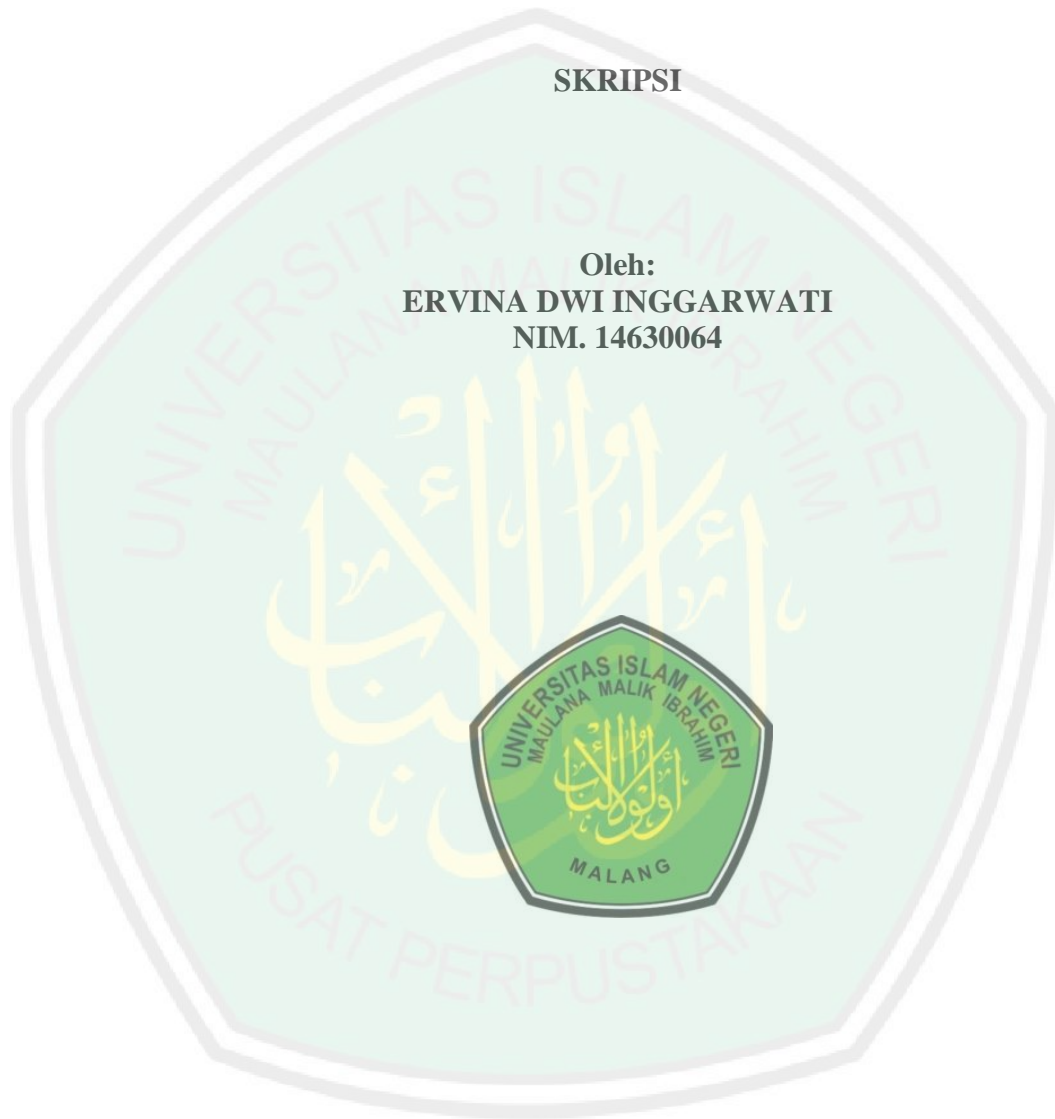


**SINTESIS MATERIAL *HETEROJUNCTION* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ DENGAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
ERVINA DWI INGGARWATI
NIM. 14630064



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

**SINTESIS MATERIAL *HETEROJUNCTION* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ DENGAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
ERVINA DWI INGGARWATI
NIM. 14630064

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**

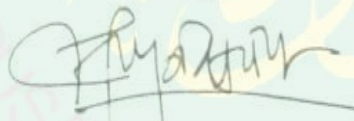
SINTESIS MATERIAL *HETEROJUNCTION* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ DENGAN
METODE SONIKASI

SKRIPSI

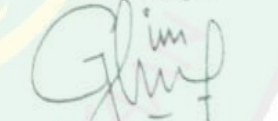
Oleh:
ERVINA DWI INGGARWATI
NIM. 14630064

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal, 18 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

Mengetahui,
Ketua Jurusan


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

SINTESIS MATERIAL *HETEROJUNCTION* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ DENGAN
METODE SONIKASI

SKRIPSI

Oleh:
ERVINA DWI INGGARWATI
NIM. 14630064

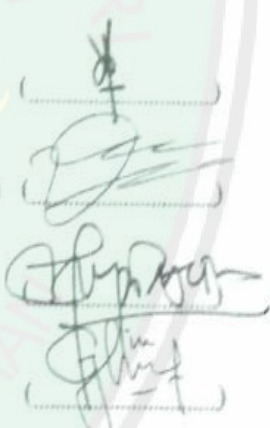
Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal, 18 Juni 2019

Penguji Utama : Eny Yulianti, M.Si
NIP. 19760611 200501 2 006


Ketua Penguji : Vina Nurul Istighfarini, M.Si
LB. 63025

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

Anggota Penguji : A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616200604 1 002



Mengesahkan,
Ketua Jurusan



Elok Kamilah Hayati, M. Si
NIP. 19740620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ervina Dwi Inggarwati

NIM : 14630064

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis Material *Heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ Dengan Metode Sonikasi

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

Yang membuat pernyataan
Malang, 18 Juni 2019



Ervina Dwi Inggarwati
NIM. 14630064

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, satu langkah usai sudah, satu cita telah ku gapai. Namun hal ini mengungkapkan bahwa ini bukanlah akhir dari suatu perjalanan panjang ku melainkan awal dari perjuangan ku. Setelah melewati berbagai proses selama dua tahun ini dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWT yang telah melimpahkan karunia dan kasih sayangnya. Serta shalawat dan salam yang tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW. Skripsi ini saya persembahkan untuk :

- Sepasang malaikatku yang setiap malam dalam sujudnya selalu berdo'a untuk kebbaikanku. Bagiku mereka yang teristimewa dalam hidupku Ayah Rusdianto dan Ibu Mislikah.
- Spesial untuk kakak dan adik ku tersayang, Trisna Frans H dan Yuanita Tristi A yang selalu menjadi obat pelipur lara ketika aku terjatuh, memberi dukungan, hiburan dan semangat.
- Bapak Anton Prasetyo selaku pembimbing yang selalu sabar dan memberikan ilmu yang luar biasa, serta ibu Vina Nurul I selaku konsultan yang memberikan wawasan-wawasan pengetahuan.
- CiciK, Fawqy, Hudan, Wildan, Puja Sari, Alfachu, Difah, Mala, Ais, Aan dan Izza yang selalu mendukung dan tempat bercerita disaat sedih maupun senang ketika dikampus.
- Fenti, Faiza, Saila, Rena, Dewi, Retno, Mazda, Icha, Nasiha, Inyong, Milla, Ain, Umi dan Rohma yang selalu memberi semangat dan obat ketika aku jenuh dan terjatuh ketika di PPSS Nurul Huda Mergosono.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat, Taufiq, dan Hidayah-Nya tiada henti dan tiada batas kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Sintesis Material Heterojunction $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ Dengan Metode Sonikasi**” dengan baik. Sholawat dan salam semoga senantiasa mengalun indah dan tulus terucap kepada Nabi Muhammad SAW, keluarga, sahabat, dan para umat serta pengikutnya.

Skripsi ini dibuat untuk memenuhi salah satu kriteria kelulusan yang ada di jurusan kimia. Skripsi ini dapat disusun karena dukungan, motivasi serta bimbingan dari berbagai pihak. Tiada kata yang patut terucap untuk menguntai sedikit makna kebahagiaan ini.

Oleh karena itu, izinkanlah penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua penulis, Ayah Rusdianto, dan Ibu Mislikah yang telah memberikan semangat penuh, nasihat, doa, dukungan moril, dan materil yang tak mungkin terbalaskan.
2. Dosen pembimbing Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si, dan Ibu Vina Nurul Istighfarini, M.Si karena atas bimbingan, pengarahan, dan kesabarannya penulisan skripsi dapat terselesaikan.
3. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

5. Seluruh dosen jurusan Kimia UIN Malang yang senantiasa membantu penulis dalam proses pembelajaran.
6. Laboran jurusan Kimia UIN Malang yang senantiasa membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian di Laboratorium.
7. Kakak tercinta Trisna Frans Himawan dan adik tersayang Yuanita Tristi Amanda yang senantiasa memotivasi dan memberikan perhatian dalam proses belajar
8. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2014, dan semua anggota tim riset di Laboratorium Anorganik 2017-2019 diantaranya Nelly, Widia, Nairil, Nuril, Halimatus Sa'diyah, Puja, dan Bobby yang senantiasa memberi bantuan dan motivasi kepada penulis.
9. Teman-teman tim riset bismut titanat khususnya Diyah, Risa, Anna, Chaca, Lina, dan Tasya yang senantiasa memberi bantuan dan motivasi dalam menyelesaikan penelitian skripsi.
10. Serta semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan penelitian dan naskah seminar hasil ini baik berupa materil maupun moril.

Kami sadar bahwa dalam penyusunan Skripsi ini belum sempurna. Oleh karena itu, segala kritik dan saran akan kami terima dengan lapang hati dan mohon maaf kepada semua pihak apabila terdapat kesalahan selama penyusunan. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat, dan menambah khasanah ilmu pengetahuan. Demikian Skripsi ini saya buat semoga dapat memberikan manfaat bagi semua pihak.

Malang, 09 Mei 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
المخلص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Fotokatalis	8
2.2 Material <i>Heterojunction</i>	11
2.3 Senyawa Bismut Titanat	14
2.4 Senyawa TiO ₂	16
2.5 Senyawa Metilen Biru	18
2.6 Metode Sintesis Reaksi Keadaan Padatan	21
2.7 Metode Sonikasi	22
2.8 Sintesis dan Manfaat Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ dalam Prespektif Islam	24
BAB III METODOLOGI	
3.1 Pelaksanaan Penelitian	25
3.2 Alat dan Bahan	25
3.2.2 Alat-alat	25
3.2.2 Bahan-bahan	26
3.3 Rancangan Penelitian	26
3.4 Tahapan Penelitian	26
3.5 Prosedur Kerja	27
3.5.1 Sintesis Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂	27
3.5.2 Pembentukan Komposit Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂	27
3.5.3 Karakterisasi Material Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ dengan XRD	28
3.5.4 Karakterisasi Material Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ dengan SEM-EDX	28
3.5.5 Karakterisasi Material Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ dengan DRS	28
3.5.6 Uji Aktivitas Fotokatalis	29
3.6 Analisa Data	31

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Bismut Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan Metode Reaksi Keadaan Padatan	33
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Bismut Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)	34
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD).....	36
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	38
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ menggunakan <i>UV- Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (DRS).....	39
4.6 Uji Aktivitas Fotokatalitik $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ menggunakan Metilen Biru	43
4.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru	43
4.6.2 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru.....	45
4.6.3 Pengujian Aktivitas Fotokatalitik $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ Terhadap Metilen Biru	46
4.7 Sintesis dan Manfaat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam Perspektif Islam	48
BAB IV PEMBAHASAN	
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran	51
DAFTAR PUSTAKA	53
LAMPIRAN	57

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir	57
Lampiran 2	Perhitungan dalam sintesis material	60
Lampiran 3	Gambar hasil sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode reaksi keadaan padatan	63
Lampiran 4	Hasil karakterisasi menggunakan XRD.....	64
Lampiran 5	Hasil karakterisasi menggunakan SEM.....	81
Lampiran 6	Hasil karakterisasi menggunakan DRS.....	83
Lampiran 7	Hasil analisa UV-Vis.....	87



DAFTAR GAMBAR

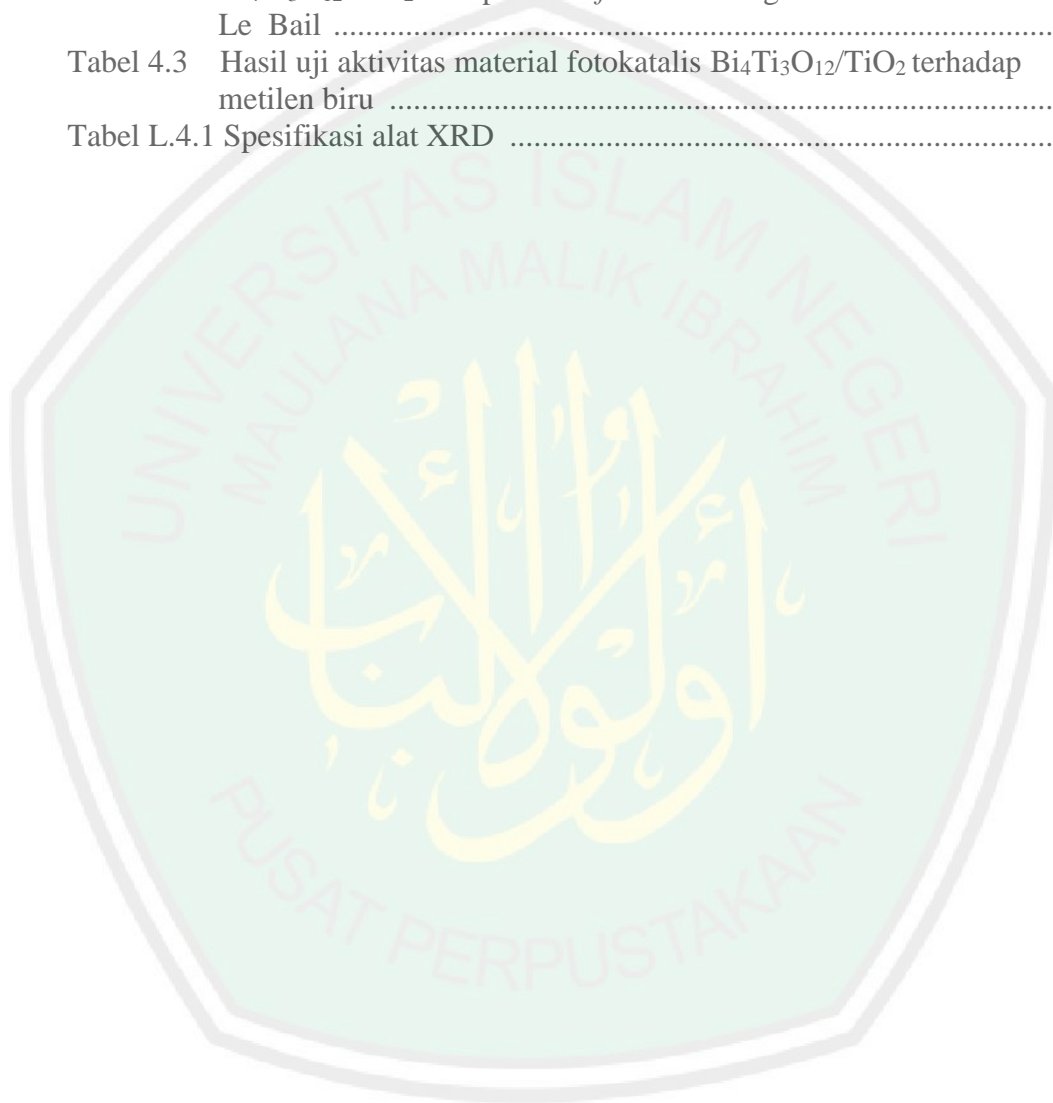
Gambar 2.1	Energi celah pita material semikonduktor	9
Gambar 2.2	Mekanisme reaksi fotokatalis pada semikonduktor TiO ₂	10
Gambar 2.3	Mekanisme <i>heterojunction</i>	11
Gambar 2.4	Hasil dari analisa XRD	12
Gambar 2.5	Hasil dari analisa SEM	13
Gambar 2.6	Hasil dari analisa PL	13
Gambar 2.7	Hasil dari analisa DRS	14
Gambar 2.8	Struktur kristal Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂	15
Gambar 2.9	Struktur TiO ₂	17
Gambar 2.10	Struktur kimia senyawa metilen biru	18
Gambar 2.10	Mekanisme kavitasasi	23
Gambar 2.11	Hasil dari analisa SEM dan TEM	23
Gambar 4.1	Sampel hasil sintesis Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂	34
Gambar 4.2	Pola difraksi sinar-X dari Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂	35
Gambar 4.3	Hasil <i>refinement</i> material Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ dengan menggunakan metode keadaan padatan	36
Gambar 4.4	Pola XRD dari : (a) Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ reaksi keadaan padatan, (b) Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ (1/1), (c) Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ (1/2), (d) Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ (1/4), dan (e) Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ (1/6)	37
Gambar 4.5	Karakterisasi SEM (a) Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ (1/1), (b) Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ (1/2), (c) Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ (1/4), dan (d) Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ (1/6)	38
Gambar 4.6	Spektra DRS hubungan antara % reflektansi dengan panjang gelombang dari sampel Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ pada perbandingan mol (1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6)	40
Gambar 4.7	Hubungan antara faktor Kubelka - Munk dengan panjang gelombang dari sampel Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ pada perbandingan mol (1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6)	41
Gambar 4.8	Spektra DRS hubungan antara $(FR*hv)^{1/2}$ dengan energi celah pita dari Sampel Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ pada perbandingan mol (1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6)	42
Gambar 4.9	Panjang gelombang metilen biru pH 6	44
Gambar 4.10	Kurva standar	45
Gambar L.3	Hasil sintesis senyawa Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ dengan metode reaksi keadaan padatan	63
Gambar L.3.1	Hasil sintesis senyawa : (a) Hasil sintesis Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ sebelum kalsinasi, (b) Hasil sintesis Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ sesudah kalsinasi, (c) Hasil Sintesis Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ Metode Sonikasi, dan (d) Hasil Sintesis Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ Setelah kalsinasi	63
Gambar L.4.2	Hasil Pola Difraksi Sinar-X Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ , dan Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ (1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6)	78
Gambar L.4.3	Difraktogram XRD Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂	78
Gambar L.4.4	Difraktogram XRD Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ 1/1	78
Gambar L.4.5	Difraktogram XRD Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ 1/2	79
Gambar L.4.6	Difraktogram XRD Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ 1/4	79
Gambar L.4.7	Difraktogram XRD Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ 1/6	80
Gambar L.5	Hasil karakterisasi menggunakan SEM	81

