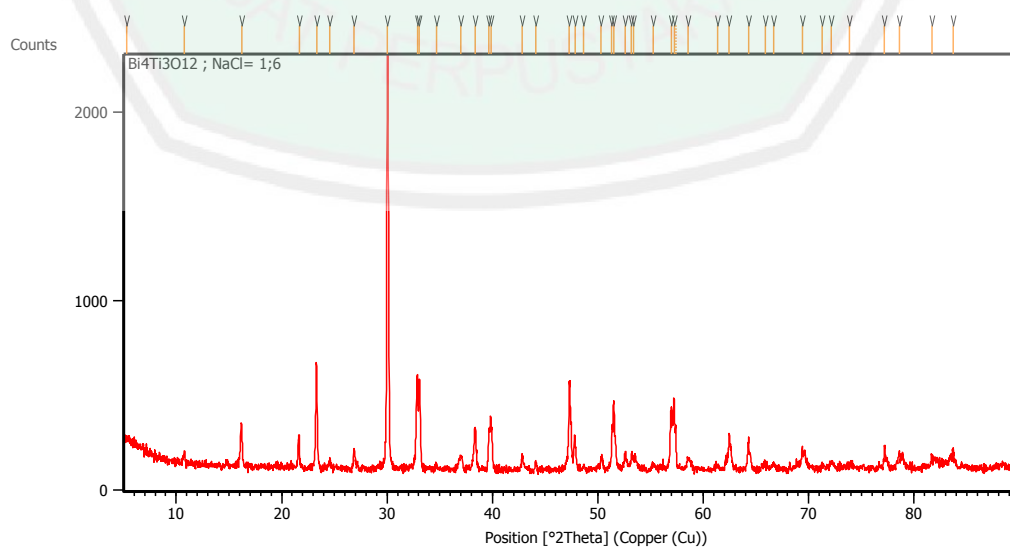
#### L.4.2 Data XRD BIT-6

##### L.4.2.1 Measurement Conditions:

Dataset Name Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> ; NaCl= 1;6  
 File name E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian  
 2018\Maret\Nurul\Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> ; NaCl= 1;6.xrdml  
 Comment Configuration=Reflection-Transmission  
 Spinner, Owner=User-1, Creation date=1/15/2016 11:44:36 AM  
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta);  
 Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001  
 Sample stage=Reflection-Transmission  
 Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1  
 Diffractometer system=XPERT-PRO  
 Measurement program=C:\PANalytical\Data  
 Collector\Programs\Scan 5-90\_spin4.xrdmp, Identifier={EA1354A2-691F-46A9-  
 86C1-7E2BBEEF477A}  
 Measurement Date / Time 3/16/2018 1:44:07 PM

Operator	Institut Teknologi
Raw Data Origin	XRD measurement (*.XRDML)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	5.0084
End Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	89.9744
Step Size [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1600
Scan Type	Continuous
PSD Mode	Scanning
PSD Length [ $^{\circ}$ 2Th.]	2.12
Offset [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2177
Specimen Length [mm]	10.00
Measurement Temperature [ $^{\circ}$ C]	25.00
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	0000000011119014
Diffractometer Number	0
Goniometer Radius [mm]	240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	100.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes

#### L.4.2.2 Main Graphics, Analyze View:



Gambar L.4.2.2 Difraktogram BIT-4

### L.4.2.3 Peak List :

**Tabel L.4.2.3 Puncak-puncak XRD BIT-6**

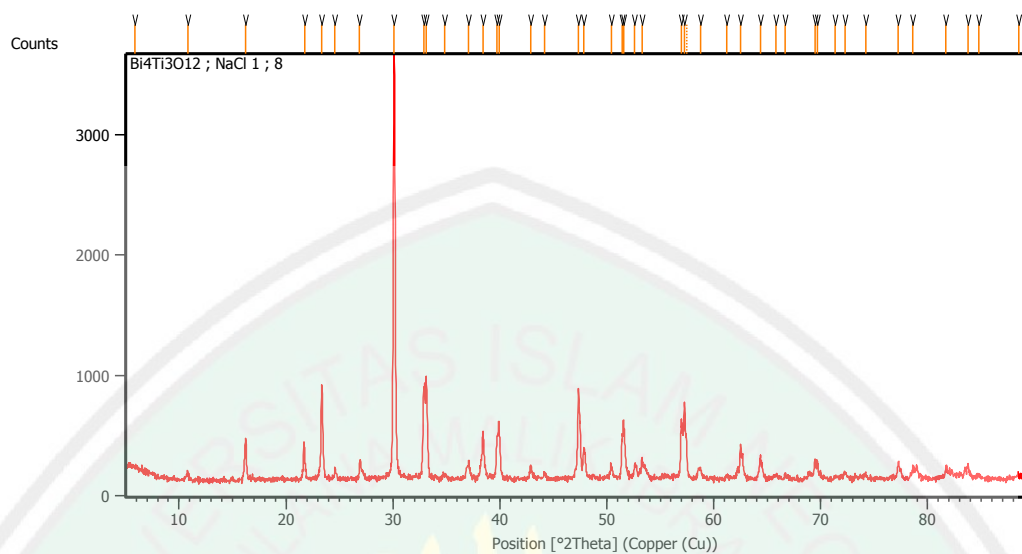
Pos. [ $^{\circ}$ Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ Th.]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
5.2864	56.53	0.6691	16.71721	2.80
10.7737	65.90	0.1004	8.21197	3.27
16.1956	218.65	0.1506	5.47296	10.85
21.6668	170.85	0.0502	4.10173	8.48
23.3024	561.48	0.1338	3.81740	27.86
24.5564	53.33	0.1338	3.62523	2.65
26.8580	111.58	0.1004	3.31956	5.54
30.0098	2015.46	0.1840	2.97772	100.00
32.8668	502.20	0.1004	2.72512	24.92
33.0695	475.55	0.1171	2.70887	23.60
34.6943	19.16	0.4015	2.58564	0.95
37.0272	75.36	0.3346	2.42792	3.74
38.3520	221.87	0.2007	2.34705	11.01
39.6548	188.90	0.1171	2.27289	9.37
39.8814	236.97	0.2007	2.26050	11.76
42.8252	75.65	0.1004	2.11168	3.75
44.1008	40.38	0.2007	2.05352	2.00
47.2710	395.25	0.1171	1.92293	19.61
47.8103	179.04	0.0836	1.90250	8.88
48.6555	24.37	0.2007	1.87141	1.21
50.3096	64.37	0.1673	1.81369	3.19
51.3224	186.15	0.0816	1.77878	9.24
51.4765	348.73	0.0669	1.77529	17.30
52.6134	95.51	0.1171	1.73957	4.74
53.1942	90.59	0.1224	1.72052	4.49
53.3970	61.79	0.4015	1.71588	3.07
55.2706	24.42	0.4015	1.66207	1.21
56.9404	307.37	0.1428	1.61589	15.25
57.2305	371.64	0.1224	1.60839	18.44
57.3786	221.27	0.0612	1.60858	10.98
58.5835	56.50	0.3264	1.57443	2.80
61.3456	26.00	0.4896	1.50999	1.29
62.4558	195.04	0.1224	1.48579	9.68
64.2852	172.14	0.0612	1.44785	8.54
65.8465	34.17	0.5712	1.41725	1.70
66.6581	25.68	0.4896	1.40195	1.27
69.3961	112.82	0.1224	1.35318	5.60
71.3061	24.86	0.2448	1.32155	1.23
72.1481	32.53	0.3264	1.30819	1.61
73.8570	17.90	0.9792	1.28208	0.89
77.1915	121.59	0.1020	1.23481	6.03
78.6085	76.80	0.1632	1.21606	3.81
81.6815	67.40	0.1224	1.17790	3.34
83.7122	89.34	0.1224	1.15442	4.43

