

**SINTESIS $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ DENGAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL
NaCl PADA VARIASI WAKTU KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
TASSYA JANUARI
NIM. 14630001



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**SINTESIS $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ DENGAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL
NaCl PADA VARIASI WAKTU KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
TASSYA JANUARI
NIM. 14630001

Diajukan Kepada:

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

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019

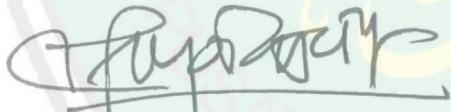
**SINTESIS $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ DENGAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL
NaCl PADA VARIASI WAKTU KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
TASSYA JANUARI
NIM. 14630001

Telah diperiksa dan disetujui untuk Diuji
Tanggal: 19 Juni 2019

Pembimbing I


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

Pembimbing II


A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616200604 1 002



**SINTESIS $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ DENGAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL
NaCl PADA VARIASI WAKTU KALSINASI**

SKRIPSI

Oleh:
TASSYA JANUARI
NIM. 14630001

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Pengaji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S. Si)

Tanggal: 24 Juni 2019

Pengaji Utama	: Diana Candra Dewi, M. Si NIP. 19779720 200312 2 001
Pembimbing I	: Dr. Anton Prasetyo, M.Si NIP. 19770925 200604 1 003
Pembimbing II	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616200604 1 002
Konsultan	: Nur Aini, M.Si NIP. 19840608 201903 2 009

(.....)



(.....)



(.....)



PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama

: Tassyaa Januari

NIM

: 14630001

Jurusan

: Kimia

Fakultas

: Sains dan Teknologi

Judul Penelitian

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

Tunggal NaCl Pada Variasi Waktu Kalsinasi

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.

Malang, 24 Juni 2019

Yang membuat pernyataan,



Tassyaa Januari
NIM. 14630001

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWT akhirnya bisa menyelesaikan tugas akhir ini. Tanpa kehendak-Nya dan dukungan dari orang-orang sekitar, saya tidak dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Oleh karena itu, saya ingin mempersembahkan tulisan ini untuk:

Kedua orang tua saya, Bapak Sobari dan Ibu Nur Arukah dan saudara saya, Dek Nafa dan Dek Afkar yang selama ini telah memberikan segala bentuk dukungan mulai dari awal masuk kuliah hingga saya bisa memperoleh gelar sarjana ini. Terima kasih untuk segalanya, mungkin kiranya tulisan ini hanya sebagian kecil hal yang bisa saya persembahkan, karena semua kebaikan kalian takkan bisa terbalas dengan apapun. Semoga selalu diberi kesehatan, kebahagiaan dan panjang umur, Aamiin ..

Bapak dan Ibu Dosen Kimia, khususnya Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Bapak A. Ghaim Fasya, M. Si, Ibu Nur Aini, M. Si, dan Ibu Diana Candra Dewi, M.Si yang telah memotivasi, memberikan arahan, dan membimbing dengan sangat sabar selama ini. Dari proses pembelajaran selama S-1 ini saya bisa lebih mengerti dan memahami ilmu kimia dengan baik. Semoga kebaikan Bapak dan Ibu Dosen mendapat balasan yang lebih baik dari Allah SWT, Aamiin...

Seluruh teman-teman kimia 2014 khususnya KIMIA-A 2014 yang telah menjadi bagian dari penelitian ini. Untuk Aray, Vika, Pipit, Mbak Qory, Nanang, Ulya dan Chaca terima kasih untuk segala bantuan supportnya selama ini. Untuk tim kecebong fotokatalis khususnya Lina, Nairil, Vina, Bobby, Nelly, Diah dan Widya yang telah membantu dan mendukung saya dalam proses penyelesaian skripsi ini. Semoga Allah memberikan keberkahan atas semua kerja keras yang kita lakukan. Semoga cita-cita kita semua bisa terwujud dan kita semua sukses, Aamiin ..

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum, Wr. Wb.

Syukur Alhamdulillah penulis haturkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Hidayahnya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam Tunggal NaCl Pada Variasi Waktu Kalsinasi”.

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

1. Kedua orang tua yang telah memberikan dukungan baik spiritual maupun materiil.
2. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M. Si selaku dosen pembimbing penelitian, Ibu Nur Aini, M.Si selaku konsultan, Bapak A. Ghaim Fasya, M.Si selaku pembimbing agama, dan Ibu Diana Candra Dewi, M. Si selaku penguji karena atas bimbingan dan pengarahan yang diberikan, penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Seluruh Dosen pengajar kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
5. Bapak Venardi Suendo (prodi kimia ITB) atas pengukuran dengan spektroskopi Raman
6. Seluruh Laboran dan Staff Administrasi Jurusan Kimia yang telah membantu dalam proses penelitian.
7. Teman–teman mahasiswa angkatan 2014 yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam menyusun proposal penelitian.
8. Semua pihak yang telah membantu.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, sehingga demi memperoleh hasil yang lebih baik dan bermanfaat, penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua

pihak. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis khususnya dan semua pihak pada umumnya, Amiin
Wassalamu'alaikum, Wr. Wb.

Malang, 24 Juni 2019

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
LEMBAR ORISINALITAS	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
ملخص البحث	ivx

BAB I PENDAHULUAN

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

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	6
2.2 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	7
2.3 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam Perspektif Islam	15

BAB III METODOLOGI

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat	17
3.2.2 Bahan	18
3.3 Pola dan Rancangan Penelitian	18
3.4 Cara Kerja	18
3.4.1 Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal	18
3.4.2 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam	19
3.4.3 Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	19
3.4.4 Karakterisasi dengan <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	20
3.4.5 Karakterisasi dengan Spektroskopi Raman	20
3.5 Analisa Data	20
3.5.1 Analisa Data <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	20
3.5.2 Analisa Data <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	21
3.5.3 Analisa Data Spektroskopi Raman	21

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ (BIT) dengan Metode Lelehan Garam	22
4.2 Karakterisasi Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ (BIT) menggunakan difraksi sinar-X (XRD)	24
4.3 Refinement Data Difraksi Sinar-X (XRD) Senyawa Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ (BIT).....	25
4.4 Karakterisasi Morfologi Partikel Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ (BIT) dengan scanning electron microscopy (SEM)	27
4.5 Karakterisasi Lokal Struktur Senyawa Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ (BIT) dengan Spektroskopi Raman	30
4.6 Manfaat Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ (BIT) dalam Perspektif Islam.....	31

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	33
5.2 Saraan.....	33

DAFTAR PUSTAKA	34
LAMPIRAN.....	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	6
Gambar 2.2	Prosedur sintesis metode lelehan garam	8
Gambar 2.3	Mekanisme pembentukan <i>plate-like</i> $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Zhao, dkk., 2014)	10
Gambar 2.4	Bentuk partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu kalsinasi yang berbeda selama 2 jam, (a) 850 °C, (b) 900 °C dengan laju pendinginan 10 °C/min sampai suhu 850 °C, (c) 950 °C dengan laju pendinginan 10 °C/min sampai suhu 850 °C, dan (d) 950 °C dengan laju pendinginan 0,8 °C/min sampai suhu 850 °C (Zhao, dkk., 2014).....	11
Gambar 2.5	Morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis dengan garam tunggal NaCl pada variasi suhu (a) 800, (b) 850, (c) 900, dan (d) 950 °C	12
Gambar 2.6	Morfologi <i>plate-like</i> 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.....	13
Gambar 2.7	Pola difraksi sinar-X $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu kalsinasi yang berbeda selama 2 jam, (a) 850 °C, (b) 900 °C dengan laju pendinginan 10 °C/min sampai suhu 850 °C, (c) 950 °C dengan laju pendinginan 10 °C/min sampai suhu 850 °C, dan (d) 950 °C dengan laju pendinginan 0,8 °C/min sampai suhu 850 °C (Zhao, dkk., 2014).....	13
Gambar 2.8	Spektrum Raman $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu kalsinasi 1000 °C selama 0,5 jam	14
Gambar 4.1	(a) Sampel BIT sebelum pemanasan, (b) Sampel BIT sesudah pemanasan, dan (c) Hasil sintesis BIT dengan metode lelehan garam NaCl pada variasi lama waktu pemanasan 2, 4, 8, dan 16 jam.....	23
Gambar 4.2	Difraktogram BIT dengan metode lelehan garam variasi waktu lama pemanasan (a) 2, (b) 4, (c) 8, dan (d) 16 jam	24
Gambar 4.3	Hasil refinement BIT dengan metode lelehan garam variasi waktu lama pemanasan (a) 2, (b) 4, (c) 8, dan (d) 16 jam	26
Gambar 4.4	Hasil SEM sintesis BIT dengan metode lelehan garam variasi waktu lama pemanasan (a) 2, (b) 4, (c) 8, dan (d) 16 jam	28
Gambar 4.5	Spektra Raman BIT hasil sintesis dengan metode lelehan garam variasi waktu lama pemanasan (a) 2, (b) 4, (c) 8, dan (d) 16 jam.....	31
Gambar L.3.1	Difraktogram standar database $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ No. 159929	43
Gambar L.5.1	Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 2 jam dengan perbesaran (a) 15.000, (2) 50.000, (c) 75.000, dan (d) 100.000 kali.....	52
Gambar L.5.2	Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 4 jam dengan perbesaran (a) 15.000, (2) 50.000, (c) 75.000, dan (d) 100.000 kali.....	53

Gambar L.5.3 Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 8 jam dengan perbesaran (a) 15.000, (2) 50.000, (c) 75.000, dan (d) 100.000 kali.....	54
Gambar L.5.4 Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 16 jam dengan perbesaran (a) 15.000, (2) 50.000, (c) 75.000, dan (d) 100.000 kali.....	55



DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Komposisi prekursor	19
Tabel 4.1	Data kristalografi hasil refinement.....	27
Tabel 4.2	Ukuran partikel	29
Tabel 4.3	Modus vibrasi khas senyawa BIT (Golda, dkk. (2011); Raineri, dkk. (2013))	31
Tabel L.4.1	Data kristalografi BIT variasi lama waktu pemanasan 2 jam.....	49
Tabel L.4.2	Data kristalografi BIT variasi lama waktu pemanasan 4 jam.....	49
Tabel L.4.3	Data kristalografi BIT variasi lama waktu pemanasan 8 jam.....	50
Tabel L.4.4	Data kristalografi BIT variasi lama waktu pemanasan 16 jam.....	51

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir.....	37
Lampiran 2 Perhitungan.....	40
Lampiran 3 Standar Database XRD.....	43
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi XRD	44
Lampiran 5 Hasil SEM.....	52
Lampiran 6 Tahapan Analisis Ukuran dengan Software Image-J	56



ABSTRAK

Januari, Tassy. 2019. Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam Tunggal NaCl Pada Variasi Waktu Kalsinasi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si Pembimbing II: A. Ghanaim Fasya, M.Si; Konsultan: Nur Aini, M.Si.

Kata kunci: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, metode lelehan garam, NaCl, waktu kalsinasi

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ merupakan salah satu senyawa Aurivillius lapis tiga yang dilaporkan berpeluang digunakan sebagai material fotokatalis, akan tetapi senyawa ini mempunyai kekurangan yaitu energi celah yang besar ($E_g = 2,99 \text{ eV}$) dan laju rekombinasi *electron-hole* yang tinggi. Morfologi dan ukuran partikel dilaporkan berpengaruh pada aktivitas fotokatalis. Salah satu faktor yang berpengaruh pada ukuran partikel hasil sintesis dengan metode lelehan garam adalah waktu kalsinasi, sehingga dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam tunggal NaCl dengan variasi waktu kalsinasi 2, 4, 8, dan 16 jam. Kajian yang dilakukan meliputi: (a) *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi fasa produk dan memperoleh data kristalografi, (b) *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi dan ukuran partikel, dan (c) spektroskopi Raman untuk mengetahui perubahan lokal struktur.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa lama waktu pemanasan tidak mempengaruhi fasa dan lokal struktur dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, akan tetapi berpengaruh terhadap ukuran partikel. Dari data XRD diketahui bahwa tidak ada puncak-puncak difraksi dari pengotor dan hasil *refinement* diperoleh nilai R_p dan R_{wp} semua sampel bernilai dibawah 10 yang berarti data hasil sintesis mempunyai kecocokan yang tinggi dengan standar, begitu juga dengan spektra Raman menunjukkan bahwa variasi lama waktu pemanasan tidak mempengaruhi lokal struktur dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Dari hasil SEM menunjukkan bahwa meningkatnya waktu pemanasan mempengaruhi ukuran partikel, ukuran partikel semakin meningkat seiring meningkatnya waktu pemanasan.

ABSTRACT

Januari, Tassyia. 2019. Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ by Molten Single Salt NaCl Method with Variation of Calcination Time. Chemistry Department, Science and Technology Faculty, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Supervisor II: A. Ghanaim Fasya, M.Si; Consultant: Nur Aini, M.Si.

Kata kunci: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, molten salt method, NaCl, calcination time

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ is one of the three-layer Aurivillius compounds which is reported to be used as a photocatalyst material, but has a large band gap energy ($E_g = 2.99$ eV) and a high recombination rate of electron hole. Morphology and particle size were reported affect photocatalyst activity. One of the factors that influence the particle size prepared by molten salt method is calcination time, so in this research $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ was synthesized by molten salt method use single salt NaCl with calcination time variations for 2, 4, 8, and 16 hours. The study included: (a) X-Ray Diffraction (XRD) to identify the product sample phase and crystallographic data, (b) Scanning Electron Microscopy (SEM) to analyze morphology and particles shape, and (c) Raman spectroscopy to identify local structural changes.

The results showed that calcination time didn't affect phase and local structure of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, but affected the particle size. From the XRD data it's known that there is no diffraction peaks from impurity and the results of refinement are obtained values of R_p and R_{wp} all samples are less than 10 which means the synthesized data has a high match with the standard, as well as Raman spectra, calcination time didn't affect the local structure. The SEM results show that increased calcination time affects particle size, particle size increases with increasing calcination time.

ملخص البحث

جنواري ، تشي. ٩١٠٢. توليف البزموت تيتانات ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) مع طريقة ذوبان الملح الوحدة كلوريد الصوديوم (NaCl) في اختلاف وقت التكليس. البحث الجامعي. قسم الكيمياء ، كلية العلوم والتكنولوجيا ، الجامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف: الدكتور أنتون فراستيو، الماجستير، وأ. غنائم فشى، الماجستير، والمستشار: نور عيني، الماجستير

الكلمات الرئيسية: البزموت تيتانات ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$)، طريقة ذوبان الملح ، كلوريد الصوديوم (NaCl) ، وقت التكليس

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ هو واحد من مركبات أوريفلوس لثلاثة الطبقات التي تستخدم كمواد حفاز ضوئي ، ولكن هذا المركب له عيب يعني طاقة فجوة كبيرة (المثال = $99,2 \text{ eV}$) ومعدل إعادة تركيب ثقب إلكتروني عال. المرفووليوجي وحجم الجسيمات يؤثران على نشاط حفاز ضوئي. واحدة من العوامل التي تؤثر على حجم الجسيمات للحصول على التوليف بواسطة طريقة ذوبان الملح هو وقت التكليس ، بحيث في هذا البحث سيتولف $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ مع طريقة ذوبان الملح الوحدة NaCl مع اختلاف وقت التكليس من $16,8,4,2$ ساعات. شمل البحث كما يلي: (أ) حيود الأشعة السينية (XRD) (*X-Ray Diffraction*) لتحديد مرحلة المنتج وتحصيل على البيانات البلورية ، (ب) المجهر الإلكتروني المسحي (SEM) لتحديد مورفولوجي الجسيمات وحجمها ، (ج) مطياف رaman لمعرفة التغييرات المحلية الميكيلية.

أظهرت النتائج أن وقت التسخين لم يؤثر على الطور والبنية المحلية للمركب $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ، لكنه أثر على حجم الجسيمات. من بيانات XRD ، عرفت أنها لا توجد قمم الحيود من الشوائب وحصلت نتائج التقييم بقيم R_p و R_{wp} ، جميع العينات تساوي أقل من 10 مما يعني أن البيانات المركبة لها تطابق عالي مع المعيار، وبالمثل أظهرت أطيف رaman أن التغييرات في مدة التسخين لم تؤثر على الهيكل المحلي من $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. تظهر نتائج SEM أن الزيادة في وقت التسخين تؤثر على حجم الجسيمات ، ويزيد حجم الجسيمات مع زيادة وقت التسخين.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Oksida dengan jenis struktur Aurivillius mempunyai rumus umum $A_{n-1}Bi_2B_nO_{3n+3}$ ($n = 1, 2, 3, 4, \dots$) yang terdiri dari lapisan perovskite $[A_{n-1}B_nO_{3n+1}]^{2-}$ yang tersusun bergantian dengan lapis bismuth oksida $[Bi_2O_2]^+$. Kation A umumnya adalah kation berukuran besar seperti Na^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , sedangkan kation B adalah kation bermuatan tinggi seperti Ti^{4+} , Nb^{5+} , Ta^{5+} , W^{6+} , atau Mo^{6+} , dengan n menunjukkan jumlah lapis perovskite (Aurivillius, 1949). Salah satu aplikasi senyawa Aurivillius adalah sebagai semikonduktor yang berperan sebagai fotokatalis dalam reaksi oksidasi dan reduksi (Alfarro, dkk., 2010).

$Bi_4Ti_3O_{12}$ merupakan senyawa Aurivillius lapis tiga yang beberapa tahun terakhir banyak dikaji tentang peluangnya sebagai material fotokatalis, akan tetapi senyawa ini mempunyai kekurangan yaitu energi celah yang besar ($Eg = 2,99$ eV) dan laju rekombinasi *electron-hole* yang tinggi sehingga kinerja fotokatalisnya kurang bagus. Disamping itu ukuran partikel berpengaruh pada kinerja aktivitas fotokatalis, semakin kecil ukuran partikel maka kemampuan untuk mendegradasi suatu bahan menjadi lebih baik (Ramana, dkk., 2016, Zhao, dkk., 2014). Selain itu bentuk partikel juga berpengaruh pada aktivitas fotokatalis. Wang, dkk. (2011) dan Zhao, dkk. (2014) melaporkan bahwa bentuk partikel seperti *whisker* dan *platelet-like* dapat mempengaruhi aktivitas fotokatalitik.