Gambar L.5.1 Hasil SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/1	81
Gambar L.5.2 Hasil SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/2	81
Gambar L.5.3 Hasil SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/4	82
Gambar L.5.4 Hasil SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/6	82
Gambar L.6 Hasil karakterisasi menggunakan UV-DRS	83
Gambar L.6.1 Nilai energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/1	83
Gambar L.6.2 Nilai energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/2	84
Gambar L.6.3 Nilai energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/4	85
Gambar L.6.4 Nilai energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/6	86
Gambar L.7 Hasil Analisa UV-Vis	87



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sifat struktur kristal titanium (IV) oksida.....	17
Tabel 2.2	Perbandingan pengolahan limbah zat warna metode konvensional.....	19
Tabel 3.1	Perhitungan stoikiometri Kebutuhan masing-masing Prekursor	28
Tabel 4.1	Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dari proses <i>refinement</i> dengan metode Le Bail	36
Tabel 4.2	Nilai energi celah pita dan nilai serapan panjang gelombang material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dari proses <i>refinement</i> dengan metode Le Bail	43
Tabel 4.3	Hasil uji aktivitas material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ terhadap metilen biru	48
Tabel L.4.1	Spesifikasi alat XRD	64



ABSTRAK

Inggarwati, Ervina Dwi 2019. **Sintesis Material *Heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ Dengan Metode Sonikasi. Skripsi.** Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Pembimbing II: Ahmad Ghanaim Fasya, M.Si, Konsultan: Vina Nurul Istighfarini, M.Si.

Kata Kunci: Fotokatalis, Material *Heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$, Sonikasi, Fotodegradasi, Metilen Biru

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah salah satu material berstruktur Aurivillius lapis tiga yang dilaporkan mempunyai sifat fotokatalis akan tetapi mempunyai kelemahan yaitu mempunyai laju rekombinan *hole-electron* yang cepat. Untuk mengatasi hal tersebut bisa dengan membuat material komposit *heterojunction* antara $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan material fotokatalis lainnya. Dalam penelitian ini disintesis material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ menggunakan metode sonikasi dengan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6. Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ disintesis dengan metode reaksi keadaan padatan dengan prekursor Bi_2O_3 dan TiO_2 . Sintesis *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan metode sonikasi dilakukan menggunakan *ultrasonic cleaning bath*. Sedangkan karakterisasi sampel menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) dan uji aktivitas dilakukan dengan pengukuran kemampuan material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ untuk mendegradasi polutan senyawa metilen biru.

Difraktogram $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hasil sintesis mempunyai kesesuaian dengan standar ICSD No.16488, dan tidak adanya pengotor yang ditandai dengan tidak ditemukan puncak-puncak baru. Difraktogram $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6 diperoleh hasil bahwa sampel mengandung (a) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, (b) TiO_2 anatas, (c) TiO_2 rutil, dan ditemukan pengotor berupa $\text{Bi}_{12}\text{Ti}_{20}$. Dari gambar SEM diketahui ukuran partikel yang dihasilkan dengan metode sonikasi ini memiliki ukuran sekitar 200-350 nm. Nilai energi celah pita material *heterojunction* dari data DRS lebih kecil dibandingkan celah pita material TiO_2 anatas (3,2 eV) dan lebih besar dibandingkan dengan nilai energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (2,95 eV). Hal ini mengindikasikan bahwa perbandingan mol komposisi mempengaruhi nilai energi celah pita material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$. Dari uji aktivitas diperoleh bahwa aktivitas fotokatalik dari material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ terbaik dengan % fotodegradasi 31,2094 terdapat pada material dengan komposisi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/4) dengan nilai energi celah 3,04 eV.

ABSTRACT

Inggarwati, Ervina Dwi 2019. **Synthesis Material Heterojunction $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ with Sonication Method. Thesis.** Department of Chemistry Science and Technology Faculty Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Supervisor II: Ahmad Ghanaim Fasya, M.Si, Consultant: Vina Nurul Istighfarini, M.Si.

Keyword: Photocatalyst, Material Heterojunction $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$, Sonication, Photodegradation, Methylene Blue

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ is one of the three-layer Aurivillius structures reported to have photocatalyst properties but has the disadvantage of having a fast recombinant hole-electron rate. To overcome this problem, we can make a heterojunction composite material between $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ and other photocatalyst materials. In this study synthesis material heterojunction $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ using sonication method with moles of 1/1, 1/2, 1/4, and 1/6. Synthesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ compound by the solid state reaction method with the precursors of Bi_2O_3 and TiO_2 . Synthesis of material *Heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ by sonication method do use ultrasonic cleaning bath. While the sample characterization using X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS) and activity tests do by measuring the ability of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ material to degrade methylene blue compound pollutants

The synthesis diffraction pattern $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ has conformance to the standard, and the absence of impurities indicated by no new peaks is found. Diffractogram $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ with a mole ratio of 1/1, 1/2, 1/4, and 1/6 shows that the sample contains (a) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, (b) TiO_2 anatase, (c) TiO_2 rutile, and $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ impurity From the SEM image it was found that the particle size produced by the sonication method has a size of about 200-350 nm. From the DRS data, it is found that the bandgap energy values of heterojunction material are smaller than the TiO_2 material band gap (3.2 eV) and greater than the band gap energy value of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (2.95 eV). This indicates that the composition mole ratio affects the bandgap energy value of the heterojunction material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$. From the activity test, obtained that the best photocatalytic activity of materials $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ with % photodegradation 31.2094 there are on materials composition $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/4) with band gap energy at 3,04 eV.

الملخص

إنجراواتي ايرفيا دوي ٢٠١٩ التوليف المواد غير المتجانسة بيسموت تيتانات/ التيتانيوم دياوكسدا مع بطريقة صوتية. أطروحة. قسم الكيمياء. كلية العلوم والتكنولوجيا الجامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة ١. د.ر أنطون فراستيو الماجستير المشرف ٢. أحمد غنايم فشا الماجستير المستشارة ، و فينا نورالاستغفاريني ، ماجستير

الكلمات المفتاحيات : ضوئي، المواد غير المتجانسة بيسموت تيتانا/ التيتانيوم دياوكسدا ، صوتية، التحلل الضوئي من الميتيلين الأزرق.

بيسموت تيتانات هو احد المادات بيمكل Aurivillius ثلاثية الطبقات التي ذكرت أن له طبيعة الضوئي ولكن هناك عنب يعني معدل المؤتلف بين الحفرة و الإلكترون سريعا. للتغلب على هذه المشكلة يمكن بتصنيع المادة المركب بين بيسموت تيتانات بمواد الضوئي الاخر. في هذه البحث توليف المواد غير المتجانسة بيسموت تيتانات/ التيتانيوم د ياكسدا باستخدام طريقة صوتية بنسبة الخلد من ١/١ ، ٢/١ ، ٤/١ ، و ٦/١. تم تصنيع المادة المركب بيسموت تيتانات بواسطة طريقة تفاعل الحالة الصلبة مع سلائف بيسموت تري اوكسدا و التيتانيوم دياوكسدا تم توليف بيسموت تيتانات/ التيتانيوم دياوكسدا بواسطة طريقة صوتية (*ultrasonic cleaning bath*). حين التوصيف العينات باستخدام حيود الأشعة السينية (XRD) ، مسح مجهر الإلكترون (SEM) ، التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية المنعكسة (DRS) واختبار النشاط من خلال قياس قدرة مادة بيسموت تيتانات/ التيتانيوم دياوكسدا على تقليل ملوثات الميتيلين الزرقاء المركبية نمط الحيود من توليف بيسموت تيتانات له مطابقة للمعايير، و ليس له الثور الملوث مع علامة عدم قمع الجديدة. يوجد د يفرأكتوكرام بيسموت تيتانات/ التيتانيوم د ياكسدا بنسبة الخلد ١/١ و ٢/١ و ٤/١ و ٦/١ أن العينة تحتوي على (أ) بيسموت تيتانات ، (ب) التيتانيوم د ياكسدا العناتاس ، (ج) التيتانيوم د ياكسدا الروتي ، وهناك الملوث بيسموت د ياكسدا. من صورة SEM ، وجد أن حجم الجسيمات عن طريقة الصوتية حوالي ٢٠٠-٣٥٠ نانومتر. من بيانات التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية المنعكسة ، تم الحصول على أن قيمة طاقة فجوة الحزمة من المادة غير المتجانسة أصغر من فجوة الحزمة مادة التيتانيوم د ياكسدا (٣,٢ eV) وأكبر من فجوة الحزمة بيسموت تيتانات. (٢,٩٥ فولت) هذا يدل على أن نسبة التكوين الخلد يؤثر على قيمة الطاقة الفجوة من مادة غير متجانسة بيسموت تيتانات/ التيتانيوم د ياكسدا. من اختبار النشاط ، وجد أن أفضل نشاط التحفين الضوئي لمواد بيسموت تيتانا/ التيتانيوم د ياكسدا مع التحلل الضوئي % ٣١ ، ٢٠٩٤١ التي وجدت في المواد بتكوين بيسموت تيتانات/ التيتانيوم د ياكسدا (٤/١) و (٣,٠٤ eV).

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri yang cepat selain menguntungkan juga dapat memberikan efek negatif yang berupa pencemaran limbah. Salah satu jenis limbah adalah zat pewarna yang banyak dihasilkan dari industri tekstil. Untuk mengatasi masalah tersebut, beberapa teknik pengolahan limbah telah banyak dikembangkan diantaranya adalah adsorpsi, flokulasi, fotokatalis, dan koagulasi. Dari berbagai cara yang telah dilakukan, penggunaan fotokatalis merupakan salah satu cara yang berpeluang untuk dimanfaatkan secara luas dalam pengolahan limbah zat pewarna tekstil (Prado, dkk. 2008).

Badan Pusat Statistik (BPS) melaporkan bahwa limbah zat warna yang berasal dari industri tekstil di Indonesia terus meningkat hingga mencapai 2,28% tiap tahunnya, dimana 14% industri tekstil tersebut terletak di Jawa Tengah. Kebanyakan industri tekstil di Indonesia masih banyak yang belum memiliki tempat pengolahan limbah yang baik sehingga buangan zat warna tersebut akan langsung dibuang kesungai dan akan mencemari sungai.

Chauhan, dkk. (2012) melaporkan bahwa limbah zat warna metilen biru dapat dihasilkan dari industri tekstil melalui proses pencelupan pada saat produksi. Pembuangan limbah zat warna berupa metilen biru kesungai secara langsung dapat menyebabkan berbagai permasalahan lingkungan karena limbah tersebut tersusun atas senyawa benzena *non-biodegradable*, mengandung senyawa karsinogenik yang menyebabkan kanker, serta tidak dapat diuraikan oleh panas dan bakteri

limbah zat warna metilen biru selain dihasilkan oleh industri tekstil limbah ini juga dapat dihasilkan dari industri kertas, farmasi, karet, dan plastik.

Al-qur'an dijadikan pedoman hidup manusia sebagai sumber utama yang berbicara tentang pelestarian lingkungan. Manusia diciptakan di bumi sebagai "khalifatullah fi al 'ardh" (pengganti Allah di bumi), dan diperintahkan untuk beribadah kepada Allah SWT. Oleh sebab itu, manusia diharuskan untuk memelihara, menjaga, dan melestarikan lingkungan sesuai dengan perintah Allah SWT, serta harus memikirkan solusi untuk mengatasi masalah yang terdapat di bumi, sebagaimana firman Allah SWT dalam QS. Hud ayat 61 :

هُوَ أَنشَأَكُم مِّنَ الْأَرْضِ وَاسْتَعْمَرَكُمْ فِيهَا فَاسْتَغْفِرُوا لَهُ ثُمَّ تَوْبُوا إِلَيْهِ إِنَّ رَبِّي قَرِيبٌ مُّحِيبٌ ٦١

Artinya : "Dia (Allah) yang menciptakan kamu dari tanah dan memerintahkan kamu memakmurkannya karena itu mohonlah ampunan-Nya, kemudian bertaubatlah kepada-Nya. Sesungguhnya Tuhanku amat dekat (rahmat-Nya) lagi memperkenankan (do'a hamba-Nya)".