### L.4.3 Data XRD BIT-8

#### L.4.3.1 Measurement Conditions:

Dataset Name	Bi4Ti3O12 ; NaCl 1 ; 8
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
	2018\April\Risa Handayani\Bi4Ti3O12 ; NaCl 1 ; 8\Bi4Ti3O12 ; NaCl 1 ; 8.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta);
Mini	
Measurement Date / Time	4/2/2018 2:50:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	5.0084
End Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	89.9744
Step Size [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}\text{C}$ ]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes

### L.4.3.2 Main Graphics, Analyze View:



Gambar L.4.3.2 Difraktogram BIT-4

### L.4.3.3 Peak List:

Tabel L.4.3.3 Puncak-puncak XRD BIT-6

Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
5.8598	52.52	0.9368	15.08256	1.53
10.8065	80.79	0.1004	8.18713	2.35
16.2442	350.07	0.1004	5.45668	10.17
21.7261	266.44	0.1506	4.09067	7.74
23.3464	763.15	0.1506	3.81031	22.18
24.5877	87.16	0.1338	3.62069	2.53
26.8904	132.30	0.0836	3.31565	3.85
30.0883	3440.86	0.1506	2.97013	100.00
32.8765	751.90	0.0836	2.72434	21.85
33.1155	849.17	0.0669	2.70522	24.68
34.8590	25.49	0.4684	2.57380	0.74
37.0863	143.21	0.1338	2.42419	4.16
38.4589	348.34	0.1338	2.34077	10.12
39.6947	295.66	0.0836	2.27070	8.59
39.9086	478.43	0.0502	2.25902	13.90
42.8820	106.30	0.1673	2.10902	3.09
44.1929	49.09	0.2007	2.04945	1.43
47.3488	738.23	0.0836	1.91996	21.45
47.8465	237.58	0.0836	1.90114	6.90
50.4020	98.63	0.1338	1.81058	2.87
51.4119	303.44	0.1224	1.77590	8.82

51.5557	484.19	0.0669	1.77274	14.07
52.6219	127.45	0.1004	1.73931	3.70
53.2778	151.53	0.1004	1.71944	4.40
56.9463	423.23	0.1020	1.61574	12.30
57.2551	627.26	0.1020	1.60776	18.23
57.4552	296.05	0.1020	1.60661	8.60
58.7642	75.50	0.2448	1.57002	2.19
61.1842	29.82	0.2448	1.51359	0.87
62.5060	273.64	0.1020	1.48472	7.95
64.3399	182.06	0.1020	1.44675	5.29
65.8386	36.11	0.4080	1.41740	1.05
66.6880	49.42	0.2448	1.40140	1.44
69.4563	166.44	0.1224	1.35215	4.84
69.6864	140.44	0.1224	1.34825	4.08
71.3374	31.77	0.4080	1.32105	0.92
72.2768	58.86	0.2856	1.30617	1.71
74.1832	39.95	0.2448	1.27725	1.16
77.2571	136.10	0.1428	1.23392	3.96
78.6081	103.01	0.1632	1.21607	2.99
81.6947	82.58	0.1632	1.17774	2.40
83.7474	100.98	0.1632	1.15402	2.93
84.7651	26.00	0.4896	1.14275	0.76
88.5098	25.16	0.4896	1.10381	0.73