Karakteristik dan manfaat senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ sebagai material fotokatalis merupakan bukti dari kekuasaan Allah SWT. Hal ini dijelaskan dalam QS. An-Nahl(16)13:



Artinya: “dan Dia (menundukkan pula) apa yang Dia ciptakan untuk kamu di bumi ini dengan berlain-lainan macamnya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang mengambil pelajaran.”

Ayat diatas menjelaskan bahwa selain yang diciptakan oleh Allah SWT di langit dan disediakan untuk manfaat umat manusia. Allah SWT juga menciptakan berbagai macam benda di muka bumi yang beraneka bentuk dan cirinya, semua itu untuk dimanfaatkan oleh manusia. Sesungguhnya yang demikian itu terdapat tanda-tanda yang jelas dan banyak bagi kaum yang selalu merenungkan kekuasaan Allah SWT (Shihab, M. Quraish, 2002). Dalam hal ini ciptaan Allah berupa oksida-oksida logam yang terdapat dalam batuan seperti Bi_2O_3 dan TiO_2 yang merupakan bahan dasar dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan garam NaCl yang ada dilaut digunakan sebagai objek kajian dalam penelitian ini.

Metode sederhana dan mudah untuk mendapatkan jenis butir partikel yang mempunyai morfologi partikel yang khas seperti *grain oriented ceramics*, *whisker*, dan *plate-like* adalah metode lelehan garam (*molten salt reaction*). Lelehan garam digunakan sebagai media pembentukan serbuk keramik. Keunggulan dari metode ini yaitu menggunakan suhu yang lebih rendah (titik

leleh garam) dan waktu reaksi yang lebih singkat (Zulhadjri, dkk., 2011, Toyoda, M. dkk., 1993).

Zhang dan Guo (2011) telah mensintesis material *platelet-like* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam dari campuran garam NaCl-KCl. Penggunaan garam klorida NaCl-KCl menghasilkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam bentuk *plate-like* pada suhu 900 °C, ukuran partikel diketahui semakin meningkat seiring meningkatnya suhu kalsinasi dan mencapai ukuran maksimum pada 1000 °C ($0,2\mu\text{m} \times 3\mu\text{m} \times 3\mu\text{m}$). Zhao, dkk. (2014) juga mensintesis bentuk *plate-like* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam dengan Na₂SO₄-K₂SO₄. Beberapa partikel berukuran besar terbentuk pada suhu 950 °C, namun $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis dengan garam sulfat Na₂SO₄-K₂SO₄ masih terdapat pengotor pada 900 °C.

Garam tunggal NaCl banyak digunakan dalam sintesis senyawa dengan metode lelehan garam seperti yang dilakukan oleh Ding, dkk. (2017) yang mensintesis material ZrC dengan suhu kalsinasi 900 °C dan lama pemanasan tiga jam diperoleh bentuk grain dari ZrC berukuran 30-50 nm. Zhou, dkk. (2018) mensintesis $\text{Na}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_{3-x}\text{SrTiO}_3$ menggunakan metode lelehan garam dari garam NaCl dan diperoleh partikel dengan bentuk *whisker*. Garam NaCl banyak digunakan karena mempunyai titik leleh yang rendah (801 °C), keberadaannya melimpah dan harganya murah, sehingga berpeluang digunakan secara luas dalam sintesis metode lelehan garam.

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses sintesis dengan metode lelehan garam antara lain adalah prekursor yang digunakan, jenis garam, jumlah garam, suhu sintesis, dan lama waktu pemanasan. Dimana faktor-faktor tersebut

memainkan peran penting dalam menentukan mikrostruktur dan morfologi dari *grain oriented ceramics* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dihasilkan. Faktor-faktor inilah yang menjadi parameter dalam proses sintesis pembentukan *grain plate-like* dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Zhao, dkk., 2014, Kan, dkk., 2003).

Sanson dan Whatmore (2005) mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan lelehan garam NaCl menghasilkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ *plate-like* dengan kristalinitas cukup baik pada suhu dibawah 1000 °C, namun NaCl akan bereaksi pada suhu tinggi dan membentuk fasa pengotor. Marella, dkk. (2017) melaporkan bahwa sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan menggunakan lelehan garam NaCl pada variasi waktu kalsinasi 800, 850, 900, dan 950 °C diperoleh partikel dengan morfologi *plate-like*, seiring dengan kenaikan suhu maka ukuran menjadi semakin besar. Dilihat dari data difraksi sinar-X, kemurnian $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ paling tinggi yaitu pada suhu 900 °C.

Oleh karena itu dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam dengan menggunakan garam tunggal NaCl pada suhu 900 °C dengan variasi lama waktu pemanasan 2, 4, 8, dan 16 jam. Kajian yang dilakukan meliputi: (a) evolusi struktur menggunakan data *X-Ray Diffraction* (XRD), (b) evolusi morfologi *grain oriented ceramics* dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan (c) evolusi lokal struktur dengan menggunakan spektroskopi Raman.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimanakah pengaruh lama waktu pemanasan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada evolusi struktur, morfologi, dan perubahan lokal struktur dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis?

1.3 Tujuan Penelitian

Mengetahui pengaruh lama waktu pemanasan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada evolusi struktur, morfologi, dan perubahan lokal struktur dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis.

1.4 Batasan Masalah

1. Mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan variasi waktu pemanasan sintesis 2, 4, 8, dan 16 jam.
2. Jenis garam yang digunakan adalah garam tunggal NaCl.
3. Suhu sintesis yang digunakan $900\text{ }^{\circ}\text{C}$.
4. Rasio mol produk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{NaCl}$ adalah 1/7.

1.5 Manfaat Penelitian

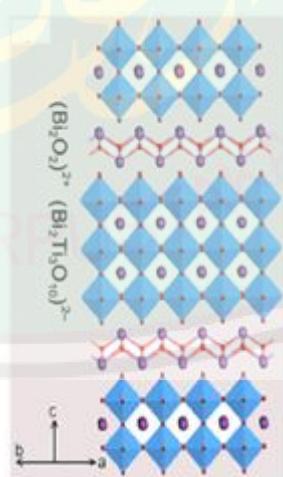
Memberikan gambaran terkait pengaruh lama waktu pemanasan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada evolusi struktur, morfologi, dan perubahan lokal struktur dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ merupakan anggota dari senyawa Aurivillius lapis tiga yang mempunyai sifat diantaranya: (a) permitivitas dielektrik yang relatif tinggi (~ 200), (b) suhu Curie yang tinggi ($T_c = 675^{\circ}\text{C}$), dan (c) dapat berperan sebagai katalis. Beberapa aplikasi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah digunakan sebagai transduser pada suhu tinggi, kapasitor sensor, piezoelektrik dan fotokatalis (Golda, dkk., 2011). $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah senyawa Aurivillius lapis tiga yang terdiri dari lapis $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ dan lapis $(\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10})^{2-}$. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (He, dkk., 2014)

Pada keadaan ferroelektrik, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ mempunyai grup ruang $\text{B}2cb$. Pada suhu ruang, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ cenderung memiliki struktur orthorombik dengan parameter

kisi $a=0,5450 \text{ \AA}$, $b=0,54059 \text{ \AA}$, $c=3,2832 \text{ \AA}$. Polarisasi spontan dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah 50 dan 4 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ (Ranieri, dkk., 2013). $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki sifat ferroelektrik karena memiliki polarisasi spontan tanpa adanya medan listrik. Sifat polarisasi spontan ini muncul karena bismuth titanat tidak memiliki struktur *centrosymmetry* pada unit selnya, sehingga menyebabkan terbentuknya momen dipol elektrik pada unit sel (Lazarevic, dkk., 2005).

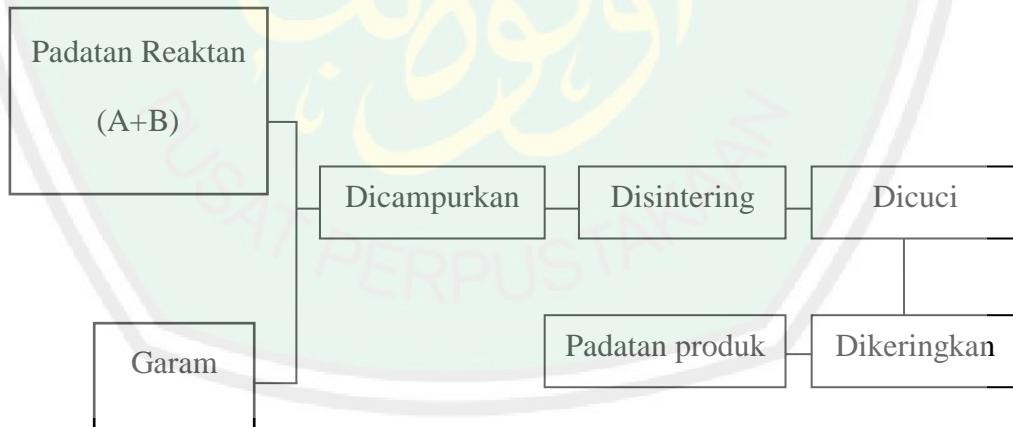
Aktivitas fotokatalitik $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dapat dilihat dari kemampuannya mendegradasi berbagai macam kontaminan seperti *bisphenol A*, *methylene orange*, *rhodamine B*, *chlorotetracycline*, dan *tetracycline hydrochloride*. *Electron hole* merupakan sisi aktif yang berperan dalam proses fotokatalitik dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Electron hole* terbentuk jika elektron dari pita konduksi tereksitasi menuju pita valensi. Eksitasi elektron dapat terjadi jika sumber energi celah $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (2,95 eV) terlampaui. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memproduksi superoksida ($\cdot\text{O}_2^-$) dan hidroksil ($\cdot\text{OH}$) radikal dengan laju produksi 6,4 dan 2,4 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{jam}^{-1}$. Superoksida dan hidroksil radikal akan mengubah kontaminan menjadi H_2O dan CO_2 (Liu, dkk., 2016, Tu, dkk., 2017).

2.2 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

Metode lelehan garam adalah salah satu metode preparasi serbuk keramik, yang melibatkan penggunaan lelehan garam sebagai media preparasi. Garam dengan titik leleh rendah ditambahkan kedalam reaktan dan dipanaskan sampai melebihi titik leleh dari garam. Garam yang leleh ini digunakan sebagai pelarut (Sikalidis, 2011). Metode ini memiliki beberapa keunggulan yaitu lelehan garam dapat mempercepat terjadinya reaksi sehingga waktu yang dibutuhkan lebih

singkat dan menggunakan suhu yang lebih rendah yaitu titik leleh garamnya. Metode lelehan garam dikenal sebagai metode yang berpeluang untuk mendapatkan partikel yang khas seperti *grain oriented ceramics* (Kan, dkk., 2003, Zulhadjri, dkk., 2009, Ozen, dkk., 2016).

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



Gambar 2.2. Prosedur sintesis metode lelehan garam

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

1. Suhu

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

2. Jenis garam

Jenis garam yang digunakan juga berpengaruh pada kristal yang dihasilkan dari proses sintesis. Jenis garam ini dapat mempengaruhi morfologi dan ukuran partikel produk. Hal ini dimungkinkan karena perbedaan ukuran anion dan kelarutan dari konstituen oksida pada garam. Faktor lain yang juga berpengaruh adalah transportasi massa dan kelarutan produk terhadap lelehan garam (He, dkk., 2014; Kan, dkk., 2003).

3. Jenis prekursor

Jenis prekursor yang digunakan pada sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ juga berperan cukup penting pada morfologi kristal. Penelitian yang dilakukan Kan, dkk., (2003) menunjukkan bahwa kristal yang dihasilkan dari hasil penambahan 5% nano partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ sebagai material awal cenderung lebih besar, sedangkan yang ditambah 5% bismuth titanat amorf menghasilkan kristal yang berukuran lebih kecil pada suhu sedikit diatas titik eutektik garamnya.

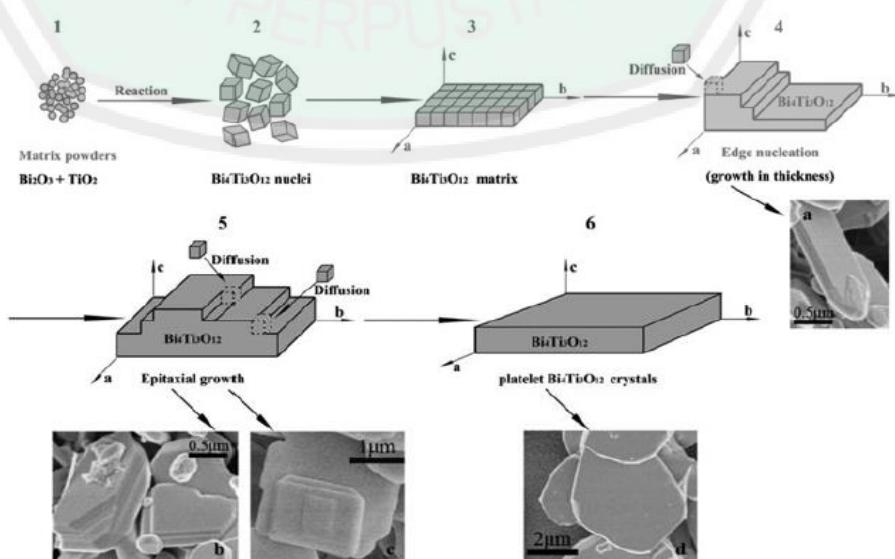
4. Lama waktu pemanasan

Lama waktu pemanasan mempengaruhi intensitas pengotor pada sampel hasil sintesis yang dapat dilihat dari berkurangnya puncak pengotor pada

pola XRD. Selain itu, lama waktu pemanasan juga berpengaruh pada morfologi partikel dimana semakin meningkatnya waktu pemanasan, partikel menjadi lebih teratur (homogen) dan ukuran partikel semakin besar (Liu, dkk., 2015)

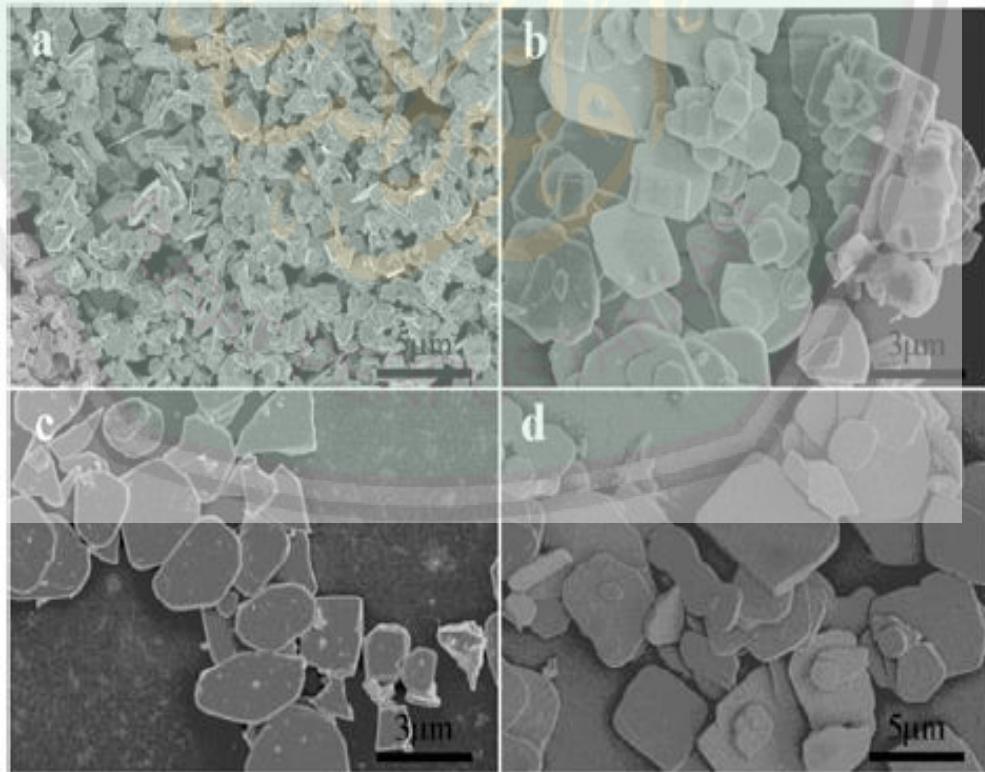
Metode ini memiliki beberapa keunggulan yaitu lelehan garam dapat mempercepat terjadinya reaksi sehingga waktu yang dibutuhkan lebih singkat dan menggunakan suhu yang lebih rendah yaitu titik leleh garam yang digunakan. Selain itu, metode lelehan garam lebih berpeluang untuk mendapatkan *grain oriented ceramics* dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Garam yang digunakan dalam metode ini adalah garam campuran seperti $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$, NaOH/KOH , LiCl/KCl dan NaCl/KCl (Kan, dkk., 2003, Zulhadjri, dkk., 2009, Ozen, dkk., 2016).

Terdapat empat proses yang terjadi saat reaksi pembentukan partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, yaitu: (a) proses awal adalah reaksi padatan dan nukleasi, (b) proses kedua merupakan proses pembentukan struktur lempeng (*plate-like*), (c) proses ketiga adalah proses difusi dan nukleasi pinggiran, dan (e) proses terakhir adalah proses difusi dan pertumbuhan kristal. Mekanismenya ditampilkan pada Gambar 2.3.