Shihab (2003) menjelaskan bahwa Allah SWT telah menciptakan manusia pertama kali (Nabi Adam a.s) dari bumi, yakni tanah dan menjadikan manusia agar memakmurkannya. Kata استَعْمَرَك terambil dari kata عمر yang berarti memakmurkan. Huruf sin dan ta' yang menyertai kata ista'mara ada yang memahaminya dalam arti perintah sehingga kata tersebut berarti Allah SWT memerintahkan manusia untuk memakmurkan bumi dan menjadikan manusia benar-benar mampu memakmurkan dan membangun bumi. Sebagai mahasiswa kimia kita diharuskan dapat memberikan solusi untuk mengatasi masalah yang terdapat di bumi salah satunya adalah pencemaran lingkungan yang disebabkan oleh limbah organik. Dengan

memanfaatkan senyawa kimia yang terdapat di alam seperti bismut (Bi), titanium (Ti), oksigen (O), serta mensintesisnya menjadi senyawa yang lebih bermanfaat misalnya menjadikan senyawa seperti $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$, dan sebagainya merupakan suatu bentuk usaha untuk mengurangi pencemaran yang terdapat dalam lingkungan.

Fotokatalitik merupakan suatu metode yang dapat meningkatkan laju reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksikan oleh cahaya (Linsebigler, dkk., 1995). Dalam metode fotokatalitik digunakan reaksi kimia yang dapat menimbulkan material fotokatalis dan cahaya yang digunakan sebagai pemicu reaksi (Castellote, dkk., 2011). Reaksi penggunaan fotokatalis dapat digunakan untuk mendegradasi senyawa polutan yang terdapat dalam limbah cair dengan bantuan foton. Proses fotokatalitik ini diawali dengan cara penyerapan energi foton dengan semikonduktor, sehingga elektron (e^-) akan tereksitasi ke pita konduksi dengan meninggalkan lubang positif (h^+) pada pita valensi. Elektron dan *hole* akan berfungsi sebagai agen reaksi redoks (reduksi-oksidasi) (Castellote, dkk., 2011). Energi yang dimiliki oleh cahaya matahari digunakan untuk mengaktifkan reaksi fotokatalisis sehingga dapat mempercepat proses reaksi.

Beberapa material yang dapat digunakan sebagai fotokatalis adalah TiO_2 , WO_3 , SrTiO_3 , dan SnO_2 . Keempat fotokatalis tersebut memiliki tingkat energi celah yang berbeda. TiO_2 memiliki energi celah sebesar 3,23 eV, WO_3 memiliki energi celah sebesar 2,6-3,0 eV, SrTiO_3 memiliki energi celah 3,2 eV, dan SnO_2 memiliki energi celah sebesar 3,6 eV. Kelemahan material fotokatalis ini ialah memiliki energi celah yang tinggi sehingga efektif bekerja pada daerah sinar ultra violet (UV), dan memiliki laju rekombinan yang tinggi sehingga laju elektron (e^-) kembali dari pita konduksi menuju pita valensi semakin cepat (Fujishima, dkk., 2008).

Usaha yang dapat dilakukan untuk mengatasi masalah tersebut bisa dengan cara mendoping dengan logam atau non logam seperti Mn, V, N, dan C yang bertujuan untuk menggeser fungsi kerjanya ke daerah sinar tampak, atau menggabungkan dua material semikonduktor menjadi material *heterojunction*, misalnya SnO₂/TiO₂ dan ZnO/TiO₂ yang bertujuan untuk memperlambat laju rekombinannya (Okamoto, dkk., 1985).

Titanium dioksida atau biasa disebut dengan titania memiliki tiga jenis bentuk kristal, yaitu: rutil, anatase, dan brookite. Titanium dioksida dengan bentuk kristal anatase paling sering digunakan sebagai material fotokatalis. Material ini kurang aktif pada radiasi sinar tampak yang merupakan komponen terbesar dari sinar matahari serta memiliki laju rekombinasi yang cepat. Untuk mengatasi masalah terkait laju rekombinasi maka usaha yang dilakukan adalah membuat komposit material *heterojunction* TiO₂ dengan material yang lain. Adapun beberapa material *heterojunction* berbasis TiO₂ yang telah dilaporkan adalah SnO₂/TiO₂ dan ZnO/TiO₂ (Hoffmann, dkk., 1995).

Bismut titanat (Bi₄Ti₃O₁₂) merupakan salah satu senyawa dalam golongan Aurivillius lapis tiga, yang terdiri dari lapisan *pseudo-perovskite* (A_{n-1}B_nO_{3n+1})²⁻ dan dua unit senyawa Bismut oksida (Bi₂O₂)²⁺ yang terletak di bagian atas dan bawah lapisan *pseudo-perovskite*. Secara keseluruhan, senyawa ini memiliki rumus molekul (Bi₂O₂)(A_{n-1}B_nO_{3n+1}) (Ismunandar, 2006). Material Bi₄Ti₃O₁₂ memiliki potensial yang besar sebagai feroelektrik dan juga fotokatalis. Kelebihan material Bi₄Ti₃O₁₂ memiliki sifat listrik seperti feroelektrik dan piezoelektrik. Senyawa Bi₄Ti₃O₁₂ memiliki celah pita sebesar 2,95 eV sehingga kurang efektif karena bekerja di daerah UV.

Salah satu usaha untuk meningkatkan kinerja suatu fotokatalis adalah menghambat laju rekombinasi dengan cara mensintesis material *heterojunction* berbasis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ seperti $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$. Telah dilaporkan oleh beberapa peneliti tentang sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ diantaranya adalah Navarro, dkk., (2010) melaporkan bahwa sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan menggunakan metode reaksi keadaan padatan suhu 750°C akan menghasilkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni dengan terbentuknya fasa penghubung berupa $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ dan TiO_2 yang terjadi pada suhu 500°C , dan Zhao (2016) melaporkan bahwa pembuatan *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan menggunakan metode hidrotermal dapat menggeser penyerapan di daerah sinar tampak. Sintesis tersebut menunjukkan bahwa material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi jika dibandingkan dengan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan TiO_2 yang murni.

Salah satu faktor yang mempengaruhi kinerja fotokatalitik adalah ukuran dan distribusi partikel, di mana semakin kecil dan seragam ukuran partikelnya maka kinerja fotokatalitik akan semakin meningkat dikarenakan luas permukaan suatu medium sangat besar. Salah satu metode yang sederhana dan menghasilkan ukuran partikel yang kecil adalah metode sonikasi. Metode sonikasi (ultrasonik) merupakan suatu proses kimia yang menggunakan teknologi sonik atau suara dengan menggunakan frekuensi yang sangat tinggi.

Berdasarkan uraian tersebut maka dalam penelitian ini dilakukan sintesis material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan metode sonikasi. Sedangkan aktivitas fotokatalitik dipelajari dengan cara mendegradasi larutan metilen biru (MB) yang ditambahkan dengan material fotokatalis *heterojunction* di bawah radiasi sinar UV. Struktur senyawa dan perubahan fasa hasil sintesis akan

dikarakterisasi dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), morfologi permukaan dari hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan nilai energi celah dari komposit yang dihasilkan dikarakterisasi dengan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS), dan uji aktivitas fotokatalitik.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang tersebut, rumusan masalah dari penelitian ini adalah

1. Bagaimana struktur dan morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6 yang disintesis dengan metode sonikasi?
2. Bagaimana nilai energi celah pita material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6 yang disintesis dengan metode sonikasi?
3. Bagaimana aktivitas fotokatalitik material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6 terhadap degradasi MB di bawah radiasi sinar UV?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah tersebut, tujuan dari penelitian ini adalah

1. Untuk mengetahui struktur dan morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6 yang disintesis dengan metode sonikasi.

2. Untuk mengetahui nilai energi celah material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6 yang disintesis dengan metode sonikasi.
3. Untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6 terhadap degradasi MB di bawah radiasi sinar UV.

1.4 Batasan Masalah

Berdasarkan tujuan masalah tersebut, batasan masalah dari penelitian ini adalah

1. Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilakukan dengan menggunakan metode reaksi keadaan padatan.
2. Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dilakukan dengan metode sonikasi selama 4 jam.
3. Karakterisasi yang dilakukan adalah untuk mengetahui struktur, morfologi, dan nilai energi celah pita.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu memberikan informasi baru tentang struktur, morfologi, nilai energi celah, dan uji aktivitas fotokatalitik dari material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan menggunakan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6 yang disintesis dengan menggunakan metode sonikasi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

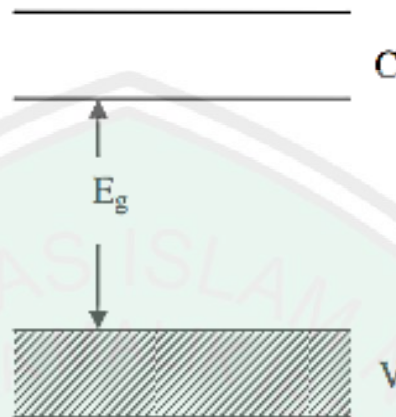
2.1 Fotokatalis

Fotokatalitik merupakan peristiwa kombinasi dari proses fotokimia dan katalitik. Dalam peristiwa ini dibutuhkan cahaya dan katalis untuk mempercepat transformasi kimia (Linsebigler, dkk., 1995). Secara umum fotokatalitik dapat diartikan sebagai suatu reaksi kimia yang dibantu oleh katalis padatan dan diaktivasi dengan energi foton dari sinar matahari. Material semikonduktor seperti TiO_2 akan tereksitasi dan memiliki kemampuan degradasi pada senyawa organik. Proses eksitasi akan terjadi ketika energi yang diserap dari cahaya matahari melebihi atau sama dengan energi celah pita suatu material (Hutomo, 2012). Mekanisme fotokatalitik secara umum dapat dibagi sebagai berikut (Henderson, 2011):

1. Penyerapan foton
2. Pembentukan muatan pasangan elektron-hole (e^- dan h^+)
3. Proses transfer elektron-hole (e^- dan h^+)
4. Penyerapan molekul organik (reduksi-oksidasi)

Semikonduktor merupakan material yang memiliki daya hambat antara isolator dengan konduktor dan memiliki energi celah antara pita valensi (*valence band*) dan pita konduksi (*conduction band*). Pada semikonduktor, pita valensi disebut dengan pita *bonding* terluar sedangkan pita konduksi disebut dengan pita *anti bonding* terluar. Dalam 0 K dapat dianggap bahwa pita valensi terisi elektron dengan penuh sedangkan pita konduksi tidak terisi elektron (Effendy, 2010). Kedua

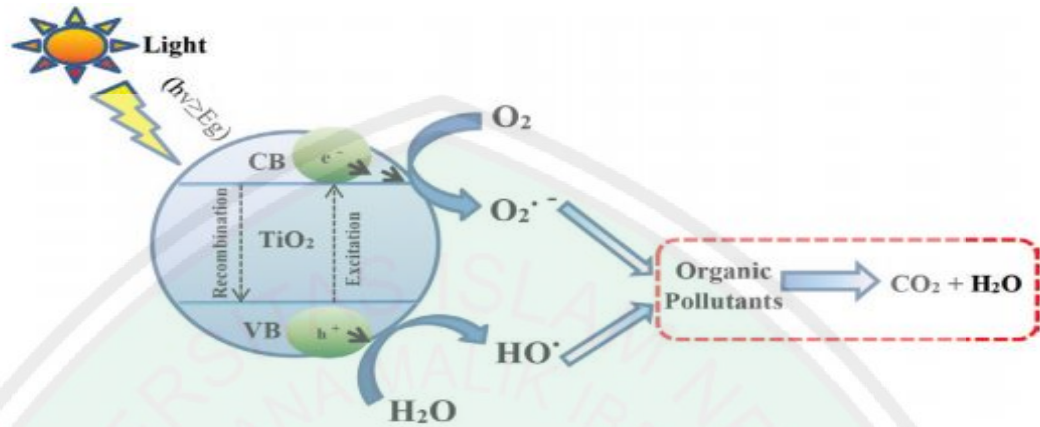
celah pita tersebut dapat dipisahkan oleh energi celah pita (energi ambang) yang ditampilkan seperti Gambar 2.1.



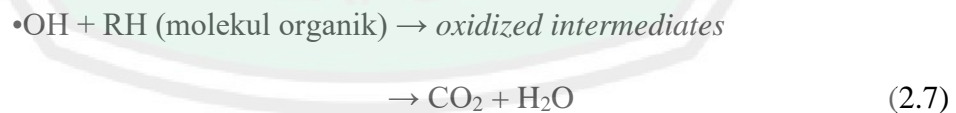
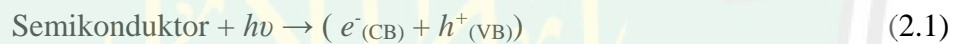
Gambar 2.1 Energi celah pita material semikonduktor (Effendy, 2010)

Energi celah pita merupakan energi yang diperlukan elektron untuk bereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi. Proses eksitasi akan terjadi saat energi cahaya yang diserap melebihi atau sama dengan energi celah pita suatu material TiO_2 (Saravanan, dkk., 2009). TiO_2 memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV untuk anatase dan 3,03 eV untuk rutil (Schiavello, 1997). Proses terjadinya mekanisme reaksi fotokatalisis pada material semikonduktor TiO_2 ditunjukkan pada Gambar 2.2. Berdasarkan Gambar 2.2 proses rekombinasi elektron-hole pada permukaan dapat terjadi karena adanya absorpsi foton dari pasangan elektron-hole serta terjadinya migrasi antara elektron-hole. Energi foton yang terabsorpsi akan mengakibatkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi yang mengakibatkan terjadinya transfer elektron ke molekul oksigen membentuk ion radikal superoksida ($\cdot\text{O}_2$) dan terjadinya transfer elektron dari molekul air (H_2O) ke

hole yang terdapat dalam pita valensi untuk membentuk radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$) (Liu, dkk., 2011).



Gambar 2.2 Mekanisme reaksi fotokatalis pada semikonduktor TiO_2 (Samsudin, dkk., 2015)

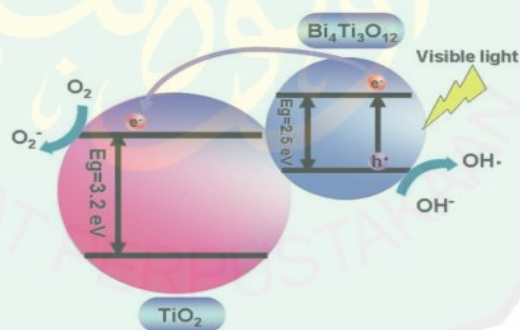


Hole merupakan oksidator yang kuat, sedangkan elektron merupakan reduktor yang baik. Sebagian besar dari reaksi fotodegradasi senyawa organik menggunakan kekuatan *hole* untuk mengoksidasi baik secara langsung maupun

tidak langsung. Oleh karena itu, untuk mempertahankan efektifitas reaksi degradasi, maka laju rekombinasi elektron dan *hole* harus diminimalisir (Hoffman, dkk., 1995). Secara umum, mekanisme reaksi fotokatalis seperti yang ditampilkan pada persamaan 2.1-2.7 (Hidaka, 2004):

2.2 Material *Heterojunction*

Material *heterojunction* merupakan suatu *interface* antara dua lapisan semikonduktor yang mempunyai kristal berbeda. Bahan-bahan semikonduktor memiliki nilai energi celah yang tidak sama membentuk suatu komposit (material *heterojunction*). Beberapa contoh material *heterojunction* yaitu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$, $\text{SnO}_2/\text{TiO}_2$, ZnO/TiO_2 , WO_3/TiO_2 , ZnO/SnO_2 , $\text{RuO}_2/\text{TiO}_2$, Ag/TiO_2 , Au/TiO_2 , dan Pt/TiO_2 . Proses terjadinya mekanisme material *heterojunction* pada material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ ditunjukkan pada Gambar 2.3.