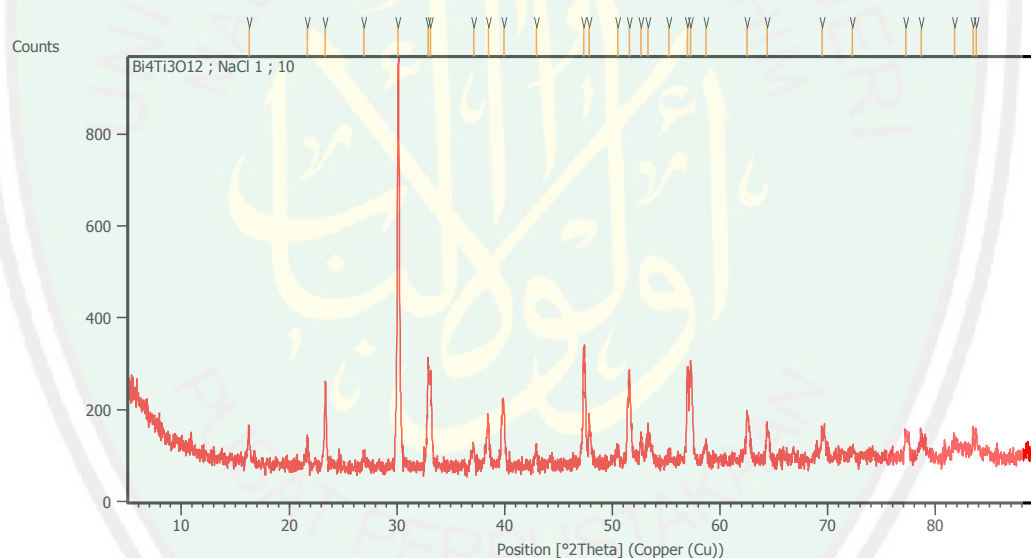
#### L.4.4 Data XRD BIT-10

##### L.4.4.1 Measurement Conditions:

Dataset Name	Bi4Ti3O12 ; NaCl 1 ; 10
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2018\Mei\Handayani\Bi4Ti3O12 ; NaCl 1 ; 10\Bi4Ti3O12 ; NaCl 1 ; 10.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta);
Mini	
Measurement Date / Time	5/7/2018 9:21:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	89.9744
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500

Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes

#### L.4.4.2 Main Graphics, Analyze View:



Gambar L.4.4.2 Difraktogram BIT-4

#### L.4.4.3 Peak List

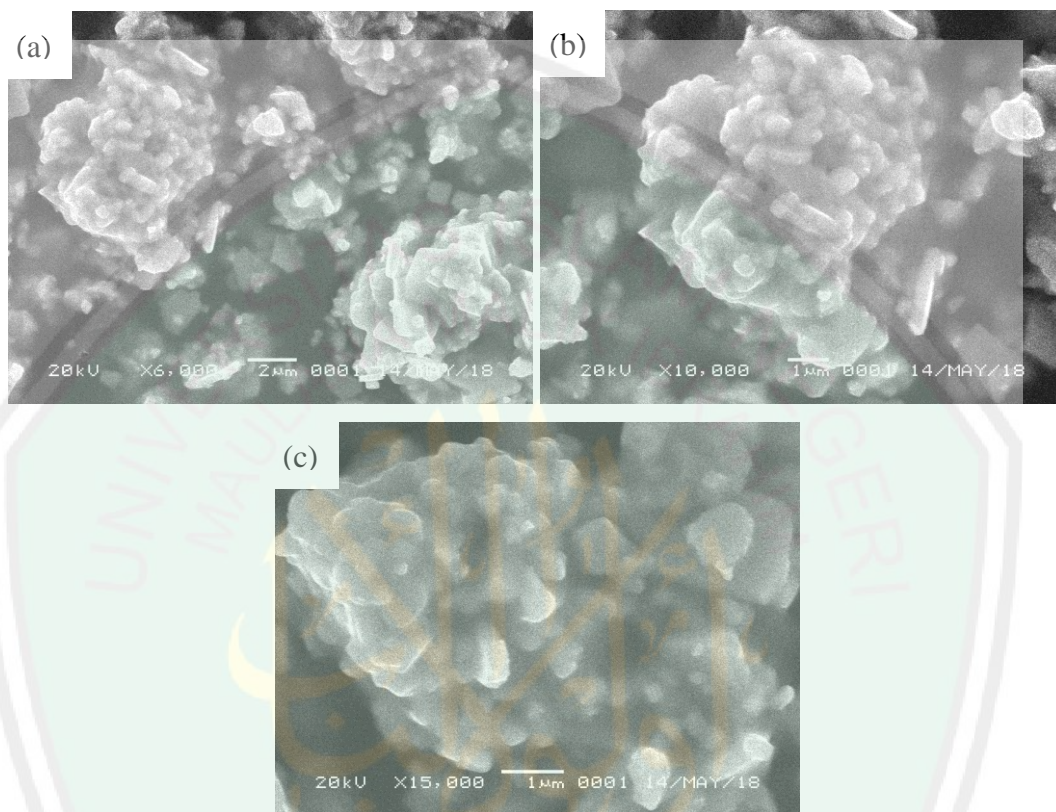
Tabel L.4.4.3 Puncak-puncak XRD BIT-6

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
16.2608	82.08	0.1004	5.45116	9.91
21.7204	49.92	0.1338	4.09173	6.03
23.3543	185.00	0.0669	3.80903	22.34
26.9203	26.19	0.2007	3.31203	3.16
30.0867	828.29	0.1338	2.97029	100.00

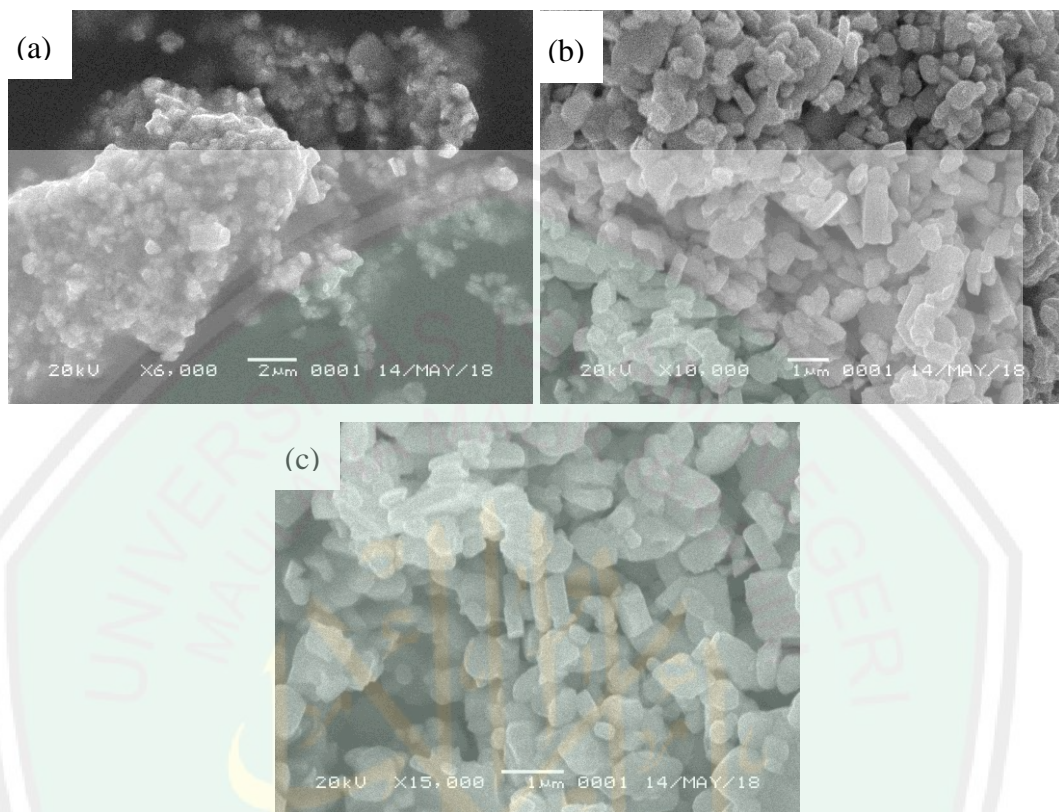
32.8915	222.24	0.0836	2.72312	26.83
33.1392	204.57	0.0836	2.70334	24.70
37.1044	44.26	0.4015	2.42305	5.34
38.4694	91.81	0.1673	2.34016	11.08
39.9592	120.46	0.1673	2.25628	14.54
42.9486	44.39	0.1338	2.10590	5.36
47.3349	245.07	0.0669	1.92049	29.59
47.8396	105.91	0.0836	1.90140	12.79
50.4883	30.59	0.2007	1.80769	3.69
51.5767	200.93	0.1004	1.77207	24.26
52.6532	56.62	0.1338	1.73835	6.84
53.3369	57.60	0.2007	1.71767	6.95
55.2743	14.35	0.4015	1.66197	1.73
56.9501	199.65	0.0612	1.61564	24.10
57.2924	200.94	0.1338	1.60813	24.26
58.6753	41.73	0.2676	1.57349	5.04
62.5267	100.02	0.1673	1.48551	12.08
64.3560	77.61	0.1338	1.44763	9.37
69.4461	72.15	0.1004	1.35345	8.71
72.2972	15.94	0.4015	1.30694	1.92
77.2376	56.13	0.4015	1.23521	6.78
78.6519	52.73	0.2007	1.21650	6.37
81.7814	35.55	0.5353	1.17769	4.29
83.4974	50.61	0.1224	1.15684	6.11
83.7504	50.27	0.1673	1.15494	6.07