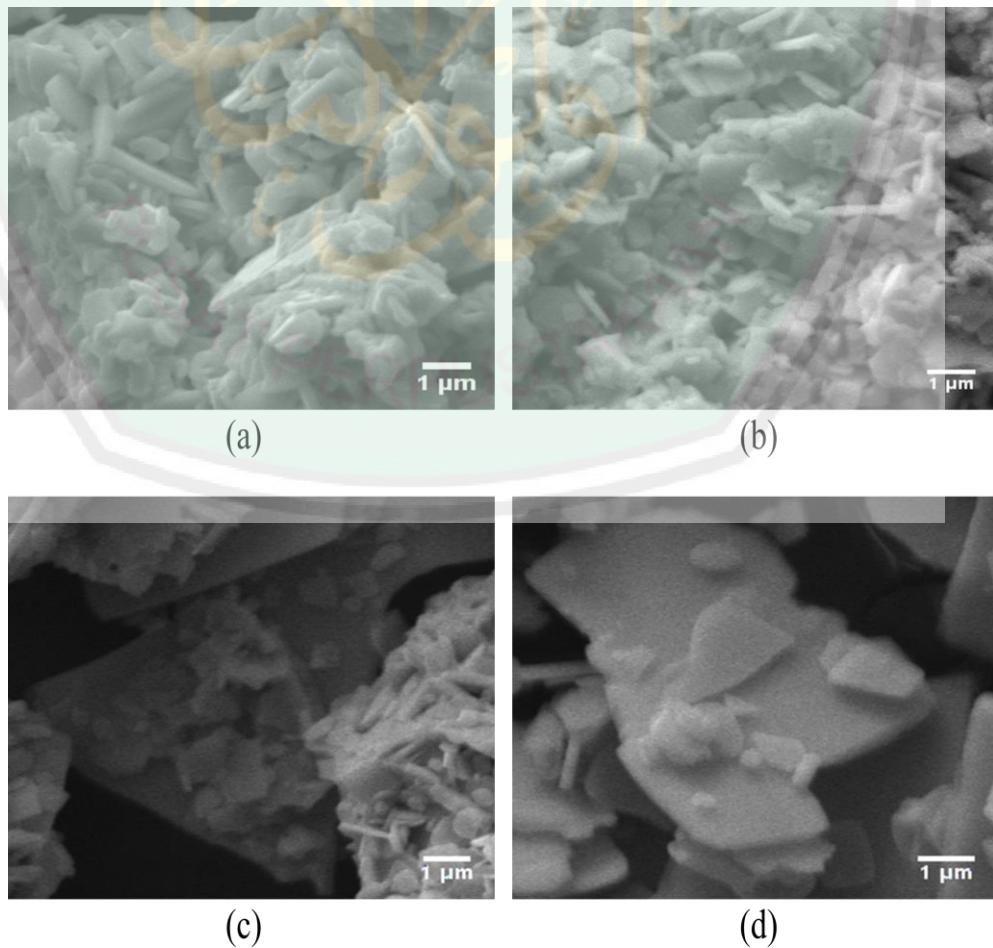
Gambar 2.3 Mekanisme pembentukan *plate-like* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Zhao, dkk., 2014)

Bentuk partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis menggunakan metode lelehan garam yang dilakukan oleh Zhao, dkk. (2014) ditampilkan pada Gambar 2.4. Suhu sintesis akan berpengaruh pada ukuran partikel. Semakin tinggi suhu yang digunakan, ukuran partikel yang akan dihasilkan juga akan bertambah besar. Hal ini karena meningkatnya energi permukaan seiring dengan meningkatnya suhu sintesis, sehingga partikel akan memperkecil luas permukaan dengan cara memperbesar ukuran untuk mengurangi energi permukaan (Kan, dkk., 2003). Suhu optimum yang telah digunakan oleh Zhao, dkk. (2014) adalah 950 °C. Hal ini karena tidak adanya agregasi dan partikel yang dihasilkan juga cukup besar.

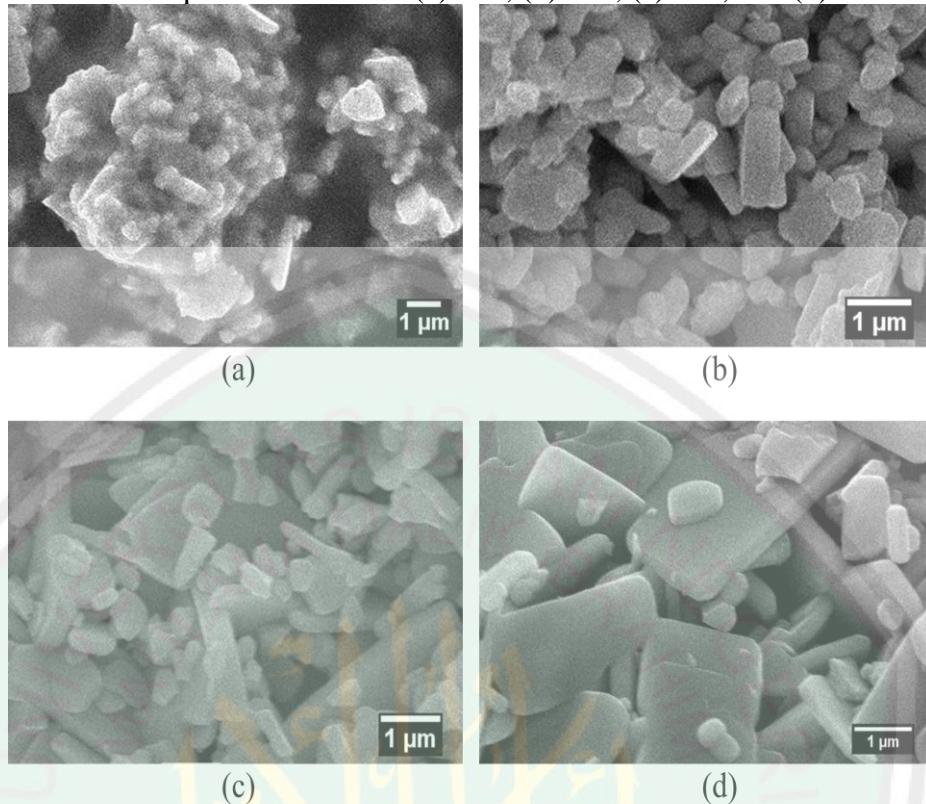


Gambar 2.4 Bentuk partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu kalsinasi yang berbeda selama 2 jam, (a) 850 °C, (b) 900 °C dengan laju pendinginan 10 °C/min sampai suhu 850 °C, (c) 950 °C dengan laju pendinginan 10 °C/min sampai suhu 850 °C, dan (d) 950 °C dengan laju pendinginan 0,8 °C/min sampai suhu 850 °C (Zhao, dkk., 2014)

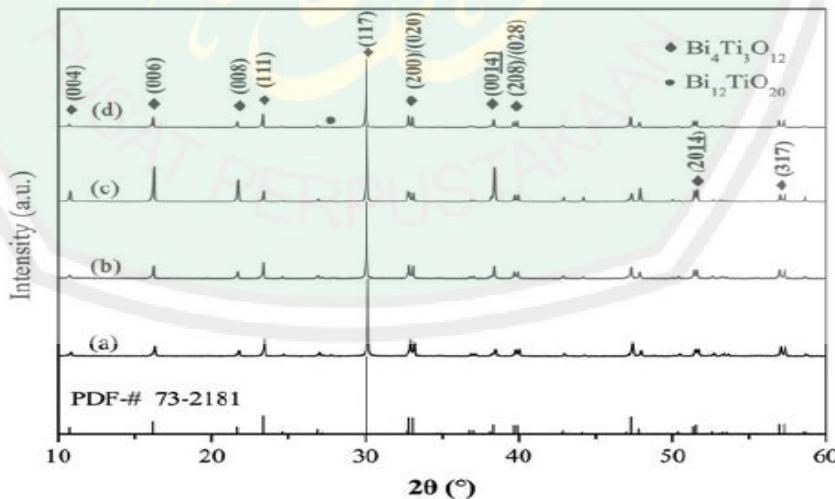
Marella, dkk., (2018) telah mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada variasi suhu 800, 850, 900 dan 950 °C yang ditampilkan pada Gambar 2.5, dan diperoleh hasil bahwa ukuran partikel semakin membesar seiring dengan kenaikan suhu. Rodhiyah, dkk., (2018) juga mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada variasi rasio mol BIT:NaCl 1: 4, 1: 6, 1: 8 dan 1:10. Gambar 2.6 menunjukkan bahwa morfologi partikel yang terbentuk adalah *plate-like* dan ukuran partikel BIT meningkat seiring dengan peningkatan rasio mol NaCl.



Gambar 2.5 Morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis dengan garam tunggal NaCl pada variasi suhu (a) 800, (b) 850, (c) 900, dan (d) 950 °C



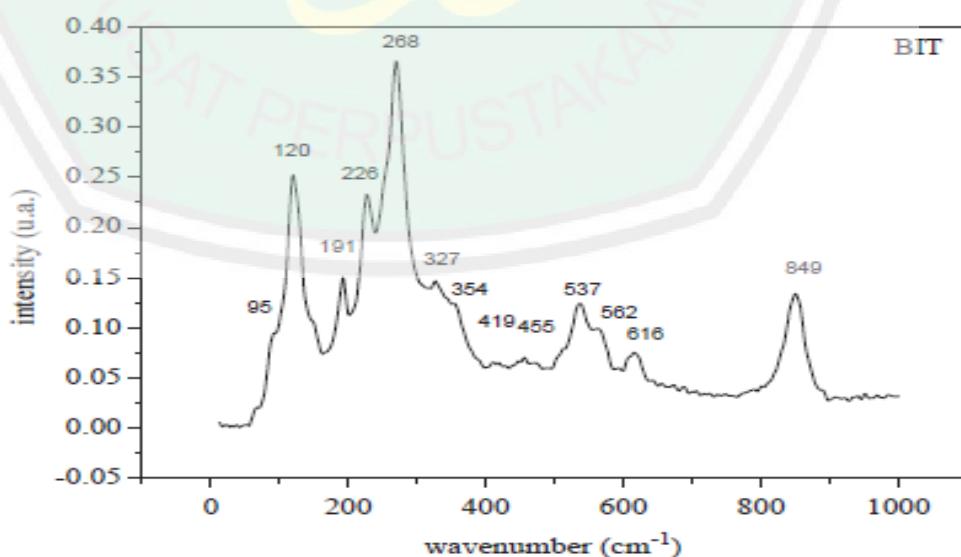
Gambar 2.6 Morfologi *plate-like* BIT yang disintesis dengan variasi rasio mol BIT:NaCl = 4, 6, 8 dan 10 (a) BIT-4, (b) BIT-6, (c) BIT-8 dan (d) BIT-10



Gambar 2.7 Pola difraksi sinar-X $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu kalsinasi yang berbeda selama 2 jam, (a) 850 °C, (b) 900 °C dengan laju pendinginan 10 °C/min sampai suhu 850 °C, (c) 950 °C dengan laju

pendinginan $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ sampai suhu $850\text{ }^{\circ}\text{C}$, dan (d) $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan laju pendinginan $0,8\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ sampai suhu $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Zhao, dkk., 2014) Zhao, dkk. (2014) mensintesis material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ pada suhu yang berbeda selama 2 jam. Pola difraksi sinar-X $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 2.6. Gambar 2.6 memperlihatkan adanya pengotor yang mungkin terbentuk. Pengotor tersebut adalah senyawa $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ yang juga menghasilkan puncak pada 2θ sekitar 25 . Puncak yang dihasilkan memiliki intensitas yang rendah, yang mengindikasikan bahwa kadar pengotor yang terbentuk tidak banyak.

Raineri, dkk. (2013) menggambarkan perubahan lokal struktur dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dari spektra Raman yang ditampilkan pada Gambar 2.7. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki modus vibrasi khas, diantaranya terletak pada $95, 120, 191, 226, 268, 327, 354, 419, 455, 537, 562, 616$, dan 849 cm^{-1} . Modus vibrasi khas ini dikarakterisasi dari kristal tunggal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Modus vibrasi diatas 200 cm^{-1} menggambarkan vibrasi atom Ti-O dalam lapisan pseudo perovskite, sementara modus vibrasi kurang dari 200 cm^{-1} menunjukkan vibrasi atom Bi-O pada lapisan Bi_2O_2 .



Gambar 2.8 Spektum Raman BIT yang disintesis dengan metode lelehan garam pada 1000 °C selama 0,5 jam (Raineri, dkk., 2013)

2.3 Sintesis Bi₄Ti₃O₁₂ dalam Perspektif Islam

Allah SWT telah berfirman dalam QS. Al-Anbiya(21)30:



Artinya: “dan Apakah orang-orang yang kafir tidak mengetahui bahwasanya langit dan bumi itu keduanya dahulu adalah suatu yang padu, kemudian Kami pisahkan antara keduanya. dan dari air Kami jadikan segala sesuatu yang hidup. Maka Mengapakah mereka tiada juga beriman?”

Ayat tersebut mengungkapkan konsep penciptaan langit dan bumi. Dalam konsep itu dinyatakan bahwa langit dan bumi merupakan satu kesatuan. “...anna al-samâwâti wa al-ardla kânâtâ ratqan...” yang berarti bahwa bumi dan langit pada dasarnya tergabung secara koheren yang terbentuk dari kumpulan atom yang saling berkaitan dan di bawah tekanan sangat kuat yang tidak dapat dibayangkan oleh akal (Shihab, M. Quraish, 2002). Ayat tersebut menunjukkan bahwa semua ciptaan Allah terbentuk secara teratur dan sistematik.

Bi₄Ti₃O₁₂ merupakan salah satu bukti penciptaan dalam skala mikroskopis yang terdiri dari lapis (Bi₂O₂)²⁺ dan lapis (Bi₂Ti₃O₁₀)²⁻. Satu-kesatuan yang kemudian dapat dimanfaatkan sebagai material fotokatalis, begitupun dengan NaCl yang bermanfaat tidak hanya untuk konsumsi manusia tapi juga sebagai media sintesis dengan metode lelehan garam.

Allah berfirman dalam QS. Al-Ashr(103)1-3:

A decorative border consisting of a repeating pattern of various symbols. The symbols include a stylized clock face, a five-petaled flower, a five-pointed star, a diamond shape, a square, and a triangle. The border is rendered in a dark color against a white background.

କୁଳାଙ୍ଗ ରେଣ୍ଡାଙ୍ଗ ପାନ୍ଦାଙ୍ଗ କୁଳାଙ୍ଗ ରେଣ୍ଡାଙ୍ଗ
କୁଳାଙ୍ଗ ରେଣ୍ଡାଙ୍ଗ ପାନ୍ଦାଙ୍ଗ କୁଳାଙ୍ଗ ରେଣ୍ଡାଙ୍ଗ
କୁଳାଙ୍ଗ ରେଣ୍ଡାଙ୍ଗ ପାନ୍ଦାଙ୍ଗ କୁଳାଙ୍ଗ ରେଣ୍ଡାଙ୍ଗ
କୁଳାଙ୍ଗ ରେଣ୍ଡାଙ୍ଗ ପାନ୍ଦାଙ୍ଗ କୁଳାଙ୍ଗ ରେଣ୍ଡାଙ୍ଗ

Artinya: "demi masa (1) Sesungguhnya manusia itu benar-benar dalam kerugian,(2) kecuali orang-orang yang beriman dan mengerjakan amal saleh dan nasehat menasehati supaya mentaati kebenaran dan nasehat menasehati supaya menetapi kesabaran.(3)"

Allah SWT bersumpah demi masa karena masa (waktu) mengandung banyak keajaiban dan pelajaran. Allah SWT menjelaskan bahwa akan merugi orang-orang yang dikuasai hawa nafsu dan mengerjakan keburukan kecuali orang-orang beriman dan mengerjakan amal shaleh (Shihab, M. Quraish, 2002).

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan variasi lama waktu pemanasan merupakan salah satu upaya meningkatkan keimanan kepada Allah SWT dengan cara *bertafakur* melalui ciptaan-Nya. Maka orang yang beruntung adalah mukmin yang senantiasa *bertafakur* terhadap ciptaan Allah SWT, yaitu termasuk golongan *ulul albab*.

BAB III

METODOLOGI

Penelitian akan dibagi menjadi tiga tahapan, yaitu (1) tahapan preparasi bahan dan pemanasan awal, (2) tahapan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam, dan (3) tahapan proses karakterisasi. Karakterisasi dan analisa material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dilakukan meliputi: (1) analisa evolusi struktur menggunakan data *X-Ray Diffraction* (XRD), (2) analisa morfologi *grain oriented ceramics* dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan (3) analisa lokal struktur dengan menggunakan spektroskopi Raman.

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian akan dilaksanakan pada bulan Maret - Juni 2018 yang bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik Edukasi dan Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Penelitian juga akan dilakukan di Laboratorium Instrumen ITB Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan antara lain seperangkat alat gelas, krus alumina, neraca analitik, tanur, oven, *hotplate*, *X-ray Diffraction* (XRD), spektroskopi Raman, dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

3.2.2 Bahan

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

3.3 Pola dan Rancangan Penelitian

1. Tahap preparasi bahan dan pemanasan awal

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

2. Tahapan sintesis bismuth titanat dengan metode lelehan garam

Proses ini mencakup sintesis dengan metode lelehan garam pada suhu 900 °C dengan variasi lama waktu pemanasan 2, 4, 8, dan 16 jam, pendinginan sampai suhu ruang, dan penghilangan kadar garam dengan air panas.

3. Tahapan proses karakterisasi

Proses ini mencakup: (1) analisa evolusi struktur menggunakan data difraksi sinar-X, (2) analisa morfologi *grain oriented ceramics* dengan menggunakan

Scanning Electron Microscopy (SEM), dan (3) analisa lokal struktur dengan menggunakan spektroskopi Raman.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal

Produk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang akan dihasilkan sebanyak tiga gram. Prekursor Bi_2O_3 dan TiO_2 yang digunakan dirangkum dalam Tabel 3.1. prekursor kemudian dihomogenkan dengan digerus dalam mortar agate selama satu jam. Sampel kemudian dipanaskan pada suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 6 jam, kemudian sampel didinginkan pada suhu ruang (Zhao, dkk., 2014; Kan, dkk., 2003).

Tabel 3.1 Komposisi prekursor

Prekusor	Massa (gr)
Bi_2O_3	3,18
TiO_2	0,82

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

Hasil preparasi bahan dan pemanasan awal kemudian ditambahkan garam dengan perbandingan mol $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan garam NaCl 1:7 yang setara dengan 4:1,4 gram. Campuran kemudian dihomogenkan dengan digerus dalam mortar agate selama satu jam. Dipanaskan dengan suhu $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ pada variasi lama waktu pemanasan 2, 4, 8, dan 16 jam.

Sampel kemudian dikeluarkan dari dalam tanur dan diletakkan diatas kertas saring dalam corong *buchner*. Produk kemudian dicuci dengan aquades hangat berulang kali sampai garam hilang. Adanya garam dapat dianalisa dengan meneteskan larutan AgNO_3 ke dalam filtrat. Terbentuknya endapan putih

mengindikasikan masih adanya garam dalam filtrat. Setelah kadar garam hilang, produk dioven pada suhu 75 °C sampai kering (Zhao, dkk., 2014).

3.4.3 Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction (XRD)*

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fasa produk. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan radiasi Cu-K α (1,54 Å) dengan rentang pengukuran pada 2θ (°) = 10-90.