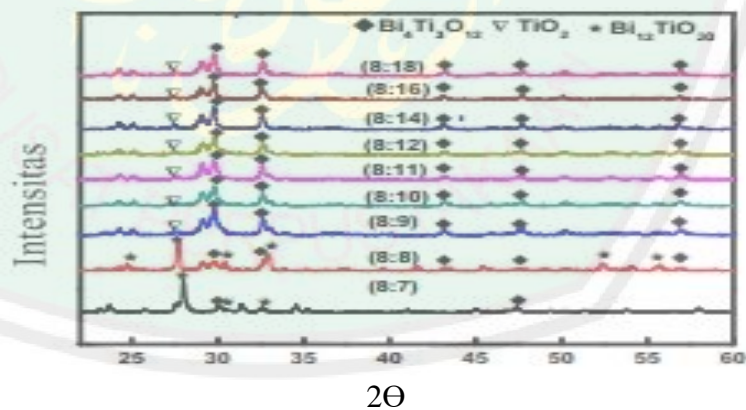


Gambar 2.3 Mekanisme material *heterojunction* (Cao, 2011)

Berdasarkan Gambar 2.3 dalam mekanisme material *heterojunction* elektron dan *hole* dapat berperan penting dalam proses degradasi senyawa organik, karena dalam proses *heterojunction* akan membentuk *sub-gap* baru, sedangkan *hole* akan tetap berada pada pita konduksi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan elektron yang tereksitasi akan

ditransfer ke TiO_2 . Pada akhirnya elektron yang tereksitasi akan mengisi permukaan TiO_2 dan sekaligus membentuk *hole* di $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dapat digunakan dalam reaksi oksidatif (Bojinova, dkk., 2007).

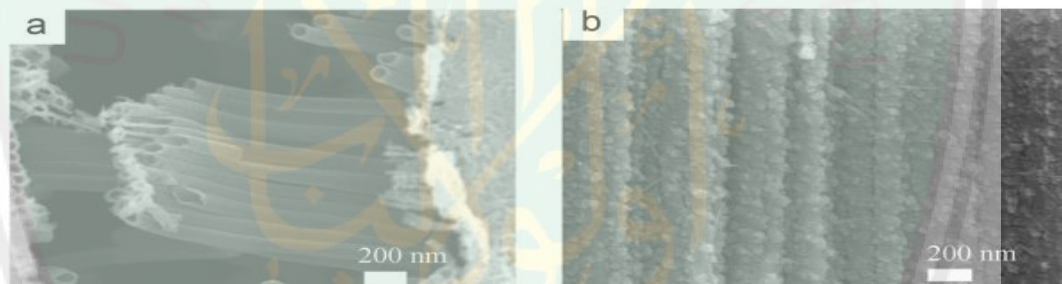
Zhao, dkk. (2016) telah melakukan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ pada suhu $200\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam dengan metode hidrotermal menggunakan rasio molar 1:2 pada Bi/Ti. Data hasil analisa XRD ditampilkan pada Gambar 2.4 yang menjelaskan bahwa penggunaan perbandingan rasio mol (8:7 dan 8:8) ditemukan adanya dua fasa yaitu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditandai dengan puncaknya yang lemah sesuai pada standar *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS) No. 35-0795 dan juga adanya fasa pengotor $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ sesuai pada standar (JCPDS) No. 34-0097 sedangkan saat penggunaan perbandingan rasio mol (8:9) terbentuk dua fasa yaitu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditandai dengan puncak yang kuat, dan fasa TiO_2 yang ditampilkan pada Gambar 2.4.



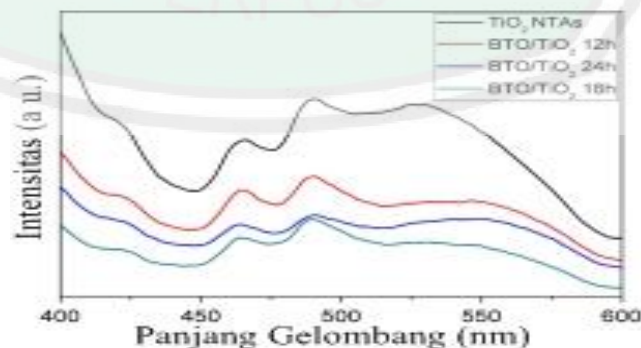
Gambar 2.4 Hasil analisa XRD dari material komposit dengan perbandingan rasio mol Bi/Ti (Zhao, dkk., 2016)

Chen, dkk.(2013) melakukan sintesis material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan metode hidrotermal. Morfologi partikel hasil sintesis ditampilkan pada

Gambar 2.5. Sebelum dilakukan proses hidrotermal didapatkan hasil permukaan yang halus, seragam, dan memiliki bentuk morfologi *hollow nanotubes* dengan diameter 70-80 nm. Sedangkan setelah dilakukan proses hidrotermal selama 18 jam material tersebut masih mengandung TiO_2 NTAs. Namun, permukaan yang dihasilkan tidak halus dan tidak seragam. Karena pada permukaan hasil morfologi tersebut terdapat banyak *nanocubes* yang berasal dari material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Dari data spektra *photoluminescence* (PL) yang ditampilkan pada Gambar 2.6 menunjukkan bahwa intensitas spektra dari PL menurun seiring dengan bertambahnya waktu. Dalam sintesis ini menunjukkan bahwa laju rekombinan menurun, kecuali pada waktu 24 jam intensitas spektra PL menjadi naik.

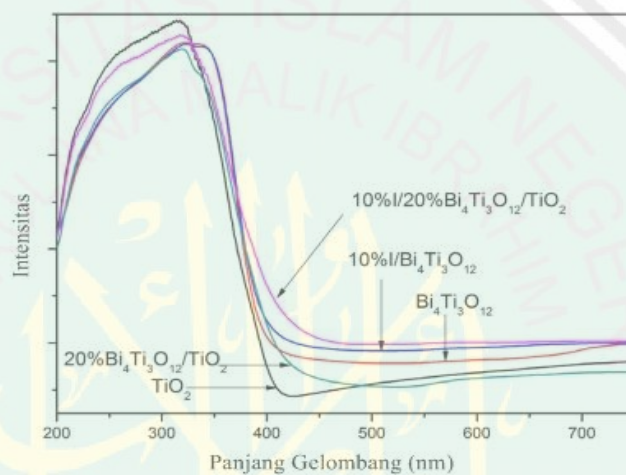


Gambar 2.5 Morfologi SEM material *heterojunction* (a) TiO_2 NTAs, dan (b) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (Chen, dkk., 2013)



Gambar 2.6 Spektra PL pada material TiO_2 NTAs dan material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (Chen, dkk., 2013).

Li, dkk. (2013) melakukan sintesis material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ metode presipitasi dengan sampel Bi/Ti dan I/Bi dengan rasio molar 4:3. Adanya komposit pada material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dapat menggeser ke arah panjang gelombang *visible*, sehingga aktivitas fotokatalitik yang digunakan untuk mendegradasi senyawa organik semakin meningkat. Adapun perubahan dalam nilai intensitas di dalam energi celah pita dapat ditampilkan pada Gambar 2.7.

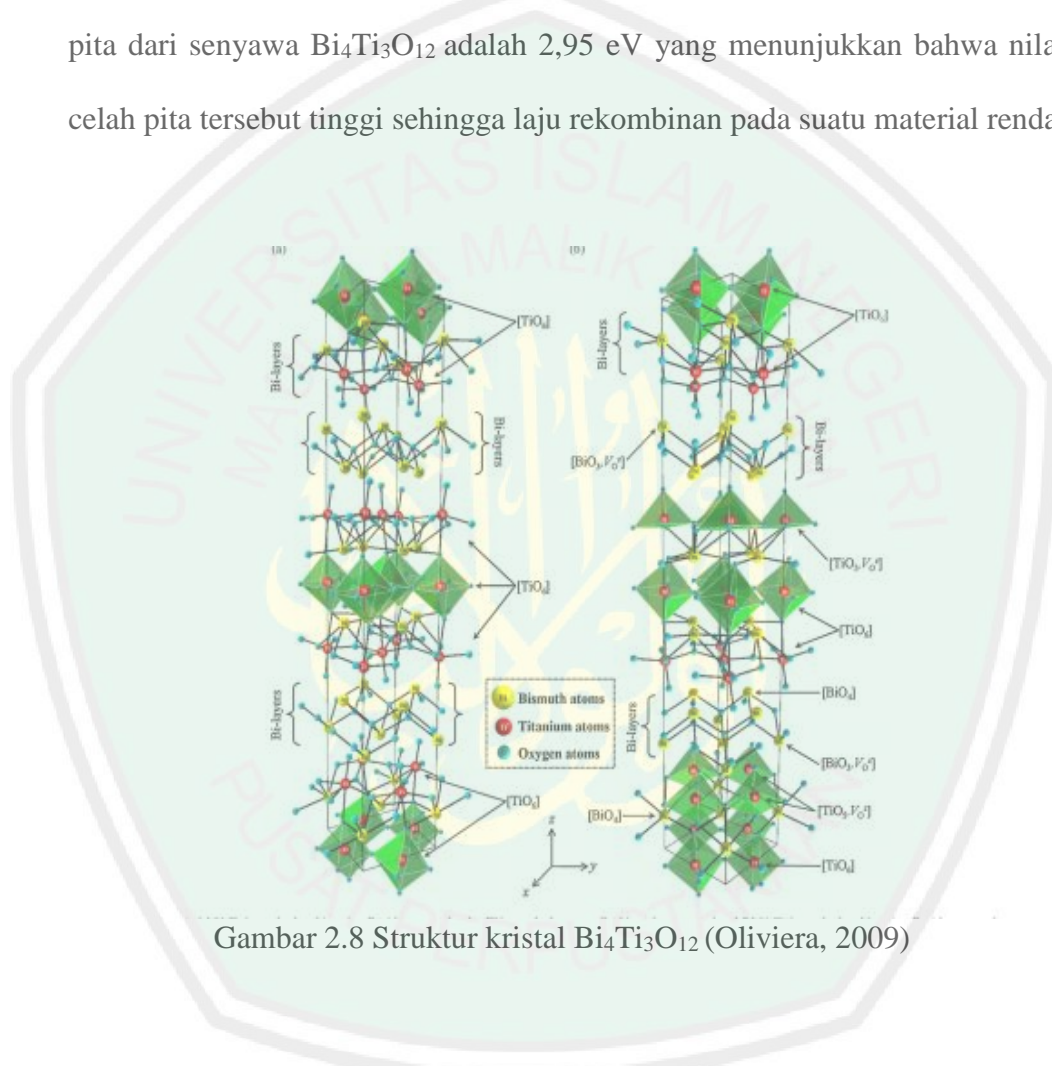


Gambar 2.7 Hasil spektra reflektansi difusi UV dari sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ metode presipitasi (Li, dkk., 2013)

2.2 Bismut Titanat

Senyawa Bismut titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) pertama kali ditemukan oleh Aurivillius pada tahun 1949. Senyawa ini tergolong senyawa Aurivillius lapis tiga, yang terdiri dari tiga unit lapisan senyawa *pseudo-perovskite* dan dua unit senyawa bismut oksida yang terletak di bagian atas dan bawah lapisan *pseudo-perovskite*. Secara keseluruhan, senyawa ini memiliki rumus molekul $(\text{Bi}_2\text{O}_2)(\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1})$ (Ismunandar, 2006). Struktur senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditunjukkan pada Gambar 2.8. Bismut titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) merupakan suatu senyawa Aurivillius yang memiliki

fasa orthorhombik yang bersifat ferroelektrik (suhu ruang), dan fasa tetragonal yang bersifat paraelektrik, atau diatas suhu transisi ferroelektrik-paraelektrik (FE-PE) yang terdapat pada suhu 675 °C (Lazarevic, dkk., 2007) struktur senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 2.8. Selain sifat ferroelektrik, akhir-akhir ini sifat fotokatalis pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menjadi perhatian yang menarik. Energi celah pita dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah 2,95 eV yang menunjukkan bahwa nilai dari celah pita tersebut tinggi sehingga laju rekombinan pada suatu material rendah.



Gambar 2.8 Struktur kristal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Oliviera, 2009)

Bismut titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dapat disintesis dengan menggunakan metode reaksi keadaan padatan. Ismunandar (2006) melaporkan bahwa metode reaksi keadaan padatan merupakan salah satu cara yang digunakan untuk menyediakan padatan yang berupa polikristalin. Padatan kristalin ini dapat disintesis langsung dengan menggunakan senyawa pereaksi yang berbentuk padatan. Cara sintesis ini

menggunakan suhu yang tinggi hingga mencapai 1000–1500 °C. Suhu ini dipilih karena laju reaksi padatan akan berlangsung pada suhu yang tinggi, sedangkan pada suhu kamar reaksi padatan tidak dapat berlangsung.

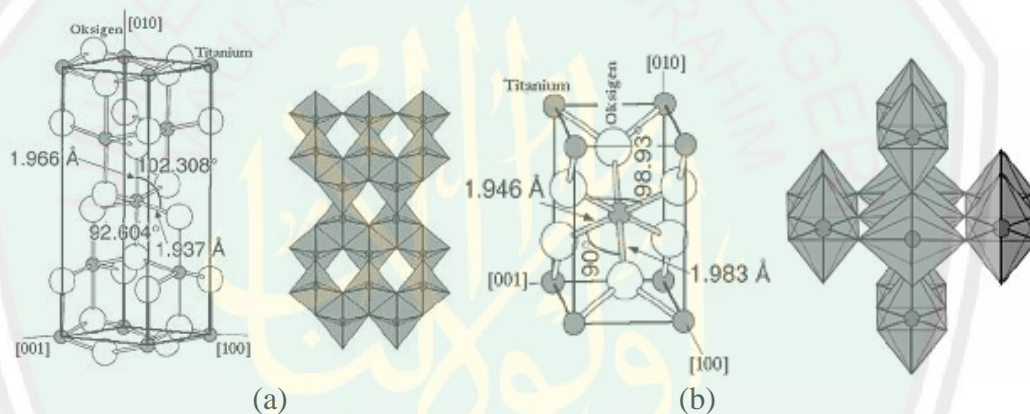
2.4 Senyawa TiO₂

TiO₂ merupakan suatu serbuk padatan yang berwarna putih, tidak berbau, dan tidak mudah terbakar. TiO₂ merupakan senyawa yang tidak larut dalam air, asam klorida, asam nitrat atau alkohol, dan larut dalam asam sulfat, hidrogen fluorida atau alkali. TiO₂ mempunyai tiga bentuk kristal yaitu brookit, anatas, dan rutil. Kristal TiO₂ anatas memiliki celah pita 3,2 eV sedangkan TiO₂ rutil memiliki celah pita 3,0 eV (Hoffmann, dkk., 1995).

Material TiO₂ yang digunakan sebagai fotokatalis memiliki kelemahan yaitu memiliki energi celah pita yang tinggi sehingga laju rekombinasinya cepat. Dimana laju kembalinya elektron dari pita konduksi ke pita valensi cepat oleh sebab itu dibutuhkan energi yang besar. Sehingga perlu dilakukan sintesis dengan metode *heterojunction* antara dua material.