## Lampiran 5. Data Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

### L.5.1 Data SEM BIT-4

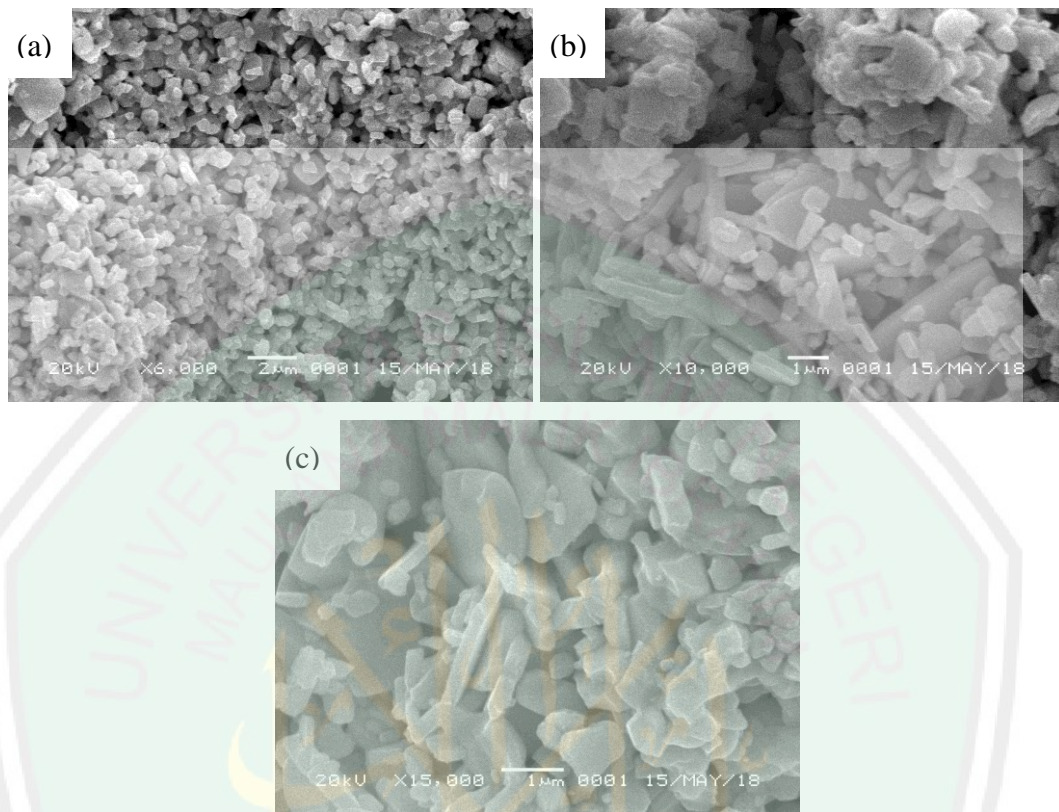


Gambar L.5.1 Morfologi BIT-4 yang disintesis dengan metode lelehan garam pada perbesaran (a) 6.000x, (b) 10.000x dan (c) 15.000x