3.4.4 Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan material hasil sintesis serta untuk mengetahui ukuran butiran. Sampel yang akan dikarakterisasi ditempatkan pada *sample holder* menggunakan perekat, kemudian dilapisi dengan Au. Kemudian sampel diamati dengan berbagai perbesaran, mulai 3.000–100.000 kali.

3.4.5 Karakterisasi dengan Spektroskopi Raman

Karakterisasi dengan Raman dilakukan untuk mengetahui modus vibrasi dan evolusi lokal struktur material hasil sintesis. Pengukuran pada pengujian menggunakan spektrometer Bruker-Senterra yang dilengkapi dengan mikroskop optik. Panjang gelombang laser yang digunakan adalah 532 nm dengan rentang spektra 37–1500 cm $^{-1}$ dan resolusi 2-4 cm $^{-1}$.

3.5 Analisis Data

3.5.1 Analisa Data *X-Ray Diffraction (XRD)*

Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X serbuk adalah difraktogram yang selanjutnya akan dibandingkan dengan standar

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang terdapat pada database *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD). Dari data XRD yang didapat selanjutnya dilakukan *refinement* dengan metode Le-Bail yang bertujuan untuk mengidentifikasi data kristalografi. Selain itu dari data XRD juga dapat menunjukkan kristalinitas dan kemurnian $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis.

3.5.2 Analisis Data *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Hasil karakterisasi *scanning electron microscopy* (SEM) berupa morfologi dan ukuran partikel. Pengolahan data gambar akan digunakan perangkat lunak image-J. Dari semua data akan dibandingkan morfologi partikel yang terbentuk. Untuk mengetahui pengaruh kondisi sintesis yaitu lama waktu pemanasan terhadap morfologi dan ukuran partikel.

3.5.3 Analisis Data Spektroskopi Raman

Hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang berupa serbuk dikarakterisasi dengan spektroskopi Raman berupa spektra yang menggambarkan evolusi lokal struktur. Dari spektra yang diperoleh akan diidentifikasi jenis modus vibrasinya dan akan dibandingkan dengan hasil penelitian terdahulu untuk mengetahui keberhasilan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dalam penelitian ini dilakukan dengan metode lelehan garam menggunakan garam tunggal NaCl dengan variasi lama waktu pemanasan untuk mengetahui pengaruh waktu pemanasan terhadap senyawa BIT yang dihasilkan. Variasi lama waktu yang digunakan dalam penelitian ini yaitu 2, 4, 8, dan 16 jam. Hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD), *scanning electron microscopy* (SEM), dan spektroskopi Raman.

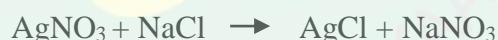
4.1 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dengan Metode Lelehan Garam

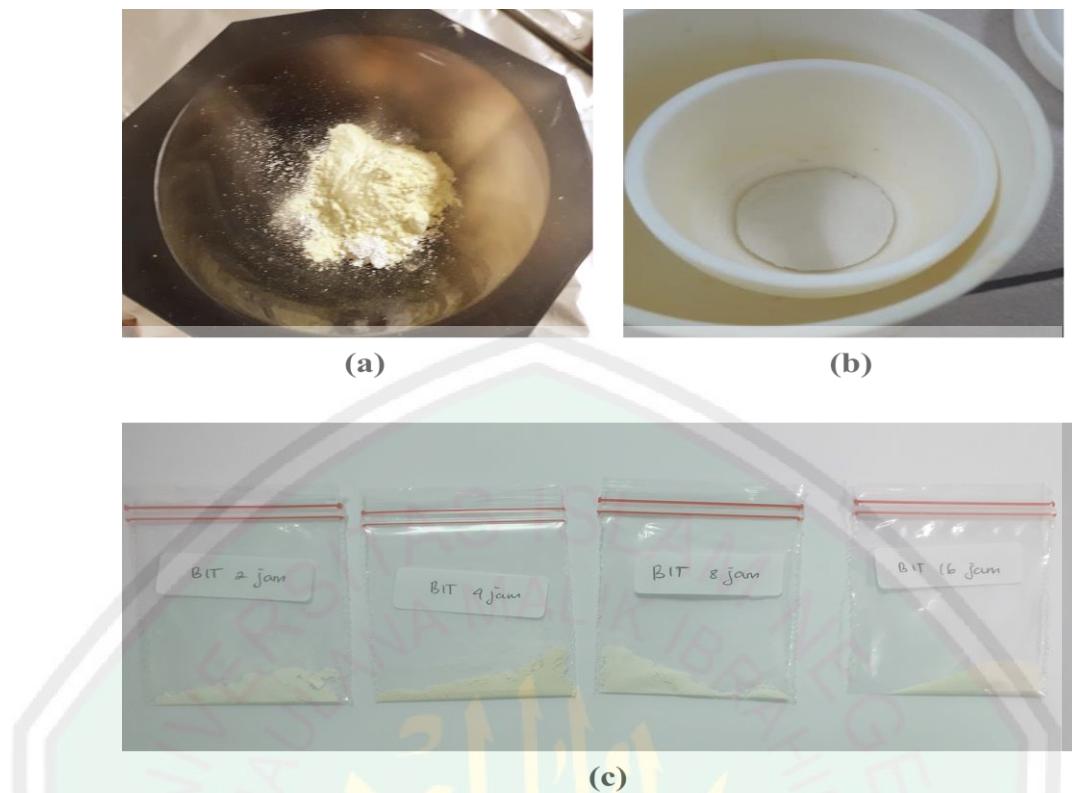
Sintesis BIT dilakukan dengan mereaksikan bismuth oksida (Bi_2O_3) dan titanium oksida (TiO_2) dengan metode lelehan garam. Tahap pemanasan awal prekursor pada suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 6 jam untuk mencegah penguapan bismuth oksida pada suhu tinggi (Zhao. Dkk., 2014; Kan, dkk., 2003). Pada tahap pemanasan awal menurut Kan, dkk., (2003) dan Rojero, dkk., (2010) senyawa BIT sudah terbentuk pada suhu $\leq 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ namun mempunyai kristalinitas yang

rendah dan masih terdapat senyawa intermediet berupa $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ seperti reaksi berikut:



Sintesis dengan metode lelehan garam menggunakan garam tunggal NaCl dengan suhu kalsinasi $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ dilakukan pada variasi lama waktu pemanasan 2, 4, 8, dan 16 jam. Menurut Ahda, dkk. (2013) lelehan garam yang cenderung stabil dan kapasitas suhu kerja yang tinggi dapat meningkatkan reaksi padatan pada oksida-oksida komplek dan dapat mengontrol karakteristik serbuk senyawa hasil sintesis. Dua mekanisme utama yang terjadi pada sintesis metode lelehan garam adalah *template-growth* dan *dissolution-precipitacion*. Pada mekanisme *template-growth*, reaktan yang terlarut dalam lelehan garam berdifusi ke permukaan reaktan yang tidak terlarut, kemudian pada mekanisme *dissolution-precipitacion* kedua reaktan terlarut dalam lelehan garam dan bereaksi membentuk fase produk. Garam NaCl yang mengeras kembali pada suhu ruang sangat mudah dihilangkan dengan aquades hangat. Identifikasi garam menggunakan AgNO_3 akan menghasilkan endapan putih berupa AgCl seperti pada reaksi berikut:





Gambar 4.1 (a) Sampel BIT sebelum pemanasan, (b) Sampel BIT sesudah pemanasan, dan (c) Hasil sintesis BIT dengan metode lelehan garam NaCl pada variasi lama waktu pemanasan 2, 4, 8, dan 16 jam

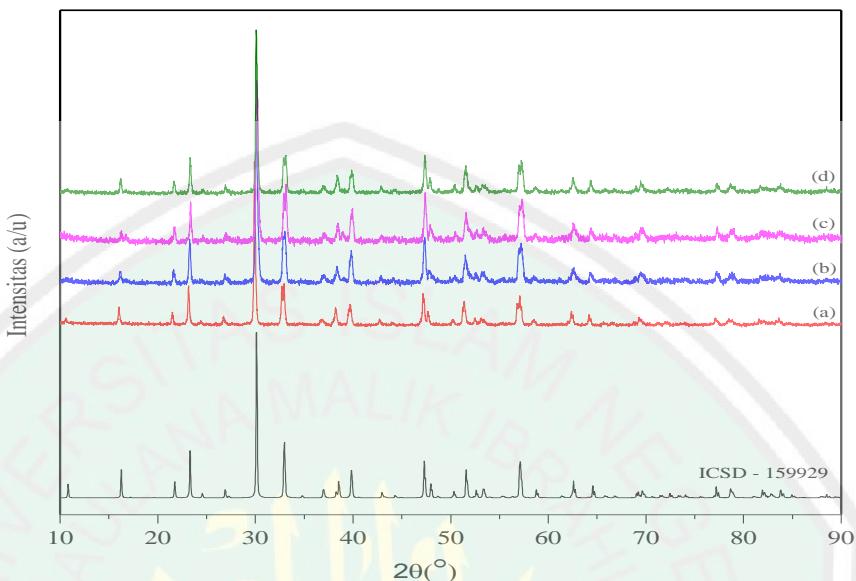
Perbandingan warna prekusor dan sampel ditunjukkan pada Gambar 4.1.

Pada awalnya sampel berwarna kuning dan berubah menjadi lebih putih (Gambar 4.1 (a) dan (b)), hal ini mengindikasikan bahwa telah terjadi reaksi kimia pada proses pemanasan menggunakan metode lelehan garam. Adapun hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.1 (c). Warna dari BIT hasil sintesis dengan metode lelehan garam cenderung putih kekuningan.

4.2 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) menggunakan difraksi sinar-X (XRD)

Hasil sintesis BIT dengan metode lelehan garam dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristalnya. Difraktogram hasil sintesis dibandingkan dengan standar ICSD BIT (No. 159929)

dengan grup ruang $B2cb$. Difraktogram sampel dan data standar ditampilkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Difraktogram BIT dengan metode lelehan garam variasi waktu lama pemanasan (a) 2 (b) 4 (c) 8 dan (d) 16 jam

Dari hasil perbandingan diketahui bahwa difraktogram hasil sintesis BIT sesuai dengan standar, dibuktikan dengan tidak adanya puncak-puncak difraksi dari pengotor. Puncak tertinggi difraktogram hasil sintesis BIT dengan metode lelehan garam terletak pada $2\theta:30^\circ$ yang merupakan puncak khas dari BIT. Dari perbandingan keempat difraktogram mempunyai pola yang sama, hal ini mengindikasikan bahwa waktu pemanasan tidak berpengaruh pada fasa senyawa BIT yang diperoleh.

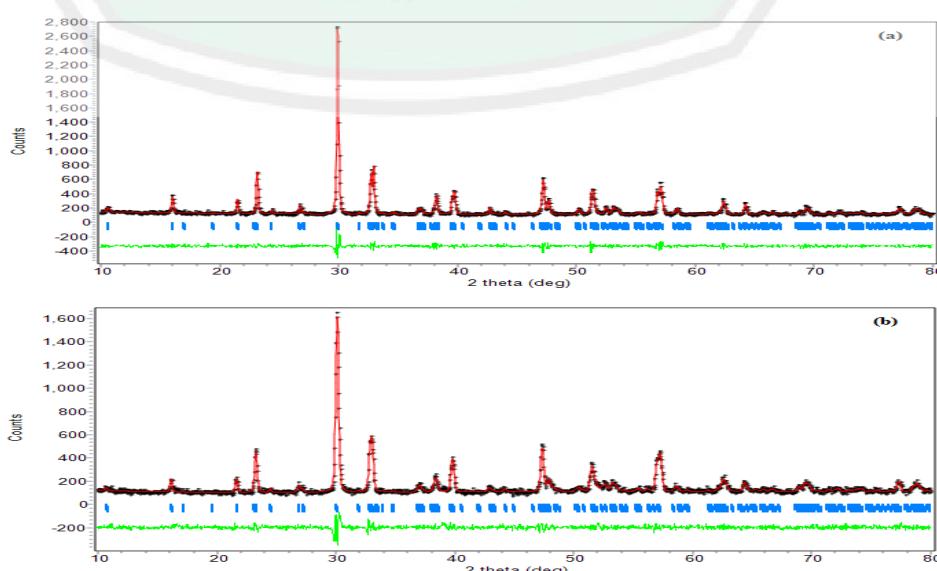
4.3 Refinement Data Difraksi Sinar-X (XRD) Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT)

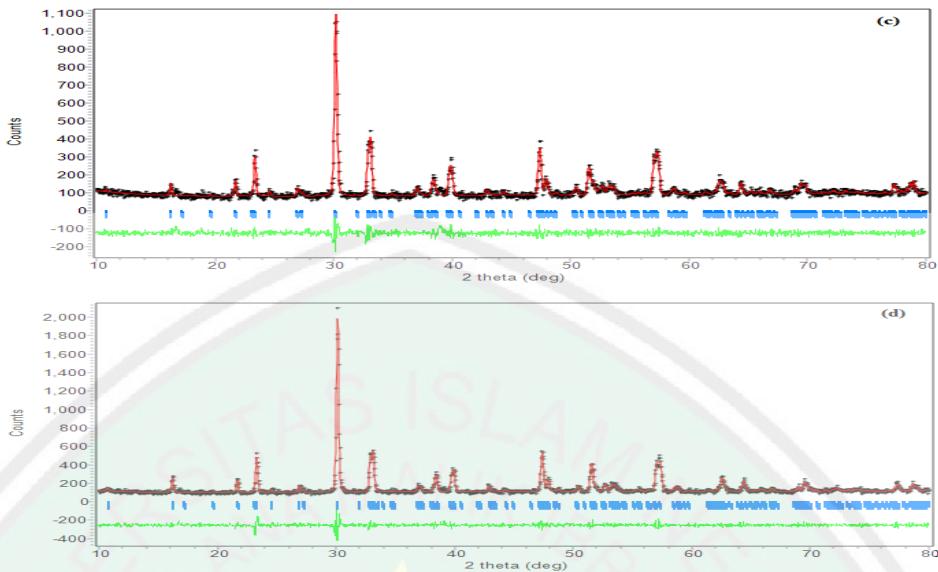
Proses *refinement* dilakukan untuk memperoleh data kristalografi senyawa BIT. *Refinement* menggunakan program Rietica dengan menggunakan metode Le Bail. Parameter yang digunakan dalam *refinement* ini adalah standar ICSD BIT

(No. 159929) dengan grup ruang $B2cb$ dan kisi kristal orthorombik dengan parameter kisi $a = 5,4370$ (\AA), $b = 5,4260$ (\AA), $c = 32,6833$ (\AA) dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Plot hasil refinement ditampilkan pada Gambar 4.3.

Data hasil refinement dirangkum pada Tabel 4.1. Nilai R_p dan R_{wp} sampel hasil sintesis masih dalam rentang rendah kurang dari 20%. Nilai R_p menunjukkan perbedaan antara data observasi dan kalkulasi, sedangkan R_{wp} merupakan berat residual, sehingga jika persen R_p dan R_{wp} rendah maka data hasil sintesis semakin baik. Nilai R_p dan R_{wp} paling rendah yaitu sintesis BIT dengan lama waktu pemanasan 2 jam ($R_p = 7,51\%$ dan $R_{wp} = 8,40\%$) dan nilai R_p dan R_{wp} paling tinggi yaitu sintesis BIT dengan lama waktu pemanasan 8 jam ($R_p = 8,34\%$ dan $R_{wp} = 10,10\%$).

Peningkatan waktu pemanasan menyebabkan perubahan panjang sisi dari struktur BIT, hal ini tampak dari perbedaan panjang sisi a , b , dan c hasil sintesis yang berbeda dengan standar ICSD BIT, namun selisihnya tidak terlalu signifikan karena $\leq 0,01$. Selain itu perubahan panjang sisi tidak berpengaruh pada kemurnian fasa BIT karena panjang sisi bukan merupakan parameter untuk menentukan tingkat kemurnian sampel.





Gambar 4.3 Hasil *refinement* BIT dengan metode lelehan garam variasi waktu lama pemanasan (a) 2, (b) 4, (c) 8, dan (d) 16 jam

Tabel 4.1 Data kristalografi hasil *refinement*

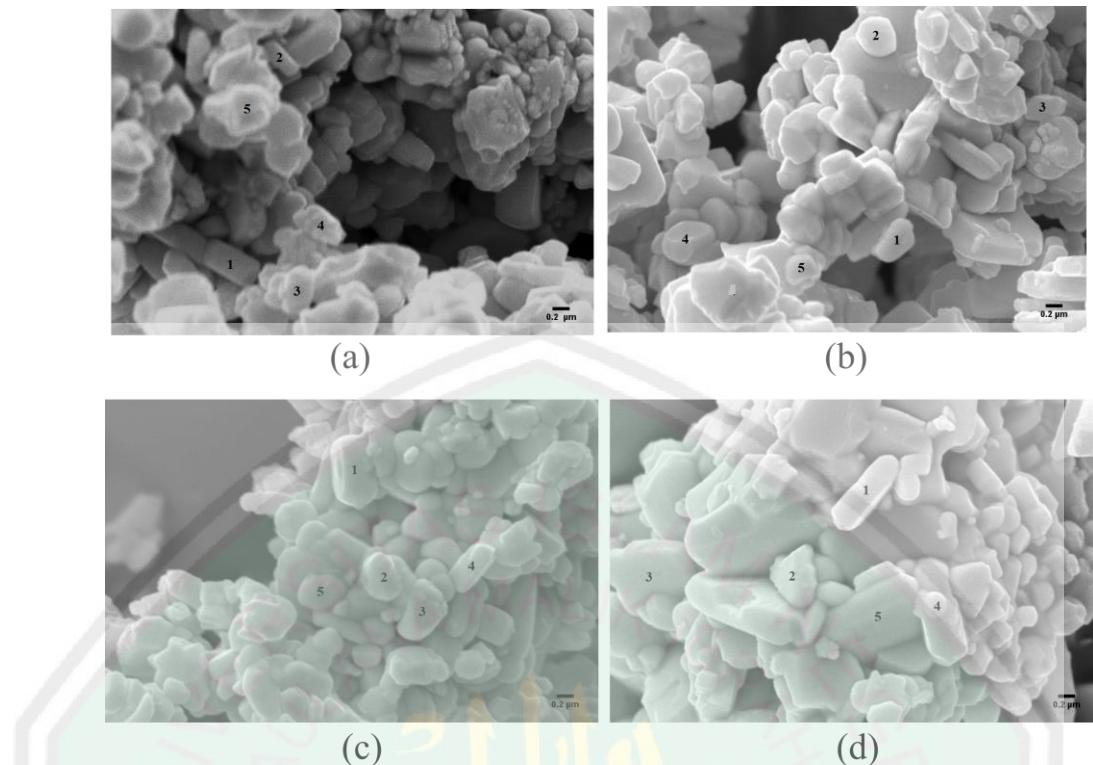
Parameter	2 jam	4 jam	8 jam	16 jam
Sistem Kristal	Orthorombik	Orthorombik	Orthorombik	Orthorombik
Grup Ruang	B2cb	B2cb	B2cb	B2cb
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4	4	4	4
Panjang a (Å)	5,435828	5,443631	5,434848	5,452045
Panjang b (Å)	5,404723	5,422323	5,413265	5,408976
Panjang c (Å)	32,683300	32,719959	32,683620	32,683300
Volume Sel (V)	960,207397	965,799011	961,560974	963,829895
R_p (%)	7,51	7,86	8,34	7,80
R_{wp} (%)	8,40	9,62	10,10	10,48
$GoF (X^2)$	0,3511	0,2905	0,1767	0,3528

4.4 Karakterisasi Morfologi Partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dari sampel BIT hasil sintesis. Hasil karakterisasi menggunakan SEM

ditampilkan pada Lampiran 5 dan gambar yang sudah dianalisis dengan perangkat lunak Image-J dengan skala $0.2 \mu\text{m}$ ditampilkan pada Gambar 4.4.