Struktur dalam TiO₂ digambarkan dalam rantai oktahedral TiO₆. Perbedaan dari kedua struktur tersebut dibedakan oleh distorsi oktahedron dan pola rantai oktahedronnya. Dalam fasa rutil setiap ion Ti⁴⁺ akan dikelilingi oleh enam atom O²⁻ oktahedron yang terdapat dalam fasa rutil dan distorsi ortorombiknya sedikit kelihatan, sedangkan oktahedron yang terdapat dalam fasa anatas dan distorsi ortorombiknya sangat besar sehingga relatif tidak simetris (Linsebigler, dkk., 1995).

Struktur TiO_2 anatase dan rutil ditunjukkan pada Gambar 2.9. Secara berturut-turut jarak Ti-Ti fasa anatase lebih besar dari fasa rutil (3,79 dan 3,04 Å, 3,57 dan 2,96 Å), sedangkan jarak Ti-O fasa anatase lebih pendek jika dibandingkan dengan fasa rutil (1,93 dan 1,96 Å, 1,94 dan 1,98 Å) (Diebold, 2013). Perbedaan yang terdapat dalam kedua kisi ini dapat menyebabkan massa jenis, dan struktur pita elektronik dalam TiO_2 berbeda (Linsebigler, dkk., 1995). Oleh karena itu, TiO_2 fasa anatase memiliki daerah aktivitas fotokatalitik yang luas jika dibandingkan dengan TiO_2 fasa rutil (Gunlazuardi, 2001)



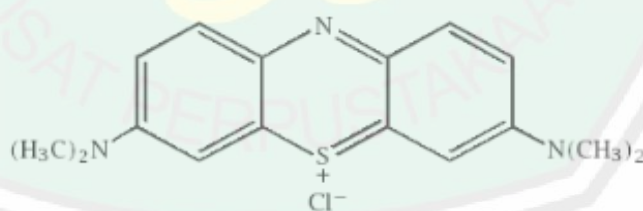
Gambar 2.9 Struktur TiO_2 (a) anatase, dan (b) rutil (Palupi, 2006)

Tabel 2.1 Sifat struktur kristal titanium (IV) oksida (Baur, 1961)

Sifat	Rutil	Anatas	Brokit
Struktur Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Orthorombik
Tetapan Geometris (Å)	$a=b=$ 4,5936 $c = 2,9587$	$a=b=$ 3,784 $c = 9,515$	$a = 9,184$ $b = 5,447$ $c = 5,154$
Grup Ruang	$P4_2/mnm$	$I4_1/amd$	$Pbca$
Molekul	2	2	4
Volume Molekul (Å ³)	31,2160	34,061	32,172
Berat Jenis (g.cm ⁻³)	4,13	3,79	3,99
Panjang Ikatan Ti-O (Å)	1,949 (4) 1,980 (2)	1,937(4) 1,965(2)	1,87–2,04
Sudut Ikatan O-Ti-O	81,2-90,0°	77,7-92,6°	77,0–105°

2.5 Metilen Biru

Metilen biru memiliki rumus kimia $C_{16}H_{18}ClN_3S$, yang merupakan suatu senyawa hidrokarbon aromatik yang beracun dan zat warna kationik dengan adsorpsi yang sangat kuat. Senyawa ini berupa kristal berwarna hijau gelap ketika dilarutkan. Metilen biru dalam air atau alkohol akan menghasilkan larutan berwarna biru. Metilen biru ini memiliki berat molekul 319,86 gr/mol, dengan titik lebur $105^{\circ}C$ dan daya larut sebesar $4,36 \times 10^4$ mg/L. Pada umumnya metilen biru digunakan sebagai pewarna dalam industri tekstil, kertas, kosmetik, dan lainnya. Dalam industri tekstil, metilen biru merupakan salah satu zat warna yang sering digunakan, karena harganya ekonomis dan mudah diperoleh. Senyawa ini memiliki nama lain yaitu 3,7-bis (dimetilamino)-pherothiazineklorida (Stretcher, 1986). Serta memiliki absorbansi pada panjang gelombang 609 dan 664 nm (Oz, dkk., 2009). Penggunaan metilen biru dapat menimbulkan beberapa efek seperti iritasi pada kulit, disfungsi ginjal, hati, otak, dan sistem saraf pusat manusia (Mohammed, dkk., 2014). Struktur senyawa metilen biru ditunjukkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Struktur senyawa metilen biru (Palupi, dkk., 2006)

Proses pewarnaan dalam senyawa metilen biru hanya digunakan sekitar 5%, sedangkan sisanya yaitu 95% akan dibuang sebagai limbah (Riyanto dan Julianto, T.S., 2009).

Pengolahan zat warna dapat dilakukan dengan metode konvensional secara fisika, kimia, dan biologi. Penggunaan metode konvensional memiliki beberapa kekurangan dan kelebihan. Dalam pengolahan secara fisika dengan proses membran filtrasi dan adsorpsi dilaporkan memberi aktivitas yang baik dalam mendegradasi zat warna, namun metode ini memiliki kelemahan yaitu mampu memproduksi endapan hasil degradasi yang dapat menjadi limbah baru. Pengolahan secara kimia dapat dilakukan dengan menggunakan koagulasi dan flokulasi. Produk akhir yang dihasilkan dalam metode ini membentuk lumpur endapan yang dapat menimbulkan permasalahan baru (Mohammed, dkk., 2014). Sedangkan dengan menggunakan katalis dapat digunakan untuk mendegradasi zat warna dengan waktu yang lama dan hasil yang signifikan untuk limbah dengan konsentrasi yang tinggi. Dalam Tabel 2.2 telah disajikan beberapa metode konvensional pengolahan limbah zat warna dengan kelebihan dan kekurangannya.

Tabel 2.2 Perbandingan pengolahan limbah zat warna dengan metode konvensional (Mohammed, dkk., 2014)

Metode	Deskripsi	Kelebihan	Kelemahan
Fotokimia	Oksidasi menggunakan H ₂ O-UV	Tidak menghasilkan endapan lumpur	Menghasilkan produk samping
NaCl	Oksidasi menggunakan Cl ⁺ untuk menyerang amino	Menginisiasi dan akselerasi pemecahan ikatan azo	Menghasilkan amina aromatis
Destruksi elektrokimia	Oksidasi menggunakan listrik	Memecah senyawa yang tidak berbahaya	Membutuhkan biaya listrik yang mahal
Karbon teraktivasi	Menghilangkan zat warna dengan cara adsorpsi	Sangat aktif pada beberapa tipe zat warna	Sulit diregenerasi kembali

Berdasarkan pada Tabel 2.2 dapat diketahui bahwa pengolahan limbah dengan menggunakan metode konvensional belum juga efektif dalam proses mendegradasi limbah zat warna metilen biru. Oleh sebab itu, perlu dilakukan pengolahan limbah dengan metode yang lebih efektif dan tidak menghasilkan produk samping. Salah satunya dengan menggunakan fotokatalis untuk mendegradasi zat warna dalam metilen biru.

Dariani, dkk. (2016) melaporkan bahwa fotokatalis TiO_2 untuk mendegradasi metilen biru dengan menggunakan variasi berat katalis TiO_2 sebesar 0,4; 0,6; 0,8; dan 1 gr untuk mendegradasi metilen biru dalam konsentrasi 10 mg/L. Dengan adanya variasi berat katalis tersebut hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah katalis yang digunakan maka persentase terdegradasinya juga semakin meningkat, sedangkan Firda, dkk. (2014) melaporkan bahwa oksidasi fotokatalitik metilen biru dengan menggunakan katalis TiO_2 untuk mengetahui degradasi metilen biru dengan menggunakan variasi waktu 30, 60, 90, 120, dan 150 menit, dan variasi konsentrasi sampel metilen biru awal 1, 3, dan 5 mg/L serta diatur pH larutan yang digunakan menjadi: 4 untuk mewakili keadaan asam, 7 untuk mewakili keadaan netral, dan 10 untuk mewakili keadaan basa. Dengan adanya variasi waktu dan pengaturan pH tersebut hasil yang diperoleh bahwa warna dari larutan metilen biru berubah dari biru menjadi semakin tidak berwarna seiring dengan bertambahnya waktu degradasi dan pada pH 7 memiliki persentase degradasi paling tertinggi hingga mencapai 82,86% pada konsentrasi 1 mg/L, 80,13% pada konsentrasi 3 mg/L, dan 59,39% pada konsentrasi 5 mg/L. Senyawa metilen biru secara fotokatalitik dapat terdegradasi secara bertahap dengan

menghasilkan produk akhir berupa CO_2 dan H_2O serta menghasilkan beberapa macam senyawa intermediet aromatis.

2.6 Metode Sintesis Reaksi Keadaan Padatan

Reaksi keadaan padatan merupakan metode yang paling banyak digunakan dalam mensintesis bahan anorganik. Dalam reaksi kimia padat, melibatkan pemanasan antara campuran dua padatan atau lebih untuk membentuk suatu padatan baru. Di dalam reaksi kimia padat terjadi proses difusi. Adapun laju reaksi dalam reaksi kimia padat ditentukan oleh tiga hal (Ismunandar, 2006):

a. Luas kontak padatan pereaksi

Untuk mempercepat reaksi, bisa dengan cara memperluas permukaan padatan pereaksi. Hal ini bisa dilakukan dengan memperkecil ukuran atau dengan membuat pelet dari campuran berbagai pereaksi. Pembuatan dalam bentuk pelet selain bertujuan memperluas kontak padatan pereaksi juga bertujuan meminimalkan kontak dengan krusibel.

b. Laju nukleasi fasa produk

Laju nukleasi dapat ditingkatkan dengan cara menggunakan reaktan yang memiliki struktur kristal yang mirip dengan struktur kristal produk.

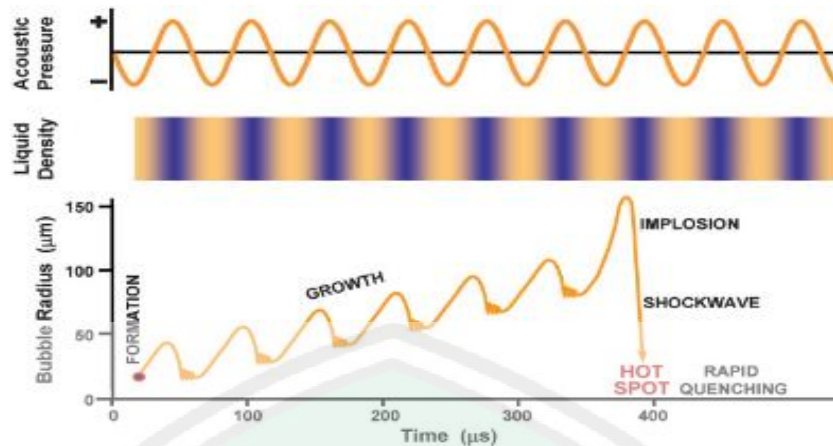
c. Laju difusi

Laju difusi bisa ditingkatkan dengan cara meningkatkan suhu dan memasukkan cacat atau defek. Defek dapat dimasukkan dengan memulai reaksi dengan reagen yang terdekomposisi dulu sebelum atau selama bereaksi.

2.7 Metode Sonikasi

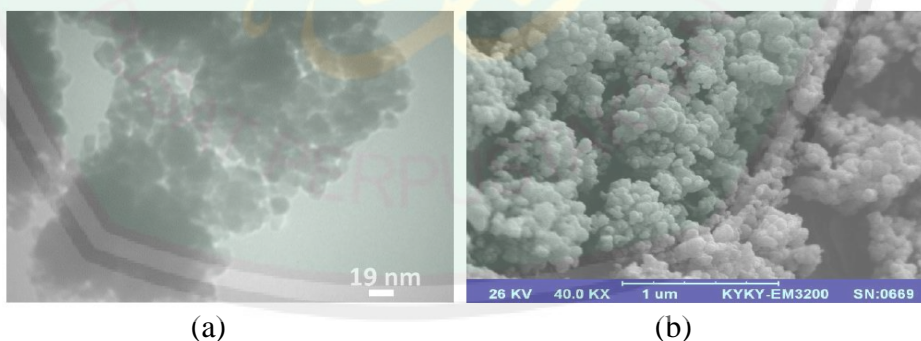
Metode sonikasi memiliki prinsip yaitu pemanfaatan gelombang ultrasonik dengan menggunakan frekuensi yang sangat tinggi diiradiasikan ke dalam larutan. Pada suhu larutan diiradiasikan dengan menggunakan panjang gelombang ultrasonik, yang menyebabkan larutan tersebut dapat terjadi tumbukan antara partikel penyusun larutan yang bertekanan tinggi. Suhu lokal yang terjadi ketika partikel kecil saling bertumbukan yaitu mencapai 5000 K/s dengan laju pendingin 1011 K/s (Suslick,1999). Kelebihan dari metode sonikasi yaitu dapat memecah agregat kristal yang memiliki ukuran besar menjadi agregat kristal yang memiliki ukuran kecil hingga dapat berskala nano.

Gelombang ultrasonik dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang yaitu instrumentasi dalam kesehatan. Dalam alat ini yang terpenting adalah pemanfaatannya dapat menimbulkan efek kavitasi akustik (Lazarevic, dkk., 2007). Prinsip metode sonikasi ialah suatu metode yang memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan menggunakan frekuensi yang tinggi ketika diiradiasikan ke dalam suatu larutan. Pada saat larutan tersebut diiradiasikan dengan menggunakan gelombang ultrasonik, akan terjadi tumbukan antar partikel dalam penyusun larutan dengan menggunakan tekanan yang tinggi. Sedangkan, apabila tumbukan yang terjadi antar partikel kecil maka suhu dapat mencapai hingga 5000 K dengan laju pendinginan $> 10^{10}$ K/s dan juga dapat mengaktifkan gelembung atau kavitasi (rongga) yang terdapat di dalam suatu medium tersebut dan terjadi pembentukan, pertumbuhan, dan pecahnya gelembung kecil gas. Mekanisme dari proses kavitasi dapat ditampilkan seperti pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Mekanisme kavitasi (Bang, dkk., 2010)

Saja, dkk. (2016) melakukan sintesis TiO_2 menggunakan metode sol gel sonikasi. Dihasilkan morfologi permukaan serbuk berbentuk *spherical* dengan pola sebaran homogen seperti ditampilkan pada (Gambar 12 a), sedangkan dari hasil TEM dapat diketahui bahwa struktur yang dihasilkan kristalin dengan memiliki ukuran pori yang kecil dan distribusi ukuran *spheric* dengan ukuran partikel yang berbeda seperti yang ditampilkan pada (Gambar 12 b).



Gambar 2.12 Morfologi partikel sintesis serbuk TiO_2 dengan: (a) menggunakan SEM dan (b) menggunakan TEM (Saja, dkk., 2016)

2.8 Sintesis dan Manfaat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dalam Persepektif Islam

Pengolahan limbah zat warna dapat dilakukan untuk memperbaiki lingkungan dengan menggunakan berbagai macam metode salah satunya yaitu fotokatalisis. Kelebihan dari metode ini yaitu mampu mengubah limbah zat warna yang berbahaya menjadi senyawa yang tidak berbahaya. Oleh karena itu, dalam penelitian ini perlu dilakukan pengabungan dua material fotokatalis agar manusia dapat menjalankan tugas dari Allah SWT untuk tetap memperbaiki lingkungan bukan merusaknya. Mengenai hal ini Allah SWT berfirman dalam QS. al A'raf ayat 56 :

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ ٥٦

Artinya : “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”.