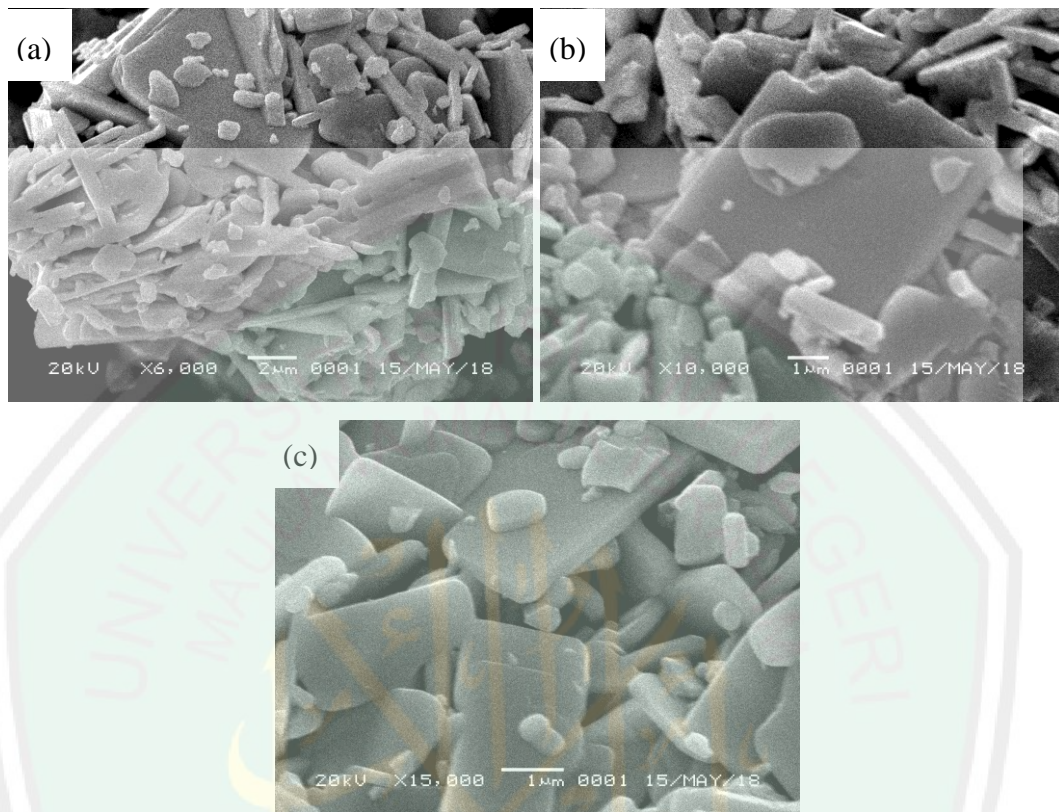
**L.5.2 Data SEM BIT-6**

Gambar L.5.2 Morfologi BIT-6 yang disintesis dengan metode lelehan garam pada perbesaran (a) 6.000x, (b) 10.000x dan (c) 15.000x

### L.5.3 Data SEM BIT-8



Gambar L.5.3 Morfologi BIT-8 yang disintesis dengan metode lelehan garam pada perbesaran (a) 6.000x, (b) 10.000x dan (c) 15.000x

**L.5.4 Data SEM BIT-10**

Gambar L.5.4 Morfologi BIT-10 yang disintesis dengan metode lelehan garam pada perbesaran (a) 6.000x, (b) 10.000x dan (c) 15.000x