Gambar 4.4 menunjukkan bahwa semua sampel ditemukan aglomerasi dan partikel yang tumpang tindih membentuk agregat. Terbentuknya aglomerasi dan agregat dapat menurunkan aktivitas fotokatalis karena luas permukaan menjadi lebih kecil. Pada penelitian terdahulu oleh Marella, dkk. (2017) ditemukan bahwa pada suhu $\geq 900^\circ\text{C}$ partikel BIT dengan bentuk *plate-like* semakin membesar dan agregat akan berkurang dimana hal ini menunjukkan bahwa semakin besar suhu maka akan memberikan energi pertumbuhan yang semain besar. Sedangkan pada penelitian oleh Rodhiyah, dkk. (2018) menyatakan bahwa semain besar rasio mol NaCl akan diperoleh ukuran partikel yang besar dan tidak ada aglomerasi. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi media akan menyebabkan pertumbuhan kristal menjadi lebih baik. Pada penelitian ini diperoleh hasil bahwa lama pemanasan 2 jam masih ditemukan banyak aglomerasi yang menunjukkan bahwa proses pertumbuhan kristal masih belum maksimal dan pada waktu lebih lama ukuran partikel menjadi lebih besar. Hal ini menunjukkan bahwa lama pemanasan berhubungan dengan proses pertumbuhan kristal. Zhao, dkk. (2014) menyatakan bahwa proses pertumbuhan kristal BIT terjadi *epitaxial growth* dimana partikel kecil akan berkurang jumlahnya karena meningkatnya energi permukaan partikel, sehingga ketebalan partikel tidak berubah dan pertumbuhan di daerah tepian menjadi proses utama.



Gambar 4.4 Hasil SEM sintesis BIT dengan metode lelehan garam variasi waktu lama pemanasan (a) 2 (b) 4 (c) 8 dan (d) 16 jam

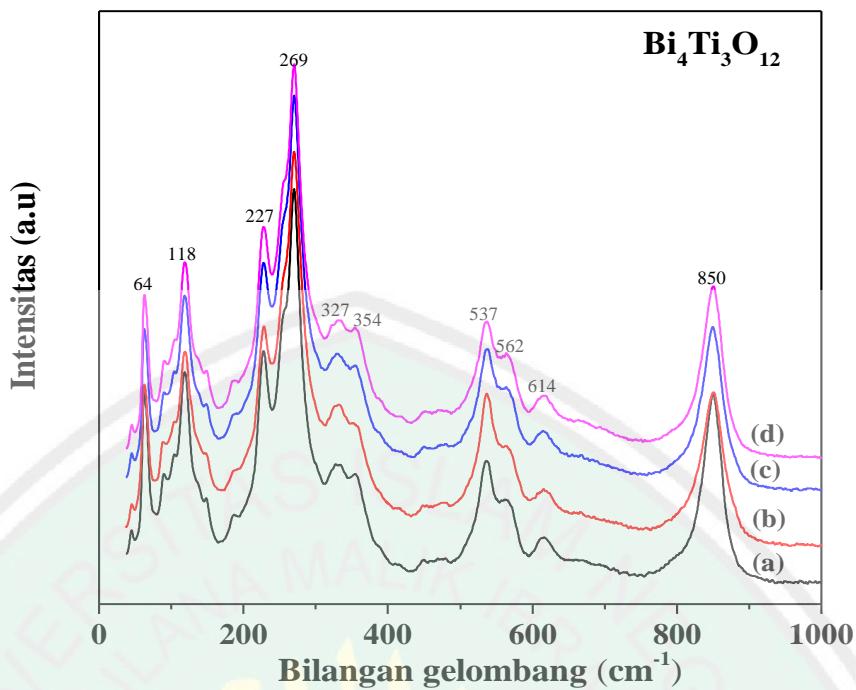
Ukuran partikel diukur dengan menggunakan piranti lunak Image-J yang tahap-tahapnya ditampilkan pada Lampiran 6. Hasil dari pengolahan data tersebut dirangkum pada Tabel 4.2. Dari Tabel 4.2 dapat dilihat bahwa semakin lama waktu pemanasan rentang ukuran luas partikel *plate-like* dari sampel BIT juga semakin meningkat. Hal ini mengindikasi bahwa meningkatnya waktu kalsinasi menyebabkan pertumbuhan kristal terjadi lebih lama sehingga ukuran partikel juga semakin meningkat. Liu, dkk. (2015) menyatakan bahwa lama waktu pemanasan berpengaruh pada morfologi partikel dimana dengan meningkatnya lama waktu pemanasan partikel menjadi lebih homogen (seragam) dan ukuran partikel semakin besar.

Tabel 4.2 Ukuran partikel

Waktu pemanasan	Partikel	P (μm)	L (μm)	Luas (μm^2)	Rentang (μm^2)
2 Jam	1	0,687	0,353	0,243	
	2	0,503	0,195	0,098	
	3	0,595	0,392	0,233	0,098-0,303
	4	0,629	0,336	0,211	
	5	0,672	0,451	0,303	
4 Jam	1	0,56	0,304	0,17	
	2	0,494	0,423	0,209	
	3	0,525	0,296	0,155	0,118-0,349
	4	0,684	0,511	0,349	
	5	0,377	0,314	0,118	
8 Jam	1	0,886	0,466	0,395	
	2	0,552	0,413	0,228	
	3	0,675	0,43	0,29	0,22-0,395
	4	0,677	0,33	0,22	
	5	0,566	0,466	0,264	
16 Jam	1	1,045	0,344	0,359	
	2	0,645	0,513	0,33	
	3	1,021	0,968	0,988	0,33-0,988
	4	1,264	0,484	0,612	
	5	1,252	0,787	0,985	

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

Karakterisasi dengan spektra Raman dilakukan untuk mengidentifikasi modus vibrasi senyawa BIT. Spektra Raman senyawa BIT ditampilkan pada Gambar 4.5. Puncak-puncak yang terbentuk merupakan modus vibrasi eksternal dan internal dari unit perovskit $(\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10})^{2-}$ dan lapis bismuth $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$. Gambar 4.5 menunjukkan bahwa spektra Raman BIT hasil sintesis memiliki kesesuaian dengan hasil penelitian Golda, dkk. (2011) dan Raineri, dkk. (2013). Hal ini dibuktikan dengan tidak adanya pergeseran maupun munculnya puncak-puncak baru.



Gambar 4.5 Spektra Raman BIT hasil sintesis dengan metode lelehan garam variasi waktu lama pemanasan (a) 2, (b) 4, (c) 8, dan (d) 16 jam

Kesesuaian modus vibrasi sampel BIT hasil sintesis dengan penelitian yang dilakukan oleh Golda, dkk. (2011) dan Raineri, dkk. (2013) dirangkum pada Tabel 4.3. Kesesuaian ini menunjukkan bahwa pada semua variasi lama waktu pemanasan telah terbentuk senyawa BIT dengan baik. Gambar 4.5 juga memperlihatkan bahwa pada semua variasi waktu pemanasan tidak ada pergeseran puncak maupun munculnya vibrasi dari pengotor. Hal ini mengindikasikan bahwa lama waktu pemanasan tidak mengubah bentuk lokal struktur dari senyawa BIT.

Tabel 4.3 Modus vibrasi khas senyawa BIT (Golda, dkk. (2011); Raineri, dkk. (2013))

Modus vibrasi (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 TiO₆</i>
327 dan 354	<i>Bending-streching TiO₆</i>
537, 562 dan 850	<i>Streching TiO₆</i>

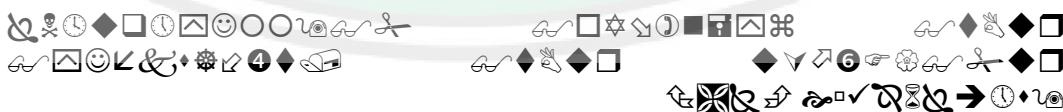
4.6 Manfaat Bi₄Ti₃O₁₂ (BIT) dalam Perspektif Islam

Allah SWT telah berfirman dalam QS. Shaad(38)27:



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.*”

Allah tidak menciptakan langit dan bumi serta apa saja yang berada di antara keduanya dengan sia-sia. Allah SWT menciptakan langit dan bumi dengan kebenaran dan untuk kebenaran. Maka celakalah orang-orang yang tidak beriman terhadap keagungan Allah SWT (Shihab, M. Quraish, 2002). Begitupun dengan Bi₄Ti₃O₁₂ yang bermanfaat sebagai material fotokatalis. Bi₄Ti₃O₁₂ digunakan untuk mendegradasi limbah organik menjadi CO₂ dan H₂O. Al-quran juga menekankan dalam QS. Ad-Dukhan(44)38:



Artinya: “*dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya dengan bermain-main.*”

Ciptaan Allah terbentuk secara teratur dan sistematik. Allah tidak menciptakan langit dan bumi beserta isinya tanpa mengandung hikmah (manfaat). Begitupun dengan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dapat digunakan sebagai material, begitupun dengan NaCl yang bermanfaat tidak hanya untuk konsumsi manusia tapi juga sebagai media sintesis dengan metode lelehan garam.



5.1 Kesimpulan

Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) disintesis dari prekursor Bi_2O_3 dan TiO_2 dengan metode lelehan garam menggunakan garam tunggal NaCl. Data spektra Raman dan difraksi sinar-X menunjukkan bahwa variasi lama waktu pemanasan tidak mempengaruhi struktur dan kemurnian senyawa BIT. Morfologi partikel yang ditampilkan oleh data *scanning electron microscopy* (SEM) menunjukkan bahwa

variasi lama waktu pemanasan mempengaruhi ukuran partikel, ukuran partikel semakin meningkat seiring meningkatnya waktu pemanasan.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian ini ke depan antara lain:

1. Digunakan variasi lama waktu pemanasan yang lebih tinggi untuk mengetahui ukuran maksimal partikel BIT
2. Dilakukan peningkatan suhu dan rasio mol NaCl untuk mengurangi aglomerasi

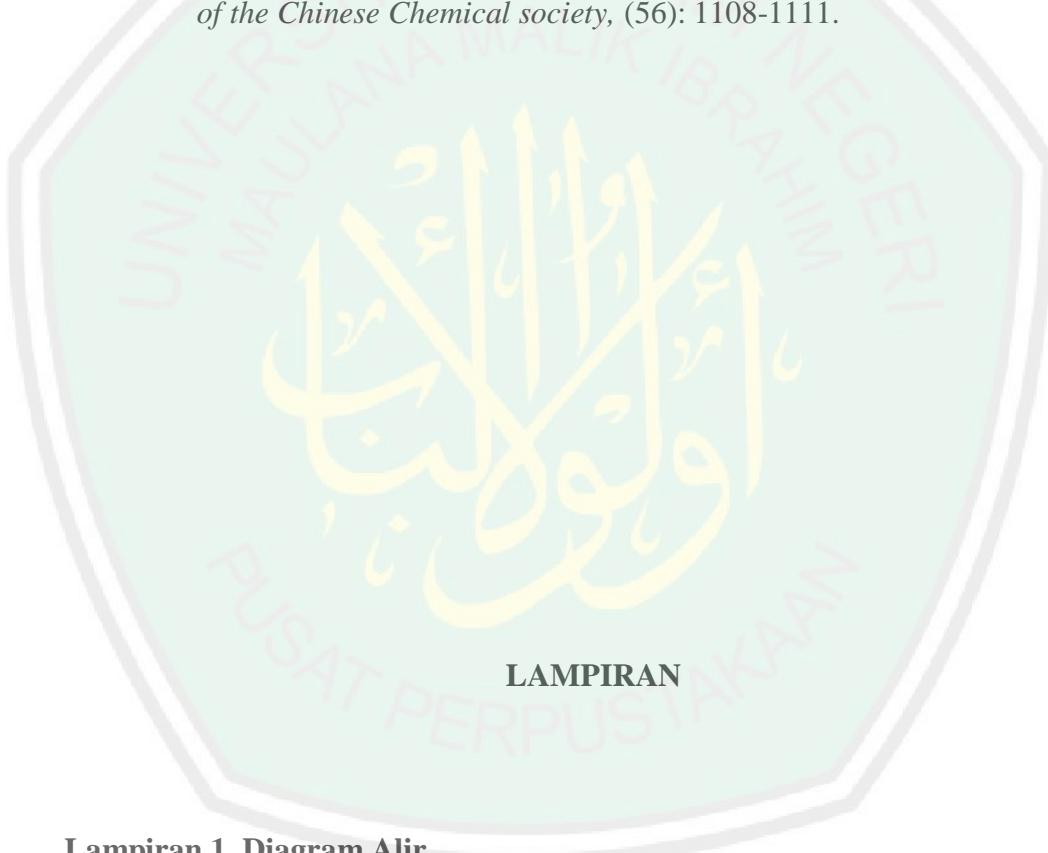
DAFTAR PUSTAKA

- Ahda, S., Mardiyanto, Alimin Mahyudin. 2013. Aplikasi Metode *Molten Salt* Untuk Sintesis Piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$. *Indonesian Journal of Material Science*, (14): 284-289.
- Alfaro, S., Obregon, A., Martinez-de la Cruz, Letticia M., Torres-Martinez, S., W., Lee. 2010. Remove of Marine Plankton by Photocatalysts with Aurivillius-type Structure. *Catalysis Communication*, (11): 326-330.
- 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.
- Ding, Jun, Ding Guo, Chengji Deng, Hongxi Zhu, Chao Yu. 2017. Low-temperature Synthesis of Nanocrystalline ZrC Coatings on Flake Graphite by Molten Salts. *Applied Surface Science*, 407, 315-321.

- Golda, R., Anlin, A. Marikani, dan D. Pathinettam Padian. 2011. Mechanical Synthesis and Characterization of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanopowders, *Ceramics International*, (37): 3731-3735.
- He, Hongquan, Jiao Yin, Yingxuan Li, Ying Zhang, Hengshan Qiu, Jinbao Xu, Tao Xu, Chuanyi, Wang. 2014. Size Controllable Synthesis of Single Crystal Ferroelectric $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheet Dominated With {0 0 1} Faced Toward Enhanced Visible Light Driven Photocatalytic Activities, *Applied Catalysis B: Environmental*, (156-157): 35-43.
- Kan, Yanmei, Xihai Jin, Peiling Wang, Yongxiang Li, Yi-Bing Cheng, Dongsheng Yan. 2003. Anisotropic Grain Growth of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ in Molten Salt Fluxes, *Materials Research Bulletin*, (38): 567-576.
- Kimura, T. 2011. *Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders. Advances in Ceramics-Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications*. Rijeka: InTech.
- Lazarevic, Z., Stojanovic, B. D., Varela, J. A. 2005. An Approach to Analyzing Synthesis, Structure and Properties of Bismuth Titanate Ceramics. *Science of Sintering*, (37): 199–216.
- Liu, Yongbao, Gangqiang Zhu, Jianzhi Gao, Mirabbos Hojamberdiev, Hongbin Luo, Runliang Zhu, Xiumei Wei, Peng Liu. 2016. A Novel $\text{CeO}_2/\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Composite Heterojunction Structure with an Enhanced Photocatalytic Activity for Bisphenol A. *Journal of Alloys and Compounds*.
- Liu, Zidong, Shuang Liang, Shuyi Li, YingYing Zhu, Xinhua Zhu. 2015. Synthesis, Microstructural Characterization, and Dielectric Properties of BiFeO_3 Microcrystal Derived from Molten Salt Method. *Ceramics International*, S0272-8842(15)00660-4.
- Marella, Sheley Dea. 2017. *Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Bismuth Titanat dengan Metode Lelehan Garam*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Ozen, Murat, Myrjam Mertens, Frans Snijkers, Hands D'Hont, Pegie Cool. 2016. Molten-salt Synthesis of Tetragonal Micron-sized Barium Titanate from a Peroxo-hydroxide Precursor, *Advanced Powder Technology*, (111): 111-111.
- Raineri, M.G.A, E.C., Aguiar, M., Cilense, A.Z., Simoes, J.A., Varela. 2013. Synthesis of Bismuth Titanate Templates Obtained by The Molten Salt Method, *Ceramics International*, (39): 7291-7296.