Al-Qarmi (2007) dalam tafsir al-Misbah menjelaskan bahwa dalam ayat ini Allah SWT sangat melarang kita untuk berbuat berbagai macam jenis perusakan dan hal-hal yang membahayakan. Kemudian Allah SWT berfirman “إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ” ,
 “قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ”, sesungguhnya rahmat Allah SWT amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik. Pada ayat ini Allah SWT menggunakan kata قَرِيبٌ bukan قَرِيبَةٌ , karena rahmat Allah SWT itu mengandung makna tsawah (pahala), atau karena rahmat itu disandarkan kepada Allah SWT. Oleh karena itu, Allah SWT berfirman قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ (amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari 2018–Maret 2019 yang bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pengambilan data XRD di Universitas Negeri Malang, pengambilan data SEM di Kimia Fisik Material program studi Kimia Institut Teknologi Bandung, pengambilan data DRS di Laboratorium kimia fisika riset Universitas Islam Negeri Malang, dan pengambilan data dari uji aktivitas di ruang UV-Vis Universitas Islam Negeri Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: neraca analitis, gelas arloji, *furnace*, spatula, pipet tetes, aluminium foil, mortar agate, krusibel alumina, erlenmeyer 250 mL, magnetik stirer, oven, gelas ukur 100 mL, gelas ukur 10 mL, pipet ukur 10 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 1 mL, statif, *ultrasonic cleaning Bath* (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), *X-Ray Diffraction* bubuk (XRD, Panalytical E'xpert pro), SEM JSM 6510LV, DRS evolution 220, dan UV-Vis 50 Conc.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini ialah Bi_2O_3 (Sigma Aldrich), TiO_2 99.9% (Sigma Aldrich), aquades DM, aseton *p.a.*, metilen biru, dan etanol *p.a.*

3.3 Rancangan Penelitian

Pembuatan material fotokatalis *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ diawali dengan mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode reaksi keadaan padatan dengan prekursor Bi_2O_3 dan TiO_2 . Material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dihasilkan akan dibuat komposit dengan TiO_2 menggunakan metode sonikasi, dengan variasi perbandingan mol $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ adalah 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6. Selanjutnya hasil sintesis akan dikarakterisasi struktur materialnya dengan XRD, untuk mengetahui morfologi dengan SEM, untuk mengetahui lebar celah pita (*band gap*) dengan UV-Vis DRS, dan untuk mengetahui % degradasi metilen biru dengan menggunakan reaktor fotokatalis dan UV-Vis.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi 3 tahap, yaitu :

1. Tahap sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan menggunakan metode reaksi keadaan padatan.
2. Tahap sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dikompositkan dengan TiO_2 dengan menggunakan metode sonikasi.
3. Karakterisasi hasil sintesis dengan menggunakan XRD, SEM, dan UV-Vis DRS

4. Uji aktivitas fotokatalis senyawa *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan menggunakan reaktor fotokatalis.

3.5 Prosedur Kerja

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

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan prekursor Bi_2O_3 dan TiO_2 dilakukan dengan menggunakan metode reaksi keadaan padatan dengan cara mencampurkan secara stoikiometri untuk menghasilkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ sebanyak 5 gr dengan komposisi Bi_2O_3 sebanyak 3,9138 gr dan TiO_2 anatas sebanyak 1,0067 gr dengan menggunakan perbandingan mol 2:3. Pada tahap awal prekursor Bi_2O_3 dan TiO_2 digerus dengan menggunakan *mortar agate* selama 1 jam, ditambahkan dengan aseton dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 8 jam. Hasil yang diperoleh digerus selama 1 jam dengan penambahan aseton kemudian dikalsinasi selama 8 jam pada suhu 600°C . Cara yang sama digunakan untuk pemanasan selanjutnya pada suhu 700, 800, dan 900°C .

3.5.2 Pembentukan Komposit $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$

Pembentukan komposit dilakukan dengan cara mencampurkan rasio mol komposit $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6 dari perhitungan stoikiometri kebutuhan masing-masing prekursor dirangkum pada Tabel 3.1. Ditambahkan 20 mL aqua DM dan 40 mL larutan etanol kemudian dilakukan sonikasi selama 4 jam selanjutnya diuapkan dalam oven selama 4 jam pada suhu 105°C sampai pelarut menguap dan dikalsinasi pada suhu 550°C selama 8 jam.

Tabel 3.1 Perhitungan Stoikiometri Kebutuhan Masing-masing Prekursor

No	Rasio mol	Massa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (gr)	Massa TiO_2 (gr)
1	1/1	0,9361	0,0638
2	1/2	0,8799	0,1200
3	1/4	0,7856	0,2143
4	1/6	0,7096	0,2903

3.5.3 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X Serbuk (XRD)

Material hasil dari sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengidentifikasi terbentuknya fasa sampel, struktur pada sampel dan dapat menentukan kristalinitas senyawa yang terbentuk selama proses sintesis. Pengukuran pada instrumen XRD dengan radiasi monokromator Cu K- α ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan arus 30 mA, dan diukur pada rentang $2\theta(^{\circ}) = 5-90^{\circ}$. Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD yaitu difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar untuk mengetahui perubahan fasa setelah perlakuan.

3.5.4 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan SEM

Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk mengetahui pola morfologi, permukaan material hasil sintesis. Sampel yang dikarakterisasi menggunakan SEM yang akan ditempatkan pada sampel *holder* menggunakan perekat. Sampel yang telah selesai diamati dengan perbesaran 7000 dan 20.000 kali.

3.5.5 Karakterisasi Hasil Sintesis dengan UV-Vis DRS

Karakterisasi spektroskopi DRS dapat dilakukan untuk mengetahui lebar celah pita pada suatu material dari hasil sintesis di daerah UV, sinar tampak dan juga untuk mengetahui karakter serapan sinar dari material hasil sintesis. Sampel

yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus yang akan ditempatkan pada sampel *holder*, kemudian diukur persentase reflektansinya pada rentang panjang gelombang 200–800 nm.

3.5.6 Uji Aktivitas Fotokatalis

Uji aktivitas fotokatalis dilakukan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi fotokatalis *heterojunction* terhadap kemampuan mendegradasi metilen biru melalui penyinaran UV. Sumber sinar radiasi dan jenis katalis digunakan sebagai variabel bebas. Sedangkan persentase penurunan konsentrasi metilen biru disebut dengan variabel terikat. Penurunan konsentrasi metilen biru diperoleh dari data absorbansi larutan metilen biru sebelum dan setelah proses fotodegradasi yang dihitung berdasarkan kurva standar yang telah dibuat.

3.5.6.1 Pembuatan Larutan Induk Metilen Biru

Sebanyak 0,1 mg metilen biru murni dilarutkan dengan cara menambahkan akuades dalam labu ukur 100 mL hingga tepat tanda batas dan dihomogenkan, sehingga diperoleh larutan induk 10 ppm. Larutan ini disimpan di dalam lemari reaktor fotokatalis buatan mandiri.

3.5.6.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

Penentuan panjang gelombang maksimum dalam larutan metilen biru 10 ppm diukur serapan antara 400-800 nm dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mendapatkan panjang gelombang maksimumnya. Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan melihat absorbansi terbesar atau panjang gelombang yang paling

banyak diserap oleh metilen biru. Kemudian data panjang gelombang maksimum digunakan untuk membentuk kurva standar.

3.5.6.3 Pembuatan Kurva Standar Untuk Spektroskopi UV-Vis

Larutan metilen biru digunakan dengan variasi 1-10 ppm dengan 0,1 mL (dari pengenceran larutan induk 100 ppm metilen biru dengan akuades) sebanyak 10 ml (perhitungan ditampilkan pada Lampiran 2). Kemudian larutan yang telah dibuat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang yang maksimum. Hasil dari pembuatan kurva standar tersebut diperoleh hubungan absorbansi (A) dengan konsentrasi (c). Dari hasil pengukuran kurva standar diperoleh persamaan regresi liniernya sehingga bisa ditentukan A_0 yang merupakan konsentrasi terukur dari larutan induk.

3.5.6.4 Pengujian Aktivitas Fotokatalis

Larutan metilen biru 10 ppm sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam *beaker glass* 250 mL kemudian di cek pH. Selanjutnya ditambahkan katalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ sebanyak 0,1 gram dengan kondisi pH netral. Campuran tersebut dimasukkan ke dalam reaktor fotokatalis selama 30 menit penyimpanan dengan menggunakan lampu *Blacklight* $\lambda = 365$ nm, dan $P = 40$ Watt. Setelah dilakukan penyinaran, *disentrifuge* selama 5 menit untuk memisahkan larutan dengan katalis dan di cek pH. Kemudian dilakukan pengukuran serapan larutan hasil degradasi metilen biru menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum untuk mengetahui banyaknya senyawa metilen biru yang terdegradasi. Pengulangan dilakukan sebanyak 3 kali dengan pengukuran pada menit ke 30. Aktivitas

photodegradation of methylene blue is performed by comparing the initial absorbance and absorbance after the waste is degraded using a UV-Vis spectrophotometer at the maximum wavelength. The test is carried out on the whole sample of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ with a molar ratio of 1/1, 1/2, 1/4, and 1/6. The degradation data will show the relationship between the catalyst composition and the percentage of degradation over a 30-minute period.

3.6 Analisa Data

1. Hasil yang didapatkan dari karakterisasi menggunakan XRD (difraktogram) dibandingkan dengan standar ICSD. Selanjutnya, data XRD di *refinement* dengan menggunakan program *Rietica* dengan metode *Le-Bail* untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan.
2. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan SEM adalah mikrograf. Dari gambar yang diperoleh selanjutnya dianalisis dengan menggunakan *software image-J* untuk mengetahui ukuran partikelnya.
3. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan UV-Vis DRS dianalisa dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada persamaan 3.1.

$$F(R) = \left(\frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{K}{S} \right) \dots \dots \dots (3.1)$$

with $F(R)$ = Kubelka-Munk factor, K is the molar absorption coefficient, S is the scattering coefficient, R is the reflectance value measured against the standard. The relationship between the Kubelka-Munk factor and the band gap energy is shown in equation 3.2.

$$F(R) = (h\nu - E_g)^{m/2} \dots \dots \dots (3.2)$$

dengan E_g adalah energi celah pita, m adalah 1 (untuk transisi langsung yang diperbolehkan). Energi celah pita ditentukan dengan cara menarik garis linear yang melewati daerah tersebut, kemudian menentukan persamaan linearnya. Persamaan linear selanjutnya dicari nilai x ($h\nu =$ energi celah pita) ketika $y=0$. Nilai x tersebut menyatakan besar dari celah pita energi.

4. Persen degradasi metilen biru ditentukan dengan memasukkan nilai absorbansi ke dalam persamaan regresi linier dari larutan metilen biru. Selanjutnya persentase degradasi diperoleh dengan memasukkan konsentrasi dari metilen biru yang ditunjukkan melalui persamaan 3.3.

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \dots \dots \dots (3.3)$$

dengan C_0 adalah konsentrasi awal metilen biru dan C_t adalah konsentrasi akhir degradasi metilen biru.

BAB IV

PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan: (a) sintesis bismut titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) menggunakan metode reaksi keadaan padatan, (b) karakterisasi sampel hasil sintesis dengan menggunakan XRD untuk mengidentifikasi struktur fasa, (c) sintesis material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ menggunakan metode sonikasi dengan perbandingan mol 1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6, (d) karakterisasi sampel material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan menggunakan XRD untuk mengidentifikasi struktur fasa, SEM untuk mengetahui morfologi partikel dari suatu senyawa, dan UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita, dan (e) uji aktivitas fotokatalitik.

4.1 Sintesis Bismut Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan Metode Reaksi Keadaan Padatan

Material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ disintesis menggunakan metode reaksi keadaan padatan. Prekursor yang digunakan adalah Bi_2O_3 , dan TiO_2 . Adapun tahap awal dari sintesis dilakukan penggerusan selama 1 jam dengan penambahan aseton yang bertujuan untuk membantu proses penghalusan, memperluas permukaan, dan menghomogenkan material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Hasil dari proses tersebut dilakukan kalsinasi selama 8 jam pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$. Kemudian material hasil proses kalsinasi dilakukan penggerusan ulang selama 1 jam dengan penambahan aseton dan dilakukan kalsinasi selama 8 jam pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$. Cara yang sama dilakukan penggerusan ulang dan kalsinasi selanjutnya dilakukan pada suhu $700, 800, 900\text{ }^\circ\text{C}$, dan dihasilkan serbuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Perubahan sampel sebelum dan sesudah pemanasan metode reaksi keadaan padatan dapat dilihat pada Gambar 4.1.

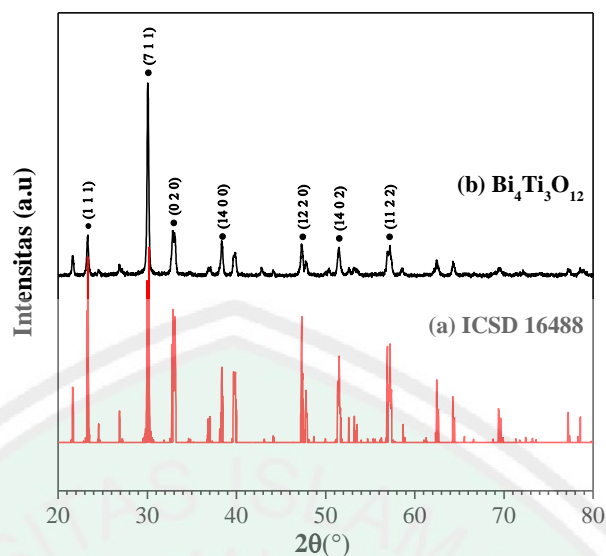


Gambar 4.1 Sampel hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$: (a) sebelum kalsinasi, dan (b) sesudah kalsinasi

Perubahan warna sampel yang awalnya kuning menjadi putih selama proses kalsinasi tersebut mengindikasikan terjadinya reaksi kimia. Hal ini dapat dikatakan bahwa reaksi kimia telah terjadi pada sampel selama proses kalsinasi.

4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Bismut Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)

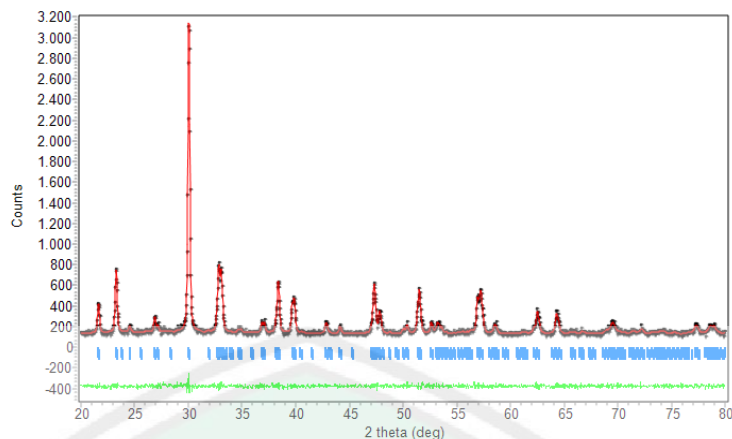
Material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa dan struktur kristal yang terbentuk dalam sampel. Pola difraksi sinar-X $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 4.2. Data yang diperoleh dicocokkan dengan standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang terdapat dalam *International Crystallography Standar Data* (ICSD) No. 16488 dengan grup ruang $Aba2$. Diperoleh hasil bahwa pola difraksi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ mempunyai kesesuaian dengan standar yang menunjukkan bahwa telah terbentuknya senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan tidak adanya pengotor yang ditandai dengan tidak ditemukan puncak-puncak baru.