- Ramana, E.V., Prasad, N.V., Tobaldi, D.M., Zavasnik, J., Singh, M.K., Hortiguela, M.J., Seabra, M. P., Prasad, G., and Valente, M. A. 2017. Effect of Samarium and Vanadium Co-doping on Structure, Ferroelectric and Photocatalytic Properties of Bismuth Titanate, *RSC Adv*, (7): 9680.
- Rodhiyah, Nurul. 2018. Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dengan Variasi Rasio Mol BIT:NaCl Menggunakan Metode Lelehan Garam. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Rojero, M. G., J. J. Romero, F. Rubio-Marcos, J. F. Fernandez. 2010. Intermediate Phase Formation During The Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ by Solid State Reaction. *Ceramics International*, (36): 1319-1325.
- Sanson, A dan Whatmore, R.W. 2005. Phase Diagram of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - BaTiO_3 - $(\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5})\text{TiO}_3$ System. *Journal American Ceramic Society*, 88(11): 3147-3153.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir Al-Misbah (Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Quran)* Vol. 7. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir Al-Misbah (Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Quran)* Vol. 8. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir Al-Misbah (Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Quran)* Vol.12. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir Al-Misbah (Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Quran)* Vol. 13. Jakarta: Lentera Hati.
- Sikalidis, C. 2001. Advances in Ceramics Synthesis and Processing and Specific. Rijeka: InTech.
- Toyoda, M., Payne, D. A. 1993. Synthesis and Characterization of an Acetate Alkoxide Precursor for Sol Gel Derived $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, *Material Letter*, (18): 84-88.
- Tu, Suchen, Hongwei Huang, Tierui Zhang, Yihe Zhang. 2017. Controllable Synthesis of Multi-responsive Ferroelectric Layered Perovskite-like $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$: Photocatalysis and Piezoelectric-catalysis and Mechanism Insight. *Applied Catalysis B: Environmental*.
- Wang, J., X. M. Fan, Z. W. Zhou, K. Tian. 2011. Preparation of Ag Nanoparticles Coated Tetrapod-like ZnO Whisker Photocatalysts Using Photoreduction. *Materials Science and Engineering B*, (176): 978-983.

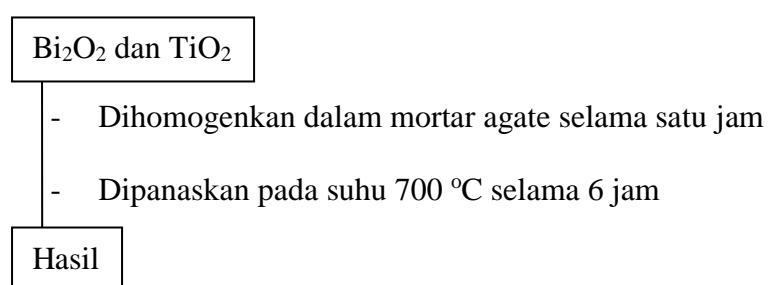
- Zhang, C. S. dan Guo, C.J. 2011. Synthesis of Plated-like Template $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Particles and Properties, *Advanced Materials Research*, (239-242): 2170-2173.
- Zhao, Zhihao, Xiaolei Li, Huiming Ji, Minyang Deng. 2014. Formation Mechanism of Plate-like $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Particles in Molten Salt Fluxes, *Integrated Ferroelectric*, (154): 154-158.
- Zhou, Xuefan, Zhong Wu, Chao Jiang, Hang Luo, Zhongna Yan, Dou Zhang. 2018. Molten Salt Synthesis and Characterization of Lead-free $(1-x)\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3-x\text{SrTiO}_3$ ($x = 0, 0.10, 0.26$) Whiskers. *Ceramics International*.
- Zulhadjri, Prijamboedi B., Nugroho A.A., dan Ismunandar. 2009. Synthesis and Structure Analysis of Aurivillius Phases $\text{Pb}_{1-x}\text{Bi}_{4+x}\text{Ti}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$, *Journal of the Chinese Chemical society*, (56): 1108-1111.



LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

1. Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal



2. Sintesis dengan Metode Lelehan Garam

Sampel dan garam dengan perbandingan mol 1:7

- Dihomogenkan dalam mortar agate selama satu jam
- Dipanaskan dengan suhu 900 °C selama 2 jam
- Dilakukan juga ketiga perlakuan diatas untuk sampel lain dengan suhu 4, 8 dan 16 jam
- Dikeluarkan sampel dari tanur
- Diletakkan diatas kertas saring dalam corong buchner
- Dicuci dengan air hangat berulang kali
- Dilakukan pengecekan garam NaCl dengan diteteskan larutan AgNO₃ kedalam filtrat
- Dikeringkan pada suhu 90 °C sampai kering

Hasil

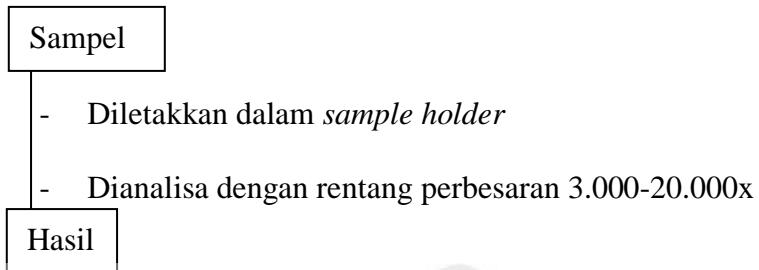
3. Karakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Sampel

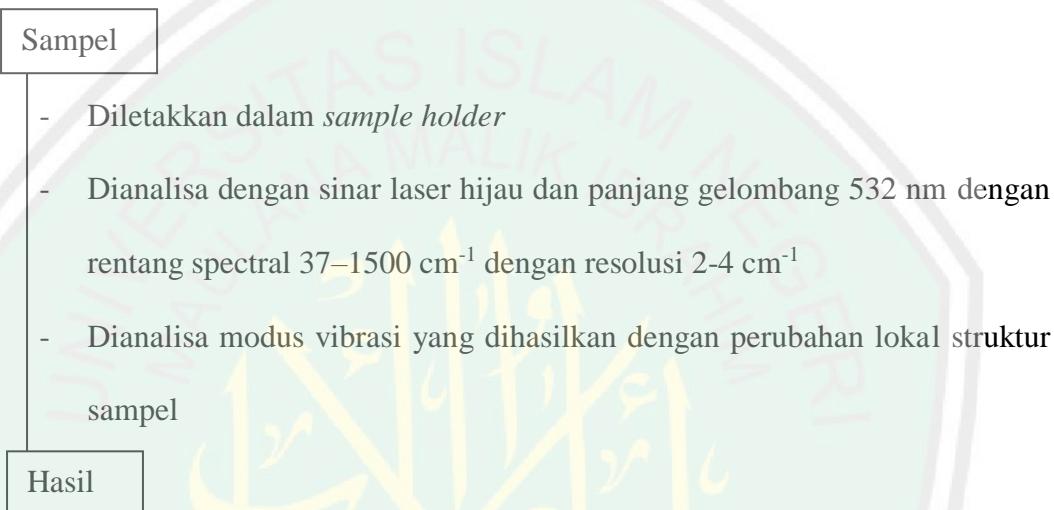
- Diletakkan dalam *sample holder*
- Dianalisa pada rentang 2θ (°) = 10-90 menggunakan radiasi Cu-Kα (1,54 Å)
- Dilakukan *refinement* menggunakan perangkat lunak Rietica

Hasil

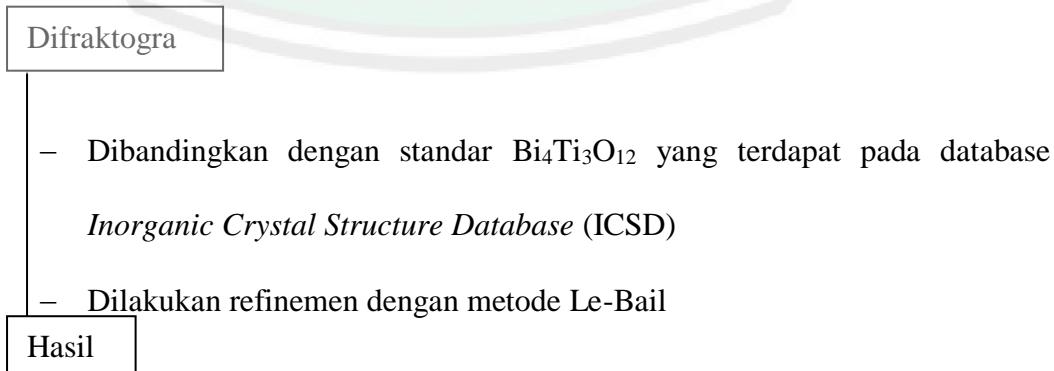
4. Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)



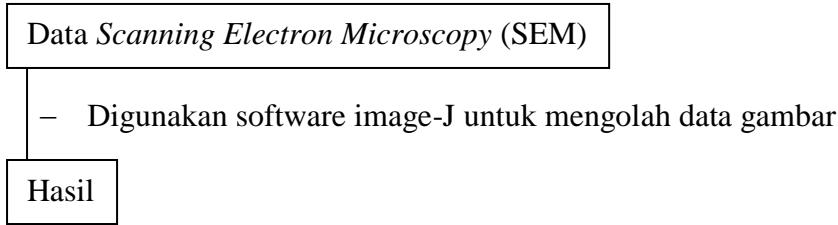
5. Karakterisasi dengan Spektroskopi Raman



6. Analisis Data X-Ray Diffraction (XRD)



7. Analisis Data Scanning Electron Microscopy (SEM)



8. Analisa dengan Spektroskopi Raman



Lampiran 2. Perhitungan

Reaksi yang terjadi pada sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah:



Diketahui:

- Target massa produk adalah 4 gram
- Perbandingan mol prekursor $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{NaCl}$ adalah 1:7

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

Diketahui:

$$\text{Mr } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 1171,64 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa target } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 4 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{mol } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} &= \frac{\text{massa } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}}{\text{Mr } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}} \\ &= \frac{4 \text{ gram}}{1171,64 \text{ g/mol}} \\ &= 3,41 \times 10^{-3} \text{ mol} \end{aligned}$$

2. Mol Bi_2O_3

Diketahui:

$$\text{mol } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 3,41 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{mol } \text{Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{2}{1} \times \text{mol } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} \\ &= \frac{2}{1} \times 3,41 \times 10^{-3} \text{ mol} \\ &= 6,82 \times 10^{-3} \text{ mol} \end{aligned}$$

3. Mol TiO_2

Diketahui:

$$\text{mol } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 3,41 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\text{mol } \text{TiO}_2 = \frac{3}{1} \times \text{mol } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{3}{1} \times 3,41 \times 10^{-3} \text{ mol} \\
 &= 10,23 \times 10^{-3} \text{ mol}
 \end{aligned}$$

4. Mol NaCl

Diketahui:

$$\text{mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 3,41 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}
 \text{mol NaCl} &= \frac{7}{1} \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} \\
 &= \frac{7}{1} \times 3,41 \times 10^{-3} \text{ mol} \\
 &= 23,87 \times 10^{-3} \text{ mol}
 \end{aligned}$$

5. Massa Bi₂O₃

Diketahui:

$$\text{mol Bi}_2\text{O}_3 = 6,82 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\text{Mr Bi}_2\text{O}_3 = 466 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned}
 \text{massa Bi}_2\text{O}_3 &= \text{mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Bi}_2\text{O}_3 \\
 &= 6,82 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 466 \text{ g/mol} \\
 &= 3,18 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

6. Massa TiO₂

Diketahui:

$$\text{mol TiO}_2 = 10,23 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\text{Mr TiO}_2 = 79,88 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa TiO}_2 = \text{mol TiO}_2 \times \text{Mr TiO}_2$$

$$\begin{aligned}
 &= 10,23 \times 10 - 3 \text{ mol} \times 79,88 \text{ g/mol} \\
 &= 0,82 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

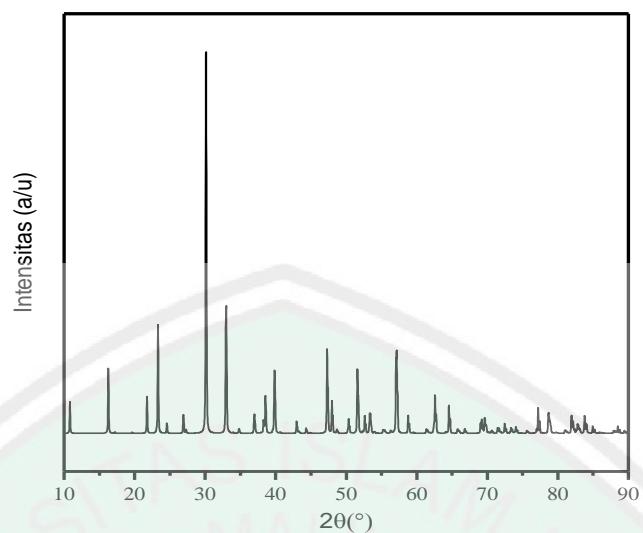
7. Massa NaCl

Diketahui:

$$\begin{aligned}
 \text{mol NaCl} &= 23,87 \times 10^{-3} \text{ mol} \\
 \text{Mr NaCl} &= 58,5 \text{ g/mol} \\
 \text{massa NaCl} &= \text{mol NaCl} \times \text{Mr NaCl} \\
 &= 23,87 \times 10 - 3 \text{ mol} \times 58,5 \text{ g/mol} \\
 &= 1,4 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Lampiran 3. Standar Database XRD

Data ICSD No. 159929



Gambar L.3.1 Difraktogram standar database $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ No. 159929

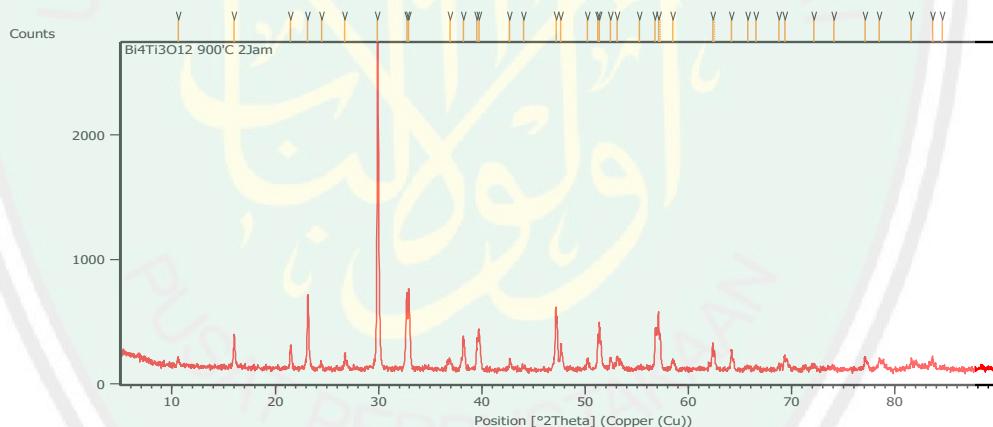
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD

Karakterisasi menggunakan alat XRD merk Philip di Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Surabaya

Tipe Difraktometer	XPert MPD
Nomer Difraktometer	1
Material Anoda	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Angle Range Data	5.0000-90.0000 ($^{\circ}2\theta$)

L. 4. 1 Pola Difraksi Material

L. 4. 1. 1 Hasil Karakterisasi XRD Bi₄Ti₃O₁₂ variasi lama waktu pemanasan 2 jam

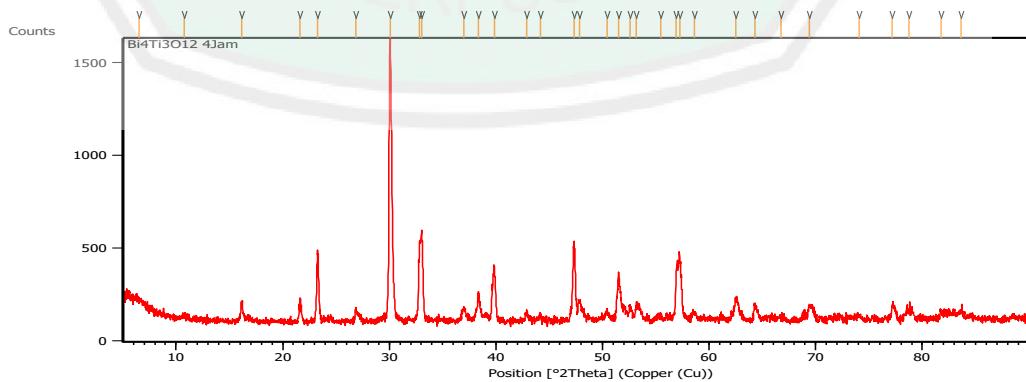


Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.5995	66.55	0.1171	8.34654	2.58
16.0369	267.21	0.1004	5.52676	10.35
21.4971	186.46	0.1171	4.13374	7.22
23.1457	583.01	0.1338	3.84290	22.59
24.4598	42.57	0.2007	3.63934	1.65
26.7496	121.74	0.1338	3.33277	4.72
29.8938	2581.36	0.1338	2.98901	100.00
32.7172	582.41	0.1171	2.73723	22.56
32.9281	648.36	0.0836	2.72019	25.12
36.9533	68.72	0.4015	2.43260	2.66

38.1987	279.28	0.0502	2.35611	10.82
39.5212	221.96	0.1224	2.27838	8.60
39.7031	336.14	0.0836	2.27024	13.02
42.7005	95.04	0.0836	2.11756	3.68
44.0067	24.22	0.3346	2.05769	0.94
47.1694	505.97	0.0669	1.92684	19.60
47.6415	210.40	0.1004	1.90884	8.15
50.1919	73.23	0.1338	1.81767	2.84
51.2304	258.81	0.0816	1.78176	10.03
51.3548	358.55	0.0669	1.77921	13.89
52.4543	101.14	0.1338	1.74447	3.92
53.0996	101.17	0.1673	1.72479	3.92
55.2289	21.46	0.4015	1.66323	0.83
56.7909	328.85	0.1020	1.61979	12.74
57.0836	465.41	0.1020	1.61218	18.03
57.2738	246.82	0.0612	1.61127	9.56
58.4867	71.74	0.3264	1.57680	2.78
62.3592	216.63	0.1428	1.48786	8.39
62.5307	150.25	0.0612	1.48788	5.82
64.1742	152.34	0.1224	1.45009	5.90
65.7308	27.34	0.4896	1.41947	1.06
66.5007	30.66	0.4080	1.40489	1.19
68.7258	40.44	0.3264	1.36473	1.57
69.3120	117.35	0.1224	1.35461	4.55
72.1485	32.61	0.4896	1.30818	1.26
74.0401	24.81	0.6528	1.27937	0.96
77.1241	93.16	0.1224	1.23572	3.61
78.4571	77.56	0.1224	1.21803	3.00
81.5733	83.93	0.1632	1.17919	3.25
83.6216	88.07	0.1632	1.15544	3.41
84.6016	20.59	0.4896	1.14454	0.80