Gambar 4.2 Pola Difraksi Sinar-X $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

Untuk memperoleh data kristalografi dilakukan proses *refinement* dengan menggunakan metode *Le Bail* pada program *rietica*. Parameter input yang digunakan dalam *refinement* ini adalah data standar ICSD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ No. 16488 dengan grup ruang *Aba2* dengan parameter kisi a (Å) = 32,8257Å, b (Å) = 5,4097Å, c (Å) = 5,4474Å, $Z = 4$, dan volume sel satuan (Å³) = 967,3527 Å³. Hasil plot *refinement* ditampilkan pada Gambar 4.3, sedangkan parameter hasil *refinement* dirangkum pada Tabel 4.1.

Hasil parameter *refinement* menunjukkan bahwa struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki kecocokan yang sesuai dengan data standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ICSD No. 16488, hal ini ditunjukkan dengan nilai profil (R_p) sebesar 6,82 dan nilai residu profil terbobot (R_{wp}) sebesar 6,40 yang nilainya di bawah 10.



Gambar 4.3 Hasil *refinement* material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan menggunakan metode keadaan padatan.

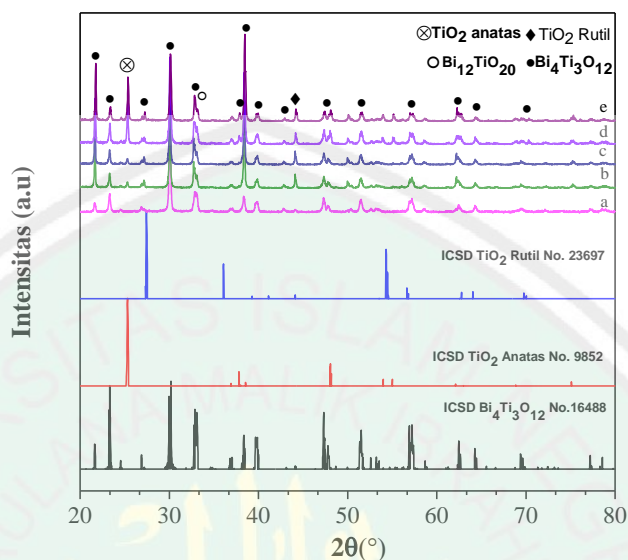
Tabel 4.1 Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dari proses *refinement* dengan metode *Le Bail*

Parameter	$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$
Sistem Kristal	Orthorhombik
Grup Ruang	<i>Aba2</i>
Satuan Asimetrik (<i>Z</i>)	4
Panjang <i>a</i> (Å)	32,8300
Panjang <i>b</i> (Å)	5,4110
Panjang <i>c</i> (Å)	5,4479
Volume Sel (Å ³)	967,7996
<i>R_p</i> (%)	6,82
<i>R_{wp}</i> (%)	6,40
<i>GoF</i> (χ^2)	0,2502

4.3. Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ Metode Sonikasi Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)

Material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ diperoleh dengan cara mencampurkan hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan TiO_2 melalui metode sonikasi. Material yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X yang bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Hasil difraktogram material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ ditunjukkan pada Gambar 4.4. Identifikasi fasa dilakukan dengan membandingkan difraktogram sampel dengan standar dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (ICSD No.

16488) dengan grup ruang $Aba2$, TiO_2 fasa anatas (ICSD No. 9852) dengan grup ruang $I41/amd$, dan TiO_2 fasa rutil (ICSD No. 23697) dengan grup ruang $P4_2/mnm$.



Gambar 4.4 Pola XRD dari: (a) $Bi_4Ti_3O_{12}$ reaksi keadaan padatan, (b) $Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$ (1/1), (c) $Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$ (1/2), (d) $Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$ (1/4), dan (e) $Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$ (1/6)

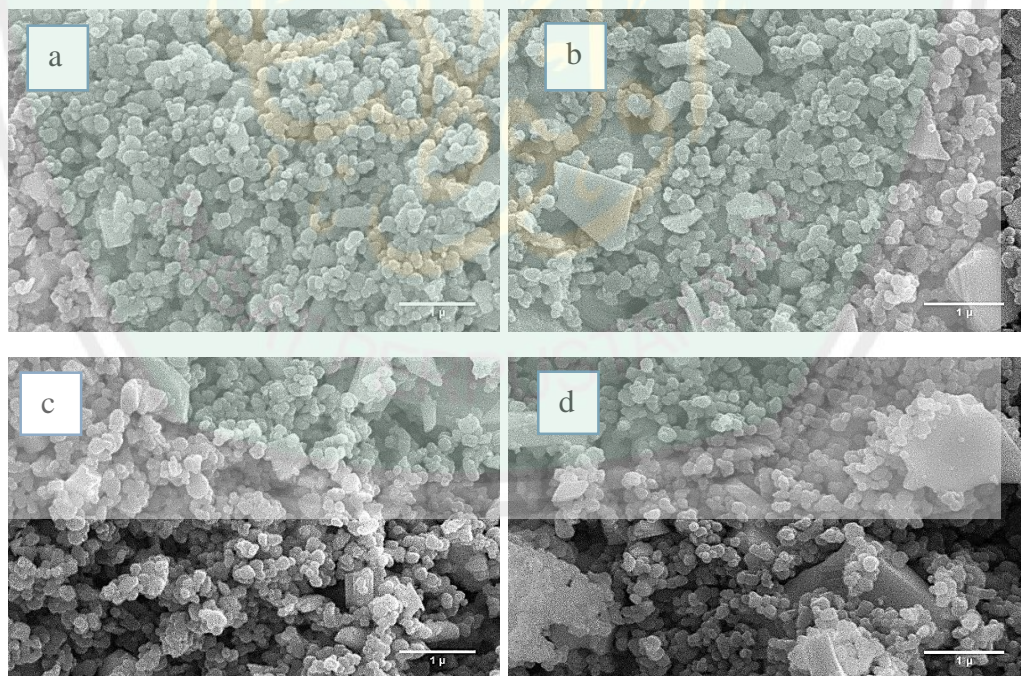
Berdasarkan perbandingan difraktogram sampel dengan standar ($Bi_4Ti_3O_{12}$, TiO_2 anatas dan TiO_2 rutil) diperoleh hasil bahwa sampel mengandung (a) $Bi_4Ti_3O_{12}$ yang ditandai dengan keberadaan puncak pada 2θ (°) : 22, 23, 27, 30, 32, 37, 38, 40, 43, 48, 52, 57, 62, 64, dan 69, (b) TiO_2 anatas dengan keberadaan puncak pada 2θ (°) : 25, (c) TiO_2 rutil dengan keberadaan puncak pada 2θ (°) : 44. Akan tetapi ditemukan pengotor berupa $Bi_{12}TiO_{20}$ yang ditandainya dengan adanya puncak difraksi baru pada 2θ (°) : 33.

TiO_2 fasa rutilite ditemukan karena menggunakan prekursor P25 (komersial) dimana dalam prekursor ini tidak hanya terdiri dari TiO_2 anatas murni melainkan masih terdapat TiO_2 rutil. Adapun suhu yang digunakan untuk kalsinasi pada proses kali ini menggunakan suhu $550^\circ C$, suhu tersebut masih belum bisa menghilangkan

fasa antara rutil dan anatase. Sehingga dalam hasil spektra tersebut masih mengandung anatase dan rutil. Senyawa pengotor $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ tersebut disebabkan karena terjadinya pencampuran antara material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$.

4.4. Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan Menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dari suatu sampel. Gambar yang diperoleh diolah dengan software *Image-J* yang ditampilkan pada Gambar 4.5. Morfologi partikel yang diperoleh berbentuk *spherical* dan *plate-like* (lempengan). Morfologi *spherical* menunjukkan adanya TiO_2 (Saja, dkk., 2016), dan *plate-like* menunjukkan adanya $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Wang, dkk., 2014).



Gambar 4.5 Karakterisasi SEM (a) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1:1), (b) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1:2), (c) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1:4), (d) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1:6) pada perbesaran 20000x

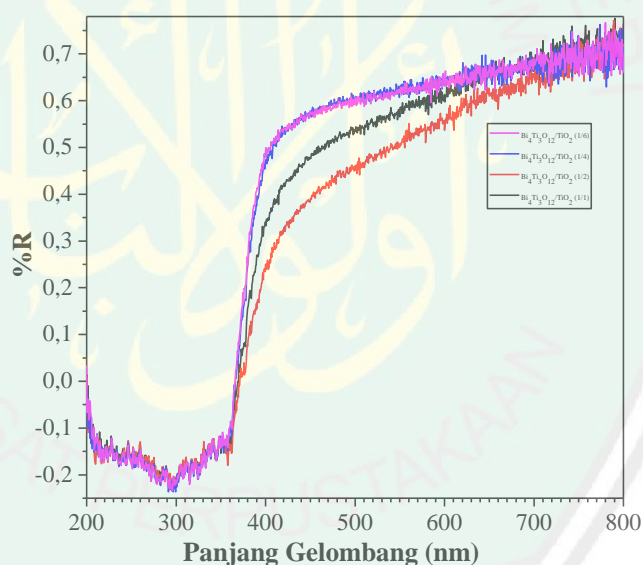
Berdasarkan hasil SEM diperoleh ukuran partikel kecil hal tersebut terjadi karena adanya proses sonikasi. Dalam proses sonikasi ini larutan tersebut diiradiasikan dengan menggunakan gelombang ultrasonik dengan frekuensi yang sangat tinggi. Pada saat larutan tersebut diiradiasikan dengan gelombang ultrasonik, larutan tersebut akan terjadi tumbukan antarpartikel dalam penyusun larutan menggunakan tekanan yang tinggi. Saat tumbukan terjadi antarpartikel penyusun, suhu dapat mencapai hingga 5000 K dengan laju pendinginan $> 10^{10}$ K/s dan hal ini dapat mengaktifkan gelembung atau kavitasi (rongga) yang terdapat di dalam suatu medium tersebut. Dalam proses ini terjadi pembentukan gelembung, pertumbuhan gelembung dengan siklus yang berturut-turut, mencapai ukuran yang tidak stabil, dan terjadi pemecahan gelembung.

Sampel yang diperoleh memiliki ukuran partikel pada kisaran 200-350 nm. Hal ini menunjukkan bahwa dengan menggunakan metode sonikasi dapat diperoleh partikel dengan ukuran relatif kecil dengan luas permukaan yang besar. Berdasarkan Gambar 4.5 dengan komposisi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/1) partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tidak terlihat, yang dimungkinkan permukaannya tertutupi oleh partikel TiO_2 . Sedangkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan komposisi (1/2, 1/4, dan 1/6) terlihat lebih homogen antara $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan TiO_2 .

4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ Menggunakan UV- *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS)

Karakterisasi menggunakan UV-DRS bertujuan untuk mengetahui energi celah pita dalam suatu senyawa dan serapan sinar yang terdapat pada rentang sinar UV dan sinar tampak. Spektra DRS $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ ditampilkan pada Gambar 4.6. Berdasarkan spektra pada Gambar 4.6 dapat diketahui bahwa tidak terdapat

perubahan yang signifikan terhadap nilai reflektansinya pada daerah serapan sinar UV di daerah pengukuran 200-400 nm antara sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6). Sedangkan pada daerah sinar tampak (400-800 nm) perubahan nilai reflektansi terlihat perbedaan yang signifikan, dimana pada sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/2) terjadi penurunan nilai reflektansi yang tinggi jika dibandingkan sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/1, 1/4, dan 1/6). Hal tersebut menunjukkan bahwa nilai reflektansi yang rendah di daerah visibel dapat menunjukkan bahwa kemampuan untuk menyerap itu besar. Pada sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/4, dan 1/6) terjadi tumpang tindih, sedangkan pada sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/1) mengalami penurunan % R.

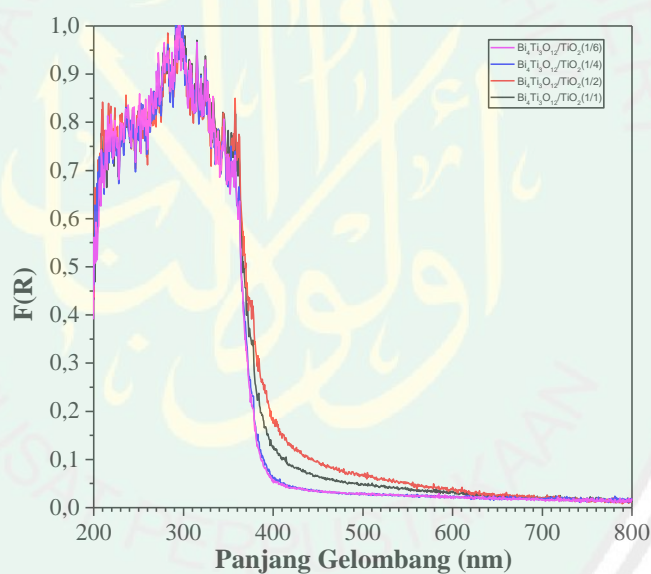


Gambar 4.6 Spektra DRS hubungan antara % reflektansi dengan panjang gelombang dari sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ pada perbandingan mol (1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6)

Berdasarkan hal tersebut dapat diketahui bahwa penambahan konsentrasi yang berbeda pada material akan memberikan nilai % Reflektansi yang berbeda pula. Dimana perbedaan nilai reflektansi dapat menunjukkan aktivitas fotokatalis. Hasil

spektra tersebut menunjukkan bahwa sampel dengan perbandingan mol (1/1 dan 1/2) dimungkinkan memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih efektif jika dibandingkan dengan sampel yang lainnya (1/4 dan 1/6).

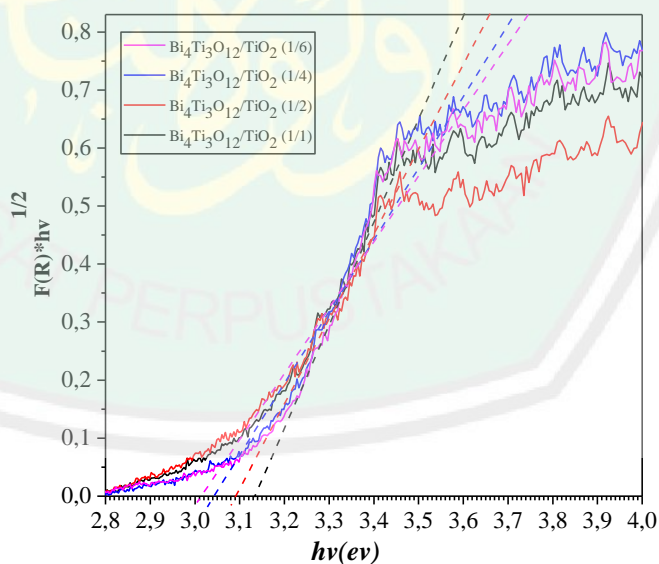
Analisis selanjutnya dilakukan pendekatan pada teori Kubelka-Munk untuk mempelajari sifat serapan sampel. Koefisien absorpsi optik diturunkan hubungannya secara matematis dengan persamaan $F(R) = (1-R)^2/2R$ yang sebanding dengan nilai koefisien absorpsi per *scattering* (k/s) Nilai $F(R)$ merupakan faktor Kubelka-Munk. Hubungan antara faktor Kubelka-Munk dengan panjang gelombang ditampilkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Hubungan antara faktor Kubelka-Munk dengan panjang gelombang dari sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ pada perbandingan mol (1/1, 1/2, 1/4 dan 1/6)

Berdasarkan Gambar 4.7 dapat diketahui bahwa faktor Kubelka-Munk yang menunjukkan koefisien absorpsi optik dari sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol (1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6) tidak mengalami perubahan yang

signifikan pada daerah serapan sinar UV. Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ perbandingan mol (1/1, dan 1/2) pada daerah sinar tampak (400-800 nm) terdapat perubahan yang begitu signifikan, dengan ditunjukkan tidak adanya tumpang tindih antara grafik yang dihasilkan pada daerah tersebut, sedangkan pada sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ perbandingan mol (1/4, dan 1/6) pada daerah sinar tampak tidak terdapat perubahan yang begitu signifikan yang ditunjukkan dengan adanya grafik yang saling tumpang tindih. Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol (1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6) pada daerah sinar tampak terjadi peningkatan koefisien absorpsi, dimana semakin tinggi nilai koefisien absorpsi menunjukkan bahwa semakin efektif absorpsi sinar pada daerah sinar tampak. Dalam hal ini menunjukkan bahwa pada sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan perbandingan mol (1/2) merupakan perbandingan mol yang paling efektif untuk meningkatkan absorpsi sinar pada daerah sinar tampak.