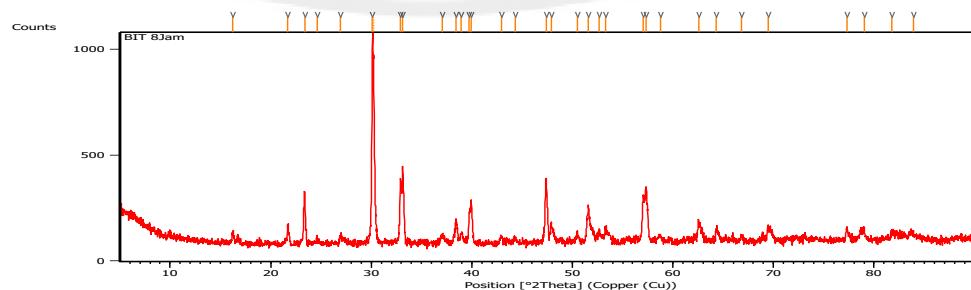
L. 4. 1. 2 Hasil Karakterisasi XRD Bi₄Ti₃O₁₂ variasi lama waktu pemanasan 4 jam



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.5277	18.13	0.8029	13.54086	1.19
10.7714	15.77	0.4015	8.21372	1.03
16.1598	110.05	0.1338	5.48499	7.22
21.6303	130.92	0.0669	4.10858	8.59
23.2364	335.13	0.1004	3.82809	21.98
26.8564	57.84	0.1004	3.31976	3.79
30.0788	1524.82	0.1840	2.97105	100.00
32.8434	425.60	0.1004	2.72700	27.91
33.0363	467.48	0.0836	2.71152	30.66
36.9899	65.20	0.4015	2.43028	4.28
38.3491	148.77	0.1673	2.34722	9.76
39.8798	249.86	0.2007	2.26059	16.39
42.8839	59.16	0.2007	2.10893	3.88
44.1806	36.35	0.2007	2.05000	2.38
47.3721	383.61	0.0836	1.91907	25.16
47.8548	100.86	0.2007	1.90083	6.61
50.4035	46.84	0.3346	1.81053	3.07
51.5069	258.09	0.0836	1.77431	16.93
52.6112	70.70	0.2007	1.73964	4.64
53.1883	97.06	0.1338	1.72212	6.37
55.4757	22.61	0.4684	1.65641	1.48
56.9109	238.34	0.0836	1.61800	15.63
57.2438	337.90	0.2007	1.60938	22.16
58.6103	33.35	0.3346	1.57507	2.19
62.4719	117.98	0.1673	1.48668	7.74
64.2731	84.48	0.2007	1.44930	5.54
66.7448	20.60	0.4015	1.40150	1.35
69.4169	79.81	0.2007	1.35394	5.23
74.0684	23.52	0.4015	1.28001	1.54
77.1986	78.34	0.1338	1.23573	5.14
78.7747	55.14	0.6691	1.21492	3.62
81.7554	42.52	0.2007	1.17800	2.79
83.6547	44.11	0.4015	1.15602	2.89

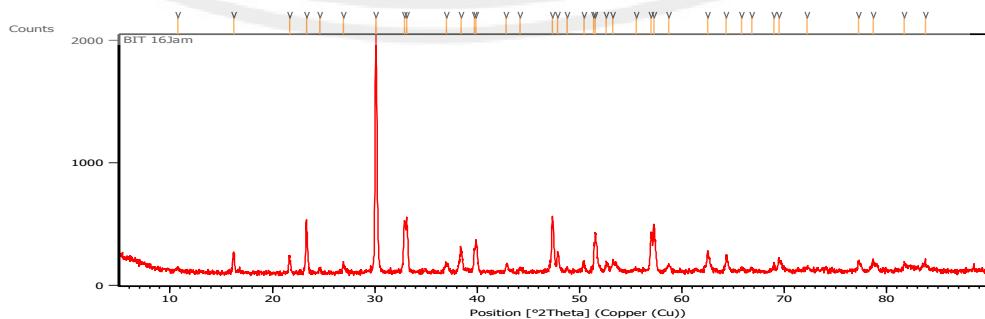
L. 4. 1. 3 Hasil Karakterisasi XRD Bi₄Ti₃O₁₂ variasi lama waktu pemanasan 8 jam



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
16.2373	52.40	0.1338	5.45900	5.72
21.7058	86.48	0.1338	4.09445	9.44
23.3757	251.81	0.1004	3.80560	27.48
24.5982	18.04	0.4015	3.61917	1.97
26.9608	37.72	0.2007	3.30714	4.12
30.1167	916.46	0.1224	2.96494	100.00
30.2456	802.87	0.1020	2.95993	87.61
32.9025	291.47	0.1224	2.71999	31.80
33.1290	364.72	0.0816	2.70191	39.80
37.0722	37.63	0.4080	2.42307	4.11
38.4443	104.19	0.2448	2.33969	11.37
38.9384	46.49	0.2448	2.31113	5.07
39.7425	138.83	0.1224	2.26620	15.15
39.9332	200.63	0.0816	2.25582	21.89
42.9281	31.39	0.2448	2.10512	3.43
44.2894	24.77	0.2448	2.04352	2.70
47.3850	306.39	0.1836	1.91699	33.43
47.8964	99.17	0.1224	1.89771	10.82
50.5022	38.93	0.3264	1.80573	4.25
51.5905	165.55	0.1020	1.77017	18.06
52.6615	57.88	0.1632	1.73666	6.32
53.3118	65.37	0.2448	1.71700	7.13
57.0346	209.77	0.1224	1.61345	22.89
57.3314	246.69	0.2448	1.60580	26.92
58.7721	26.77	0.2856	1.56982	2.92
62.5438	94.01	0.1632	1.48391	10.26
64.3270	56.55	0.1632	1.44701	6.17
66.8257	26.86	0.2448	1.39885	2.93
69.4884	59.06	0.2448	1.35161	6.44
77.2821	63.49	0.2040	1.23358	6.93
79.0179	53.21	0.2448	1.21078	5.81
81.7683	42.21	0.2448	1.17687	4.61
83.8954	28.30	0.9792	1.15236	3.09

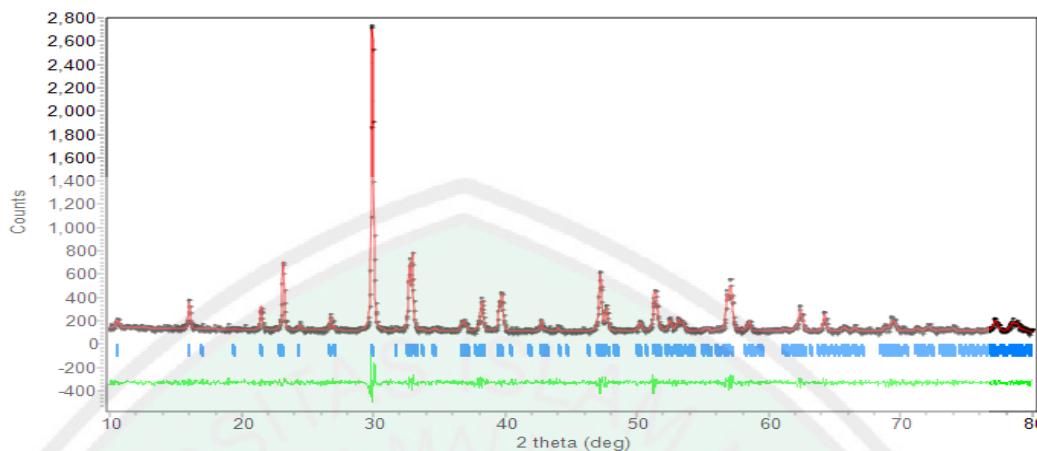
L. 4. 1. 3 Hasil Karakterisasi XRD Bi₄Ti₃O₁₂ variasi lama waktu pemanasan 16 jam



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.7252	18.53	0.4015	8.24896	0.99
16.1885	172.86	0.1004	5.47533	9.22
21.6672	134.54	0.0836	4.10165	7.17
23.3076	428.05	0.1004	3.81656	22.82
24.5975	38.36	0.1673	3.61926	2.05
26.9483	79.44	0.1338	3.30865	4.24
30.0752	1875.59	0.1428	2.96894	100.00
30.1867	1380.93	0.0612	2.96557	73.63
32.8734	415.08	0.1020	2.72233	22.13
33.0973	452.06	0.1020	2.70443	24.10
37.0278	51.66	0.4896	2.42588	2.75
38.4049	199.98	0.2040	2.34200	10.66
39.7085	187.53	0.1224	2.26806	10.00
39.8995	245.18	0.2856	2.25764	13.07
42.8328	65.48	0.2856	2.10958	3.49
44.2025	29.52	0.4080	2.04734	1.57
47.3417	442.07	0.1020	1.91864	23.57
47.8531	165.44	0.1224	1.89932	8.82
48.7684	30.97	0.2448	1.86580	1.65
50.3987	53.74	0.2448	1.80920	2.87
51.3771	160.63	0.1020	1.77702	8.56
51.5421	320.08	0.1020	1.77171	17.07
52.5963	79.88	0.2040	1.73866	4.26
53.2483	90.04	0.1224	1.71890	4.80
55.5156	24.06	0.4896	1.65394	1.28
56.9529	272.04	0.2040	1.61557	14.50
57.2640	367.48	0.2040	1.60753	19.59
58.6632	48.19	0.3264	1.57248	2.57
62.5338	168.64	0.1224	1.48413	8.99
64.3365	115.73	0.2040	1.44682	6.17
65.8417	24.65	0.4896	1.41735	1.31
66.8095	26.32	0.2448	1.39914	1.40
68.9820	36.26	0.2448	1.36029	1.93
69.4514	104.57	0.1224	1.35224	5.58
72.2368	23.97	0.4896	1.30680	1.28
77.2324	87.99	0.1224	1.23426	4.69
78.6394	74.82	0.2448	1.21566	3.99
81.6850	64.15	0.1632	1.17786	3.42
83.7549	84.04	0.1632	1.15394	4.48

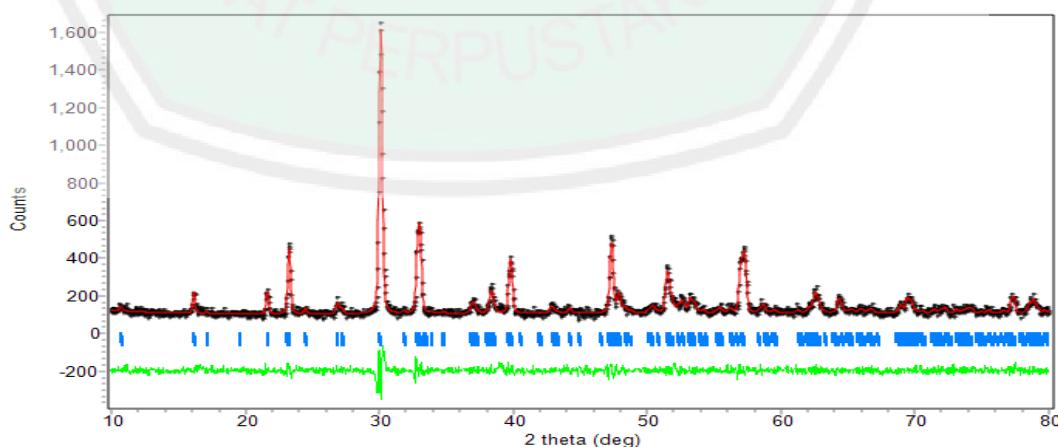
L. 4. 2 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica
L. 4. 2. 1 BIT variasi lama waktu pemanasan 2 jam



Tabel L.4.1 Data kristalografi BIT variasi lama waktu pemanasan 2 jam

Parameter	2 jam
Sistem Kristal	Orthorombik
Grup Ruang	<i>B2cb</i>
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4
Panjang a (Å)	5,435828
Panjang b (Å)	5,404723
Panjang c (Å)	32,683300
Volume Sel (V)	960,207397
R_p (%)	7,51
R_{wp} (%)	8,40
$GoF (X^2)$	0,3511

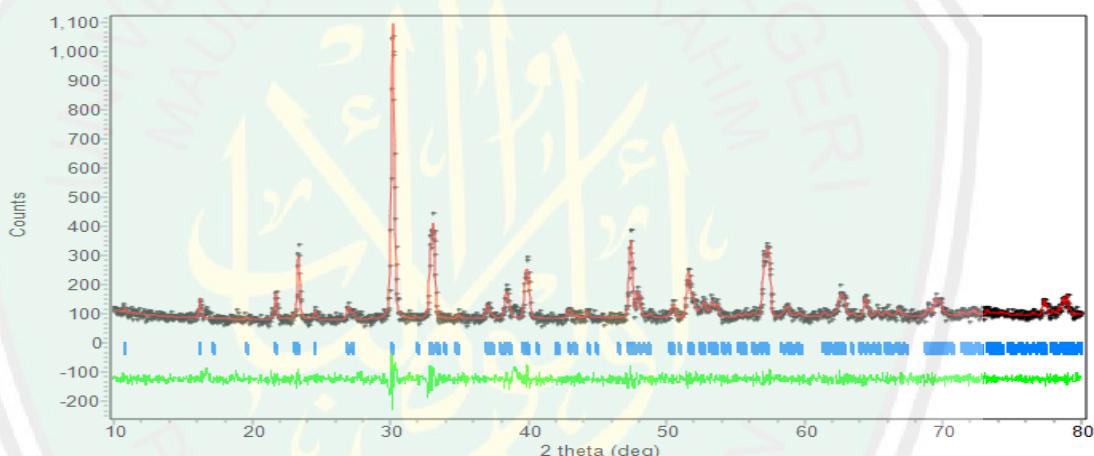
L. 4. 2. 2 BIT variasi lama waktu pemanasan 4 jam



Tabel L.4.2 Data kristalografi BIT variasi lama waktu pemanasan 4 jam

Parameter	4 jam
Sistem Kristal	Orthorombik
Grup Ruang	<i>B2cb</i>
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4
Panjang a (Å)	5,443631
Panjang b (Å)	5,422323
Panjang c (Å)	32,719959
Volume Sel (V)	965,799011
R_p (%)	7,86
R_{wp} (%)	9,62
GoF (X^2)	0,2905

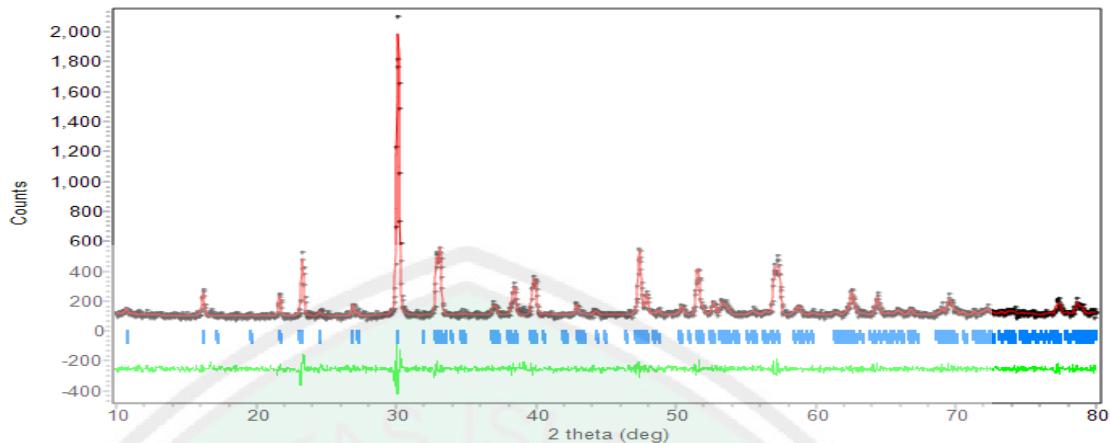
L. 4. 2. 3 BIT variasi lama waktu pemanasan 8 jam



Tabel L.4.3 Data kristalografi BIT variasi lama waktu pemanasan 8 jam

Parameter	8 jam
Sistem Kristal	Orthorombik
Grup Ruang	<i>B2cb</i>
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4
Panjang a (Å)	5,434848
Panjang b (Å)	5,413265
Panjang c (Å)	32,683620
Volume Sel (V)	961,560974
R_p (%)	8,34
R_{wp} (%)	10,10
GoF (X^2)	0,1767

L. 4. 2. 4 BIT variasi lama waktu pemanasan 16 jam

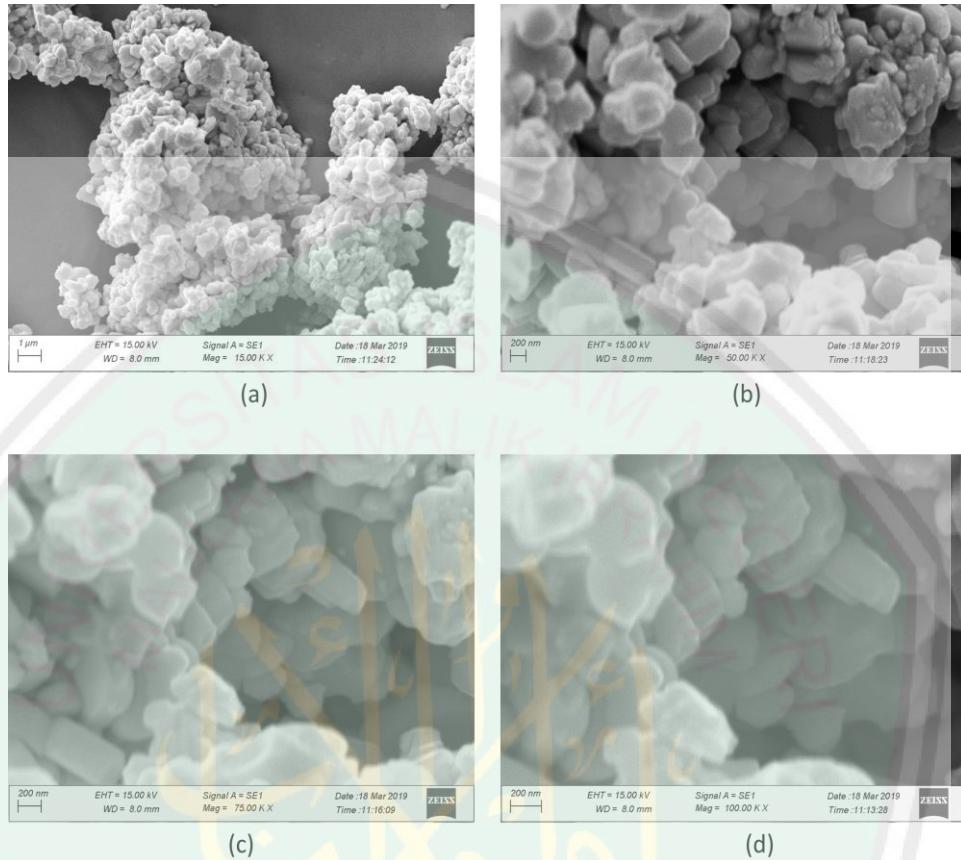


Tabel L.4.4 Data kristalografi BIT variasi lama waktu pemanasan 16 jam

Parameter	16 jam
Sistem Kristal	Orthorombik
Grup Ruang	<i>B2cb</i>
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4
Panjang a (Å)	5,452045
Panjang b (Å)	5,408976
Panjang c (Å)	32,683300
Volume Sel (V)	963,829895
R_p (%)	7,80
R_{wp} (%)	10,48
GoF (X^2)	0,3528

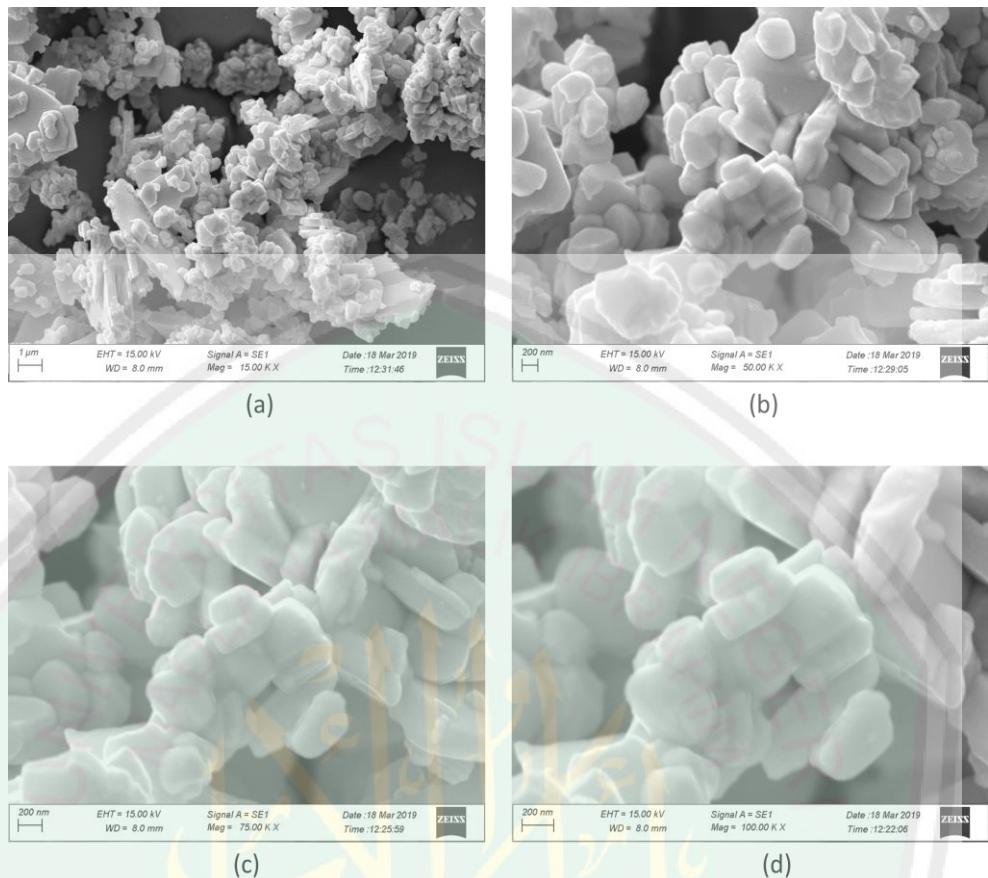
Lampiran 5. Hasil SEM

L.5. 1 Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 2 jam



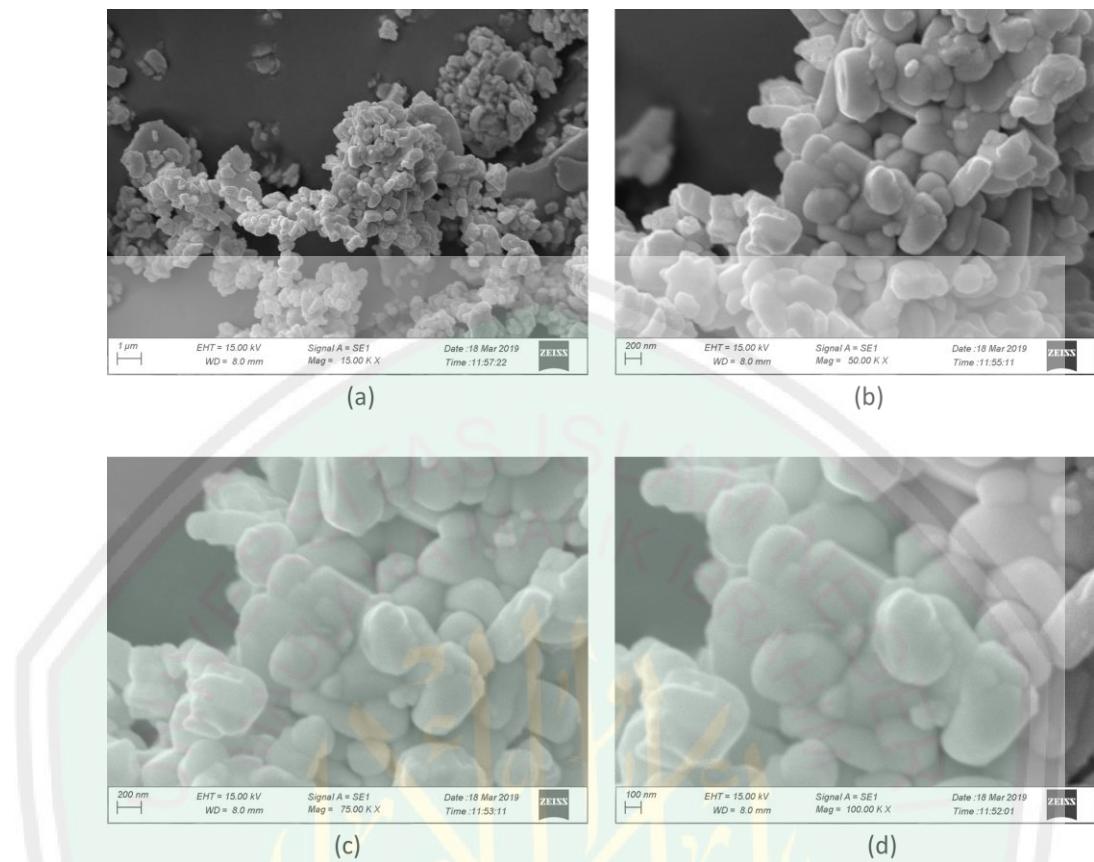
Gambar L.5. 1 Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 2 jam dengan perbesaran (a)15.000, (2) 50.000, (c) 75.000, dan (d) 100.000 kali

L.5. 2 Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 4 jam



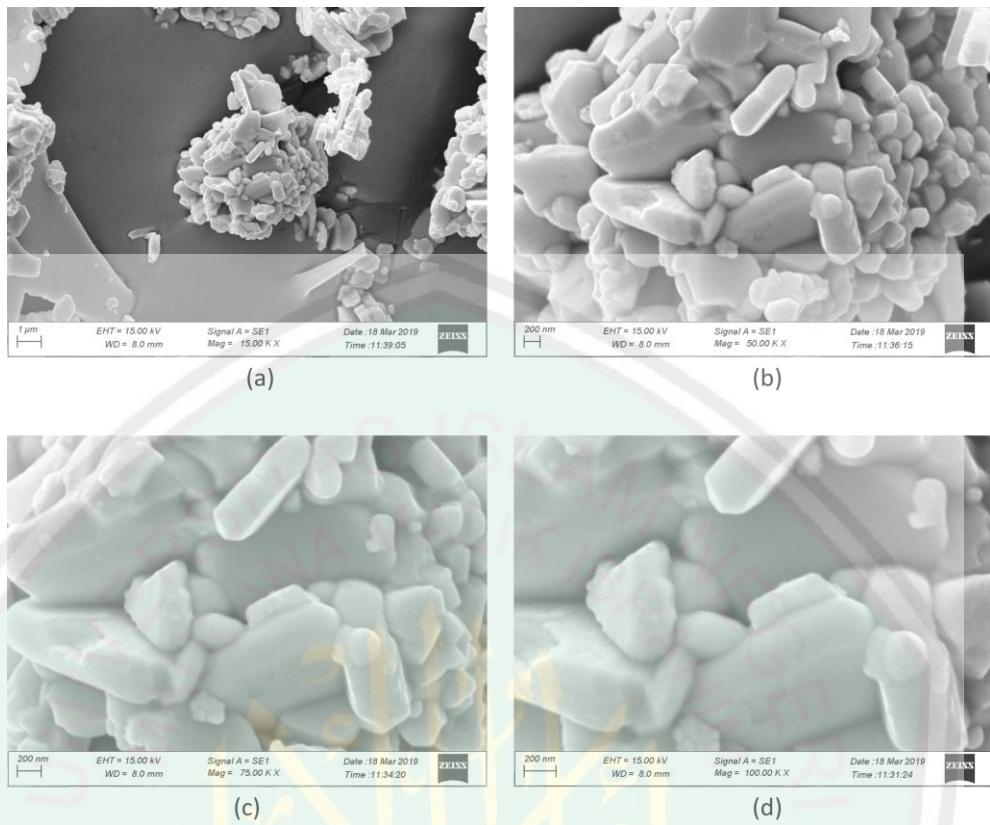
Gambar L.5. 2 Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 4 jam dengan perbesaran (a)15.000, (2) 50.000, (c) 75.000, dan (d) 100.000 kali

L.5. 3 Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 8 jam



Gambar L.5. 3 Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 8 jam dengan perbesaran (a)15.000, (2) 50.000, (c) 75.000, dan (d) 100.000 kali

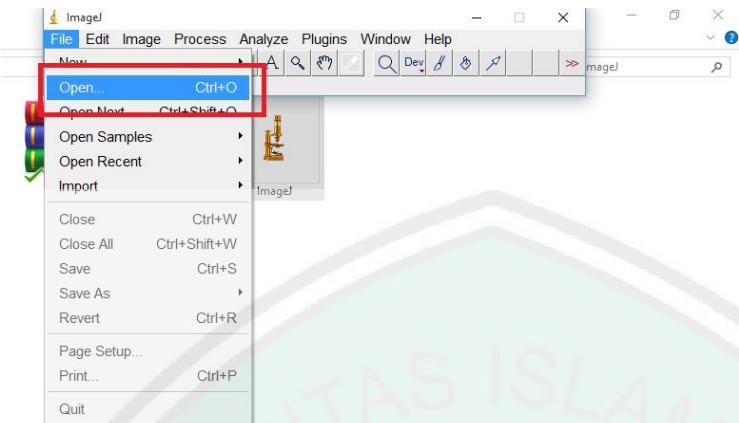
L.5. 4 Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 16 jam



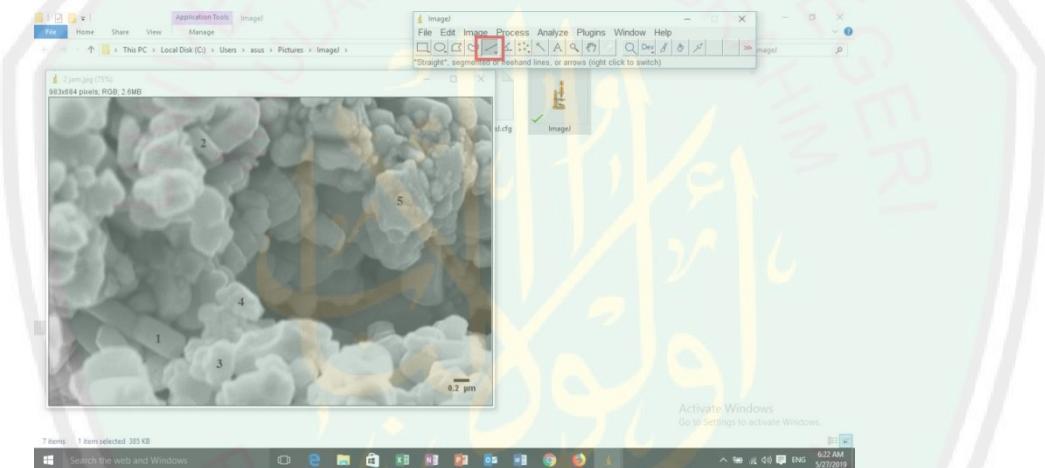
Gambar L.5. 4 Hasil SEM BIT variasi lama waktu pemanasan 16 jam dengan perbesaran (a)15.000, (2) 50.000, (c) 75.000, dan (d) 100.000 kali

Lampiran 6. Tahapan Analisis Ukuran dengan Software Image-J

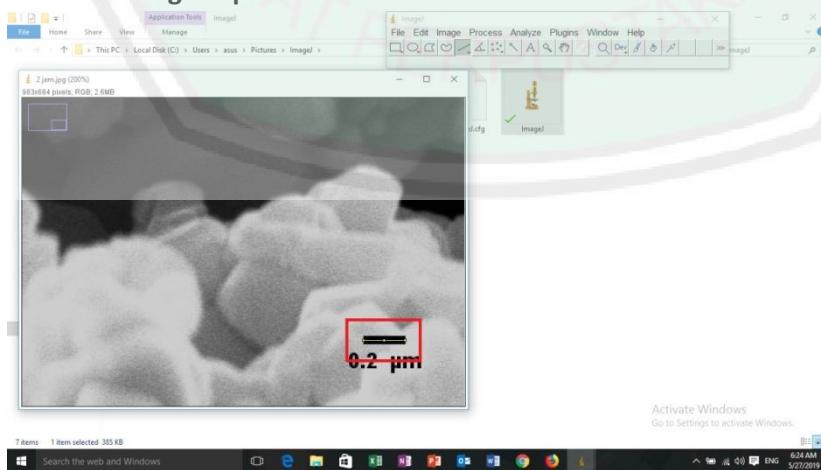
1. Open gambar SEM yang akan dianalisis



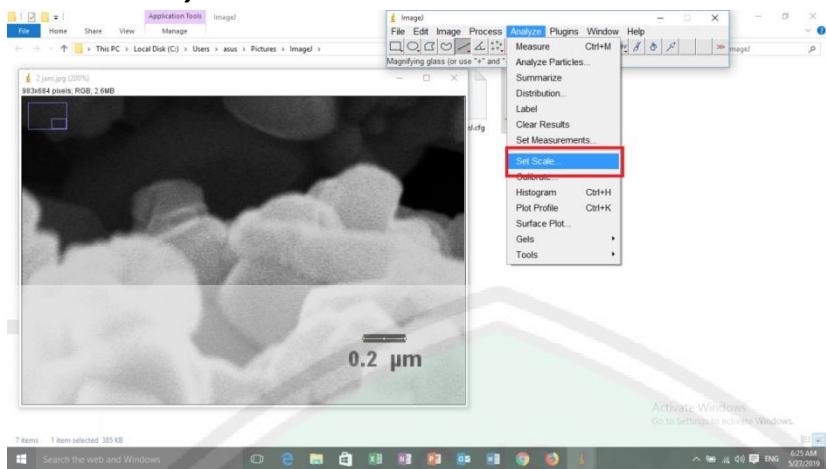
2. Klik *straight* untuk membuat garis



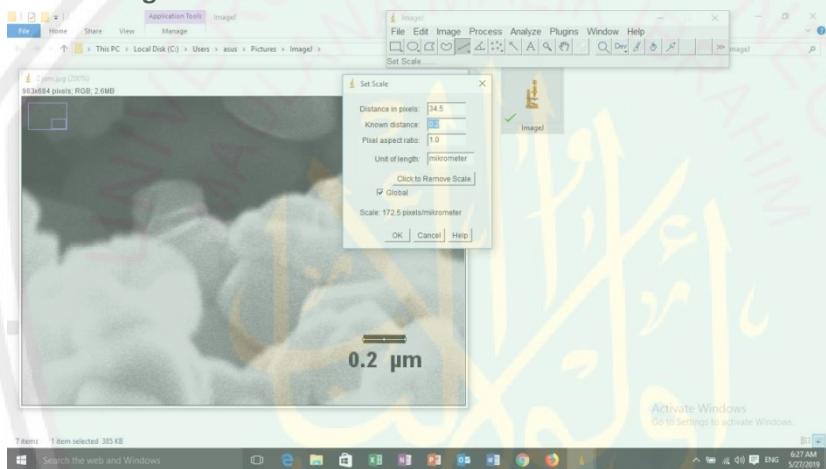
3. Dibuat garis pada *scale bar*



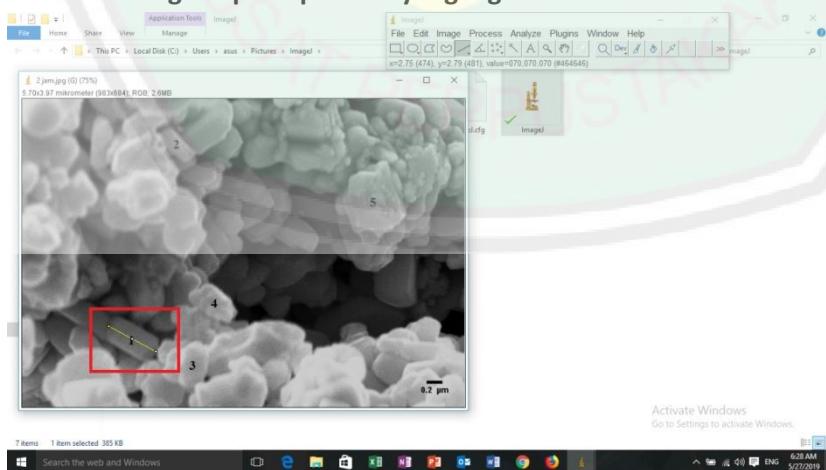
4. Klik analyze-set scale



5. Dialog box disesuaikan



6. Dibuat garis pada partikel yang ingin diukur



7. Klik analyze-measure



8. Length merupakan ukuran dari partikel