Gambar 4.8 Spektra DRS Hubungan antara $(FR*hv)^{1/2}$ dengan energi celah pita ($h\nu$) dari sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ pada perbandingan mol (1/1, 1/2, 1/4 dan 1/6)

Nilai energi celah pita dari perhitungan data persen reflektansi DRS dengan persamaan Kubelka-Munk dalam persamaan 3.2. Dari hasil perhitungan didapatkan hubungan antara $(FR*hv)^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv) yang ditampilkan pada Gambar 4.8. Perhitungan nilai energi celah pita secara rinci terdapat pada Lampiran 5.

Tabel 4.2 menunjukkan nilai energi celah pita dari sampel TiO_2 anatas, TiO_2 rutil, $Bi_4Ti_3O_{12}$, dan berbagai perbandingan mol sampel $Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$. Berdasarkan data tersebut maka nilai energi celah pita material *heterojunction* lebih kecil dibandingkan dengan TiO_2 anatas (3,2 eV) dan lebih besar dibandingkan dengan nilai energi celah pita $Bi_4Ti_3O_{12}$ (2,95 eV), dan TiO_2 rutil (3,0 eV). Hal ini mengindikasikan bahwa perbandingan mol mempengaruhi nilai energi celah pita dari material *heterojunction* $Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$.

Tabel 4.2 Nilai energi celah pita dan nilai serapan panjang gelombang material $Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$

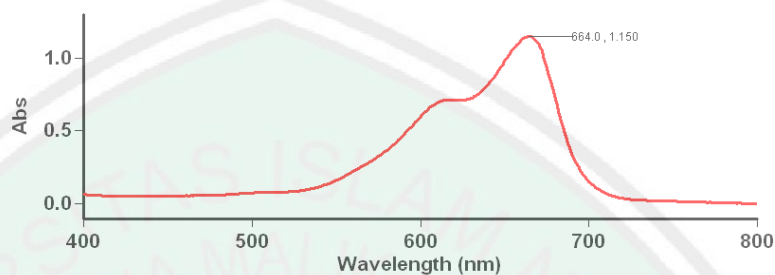
Material	Energi Celah Pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)
TiO_2 Anatas	3,20	387,75
$Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$ (1/1)	3,13	396,42
$Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$ (1/2)	3,09	401,56
$Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$ (1/4)	3,04	408,16
$Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$ (1/6)	3,01	412,23
TiO_2 Rutil	3,00	413,60
$Bi_4Ti_3O_{12}$	2,95	420,61

4.6 Uji Aktivitas Fotokatalitik $Bi_4Ti_3O_{12}/TiO_2$ Menggunakan Metilen Biru

4.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

Sebelum dilakukan proses degradasi metilen biru, perlu dilakukan pengukuran panjang gelombang maksimum pada metilen biru. Tujuan dari perlakuan ini adalah untuk menentukan panjang gelombang maksimum dan

mengetahui absorbansi maksimum metilen biru pada panjang gelombang yang dihasilkan. Hasil pengukuran dari spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 4.9.

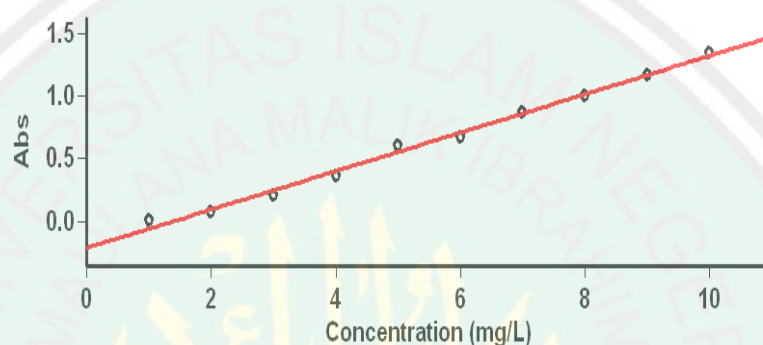


Gambar 4.9 Panjang gelombang metilen biru pH 6

Berdasarkan Gambar 4.9 dapat diketahui bahwa hasil dari kurva tersebut terdapat dua puncak yang muncul. Hal tersebut dikarenakan adanya transisi energi yang terdapat dalam senyawa metilen biru. Penyerapan energi optimum metilen biru biasanya ditandai dengan serapan energi yang tertinggi. Puncak pertama terdapat pada panjang gelombang sekitar 605 nm hal tersebut merupakan puncak dari senyawa metilen biru yang memiliki gugus pada pasangan elektron n yang terkonjugasi, sehingga terjadi transisi $n-\pi^*$ dari keadaan dasar yang berpindah ke keadaan tereksitasi. Sedangkan pada spektra tersebut puncak tertinggi dalam metilen biru terdapat pada panjang gelombang 664 nm hal tersebut merupakan puncak dari senyawa metilen biru yang memiliki gugus pada pasangan elektron π , sehingga terjadi transisi $\pi-\pi^*$.

4.6.2 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru

Kurva standar perlu dibuat untuk mengetahui konsentrasi terukur metilen biru. Pembuatan kurva standar metilen biru dilakukan pada konsentrasi metilen biru 1-10 ppm pada panjang gelombang 664 nm. Kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi (sumbu X) dan absorbansi (sumbu Y). Hasil kurva standar dapat ditunjukkan pada Lampiran 7.2 dan Gambar 4.10



Gambar 4.10 Kurva standar

Kurva standar pada Gambar 4.10 tersebut telah sesuai dengan hukum Lambert-Beer. Hukum ini menyatakan bahwa semakin tinggi nilai absorbansi yang dihasilkan maka semakin tinggi pula konsentrasi dalam larutan. Dalam analisa ini didapatkan hasil koefisien koreksi (R) sebesar 0,9936. Hal tersebut menunjukkan kelinieran antara konsentrasi dan absorbansi, sehingga dalam menentukan nilai konsentrasi pada metilen biru dapat dihitung dengan menggunakan persamaan yang diperoleh, yakni $y=0,15330x + 0,2121$, dimana nilai y adalah nilai absorbansi yang diketahui dari spektroskopi UV-Vis dan nilai x adalah konsentrasi metilen biru.

4.6.3 Pengujian Aktivitas Fotokatalitik $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ terhadap Metilen Biru

Uji degradasi metilen biru terhadap material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dilakukan dengan menggunakan bantuan lampu UV *blacklight* dengan panjang gelombang 365 nm selama 30 menit. Hasil uji selanjutnya di analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 664 nm. Konsentrasi metilen biru yang digunakan adalah 10 ppm dengan berat katalis yang ditambahkan sebesar 0,1 gram. Kontrol yang dilakukan adalah metilen biru tanpa lampu tanpa katalis, metilen biru dengan lampu tanpa katalis dan metilen biru. Pengujian dilakukan pada pH 6. Hasil fotodegradasi metilen biru dengan material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dirangkum pada Tabel 4.3

Aktivitas fotokatalitik suatu material dipengaruhi oleh berbagai faktor yaitu: (a) energi celah pita, (b) ukuran serta keseragaman suatu partikel dan (c) laju rekombinan (Saja, dkk., 2016). Berdasarkan nilai energi celah pitanya diketahui bahwa nilai energi celah dari material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan variasi komposisi hampir sama, sehingga pengaruh nilai energi celah pita terhadap % fotodegradasi adalah kecil. Gambar SEM menunjukkan bahwa ukuran dan keseragaman partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ pada variasi komposisi adalah relatif sama. Hal tersebut mengindikasikan bahwa faktor ukuran dan keseragaman partikel kurang berpengaruh pada perbedaan % fotodegradasi. Akan tetapi pada material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/1) diperoleh hasil yang hampir sama dengan material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Hal ini dimungkinkan bahwa campuran yang terjadi pada material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan TiO_2 masih belum terbentuk. Sesuai dengan Gambar 4.5 yang menunjukkan campuran dari material tersebut belum sempurna.

Terbentuknya material *heterojunction* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dapat menghambat laju rekombinan *hole-electron* material fotokatalis sehingga dapat memperpanjang *life time* dengan adanya radikal OH dan H^+ . Hal ini berpengaruh dengan meningkatnya aktivitas fotokatalitik. Tayade, dkk. (2017) melaporkan bahwa persen degradasi yang didapatkan oleh TiO_2 anatas hingga mencapai 10 %. Dapat diketahui bahwa persen penurunan konsentrasi metilen biru oleh material komposit $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ lebih tinggi. Hal ini dimungkinkan karena adanya penghambatan dari laju rekombinan. Dari uji aktivitas diperoleh hasil bahwa % fotodegradasi pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/2) lebih tinggi jika dibandingkan dengan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Hal ini menunjukkan telah terjadinya sambungan *heterojunction* antara $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, TiO_2 anatas dan TiO_2 rutil yang dapat memperlambat laju rekombinasi. Komposisi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/4) memiliki nilai % fotodegradasi yang terbesar, yaitu 31,2094 % yang dapat menunjukkan laju rekombinasi semakin lambat. Sedangkan pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/6) terjadi penurunan % fotodegradasi menjadi 22,1624%. Semakin sempit celah pita, maka semakin mudah rekombinasi (Hoffman, dkk., 1995). Hal ini didukung dengan data Tabel 4.2 yang menyatakan bahwa semakin banyak komposisi TiO_2 , semakin kecil pula energi celah pitanya. Energi celah pita yang terkecil yaitu pada komposisi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/6).

Dalam penelitian ini digunakan metilen biru dengan konsentrasi 10 ppm. Sementara senyawa metilen biru merupakan senyawa yang kurang stabil terhadap waktu, dan belum adanya reaktor standar sehingga rentan terjadinya degradasi ketika terkena sinar. Degradasi dengan menggunakan katalis akan mempengaruhi nilai % fotodegradasi. Adanya konsentrasi metilen biru yang kecil menyebabkan

pengaruh faktor tersebut menjadi signifikan yang akan mempengaruhi nilai % photodegradasi.

Tabel 4.3. Hasil uji Aktivitas material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ terhadap metilen biru

Fotokatalis	Waktu Degradasi (menit)	Penurunan Konsentrasi Metilen Biru (%)
Tanpa lampu tanpa katalis	30	9,7589
Dengan lampu tanpa katalis	30	9,9310
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	30	13,8183
TiO_2 anatas *	30	10,0000
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/1)	30	13,6677
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/2)	30	17,0880
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/4)	30	31,2094
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/6)	30	22,1624

* Tayade., dkk (2017)

4.7 Sintesis dan Manfaat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam Perspektif Islam

Berdasarkan hasil penelitian ini diketahui bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang di campurkan dengan TiO_2 dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik dalam proses mendegradasi senyawa organik yang berupa metilen biru. Beberapa manusia yang memiliki ilmu akan berfikir dan merenungkan keagungan dan kebesaran Allah dimanapun mereka berada, termasuk fenomena-fenomena yang terjadi dilangit serta bumi dan ilmu yang terkandung di dalamnya. Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dapat digunakan untuk mendegradasi limbah cair hasil dari industri tekstil. Sebagaimana firman Allah SWT yang terdapat dalam surat al A'raf ayat 56 yang menganjurkan manusia untuk menjaga kelestarian bumi sebagai mana berikut:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ

الْمُحْسِنِينَ ٥٦

Artinya: “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”.

Menurut Al-Qarmi (2007) dalam ayat ini Allah telah melarang kepada manusia untuk berbuat kerusakan di muka bumi. Dalam hal ini larangan berbuat kerusakan seperti merusak kelestarian lingkungan yang telah diperbaiki dan tidak menghancurkan sumber-sumber penghidupan seperti (pertanian, perdagangan, dan perairan). Serta Allah telah menciptakan segalanya di muka bumi ini agar manusia dapat memanfaatkan dan mengolah bahan pangan dengan sebaik-baiknya untuk kesejahteraannya. Hal ini menunjukkan bahwa menjaga lingkungan di muka bumi ini merupakan salah satu dari kewajiban manusia.

Penelitian ini dilakukan sintesis material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ yang dapat dijadikan sebagai salah satu proses dari pelestarian dan upaya untuk menjaga lingkungan. Material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dapat berpotensi sebagai salah satu material fotokatalis yang efektif dan efisien untuk mendegradasi polutan organik. Dalam hal ini dapat dikatakan bahwa segala sesuatu yang Allah SWT ciptakan di bumi ini tidak ada yang sia-sia, melainkan banyak manfaat yang didapatkan oleh manusia. Salah satunya yaitu material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan TiO_2 . Kedua material ini dapat digunakan sebagai material fotokatalis. Mengenai hal ini Allah berfirman dalam QS. al Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاجْتِذَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ۝ ١٩٠ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ
 اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا
 سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ۝ ١٩١

Artinya : 190. “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang yang berakal*”

191. “*(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci engkau, Maka peliharalah kami dari siksa neraka”*”.

Shihab (2003) dalam Tafsir al-misbah menjelaskan bahwa orang-orang yang berakal ialah orang-orang yang mendalami pemahamannya, berfikir serta mampu mengambil manfaat dari segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah SWT dan selalu mengingat Allah dalam keadaan apapun. Oleh karena itu, tidak ada ciptaan Allah yang sia-sia. Dalam tafsir ini dikatakan bahwa lafadz “*في خلق السماوات ربنا ما خلقت*” yang berarti tentang penciptaan langit dan bumi. Pada lafadz “*والارض هذا باطلا*” yang berarti Allah tidak pernah menciptakan sesuatu dengan sia-sia. Oleh karena itu, logam merupakan salah satu ciptaan Allah SWT yang memiliki banyak manfaat salah satu logam tersebut ialah $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan TiO_2 . Logam tersebut dapat dijadikan sebuah katalis.

Tafsir Al-maraghi juga menjelaskan bahwa pada ayat 191 ini tidak ada segala sesuatu ciptaan Allah yang tidak memiliki arti dan sia-sia, bahkan semua ciptaan-Nya adalah hak yang mengandung hikmah dan maslahat besar namun hanya orang-orang yang berakal dan selalu mengingat Allah yang dapat mengambil manfaat tersebut.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis dengan metode reaksi keadaan padatan mempunyai struktur orthorombik dengan grup ruang Aba_2 dan tidak ditemukan adanya pengotor.
2. Material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ yang disintesis dengan metode sonikasi menghasilkan sampel yang mengandung $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, TiO_2 anatase, rutil dan dihasilkan pengotor yang berupa $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ dengan bentuk morfologi partikel berupa *spherical* dan *plate-like*.
3. Data DRS menunjukkan bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/6) memiliki nilai serapan yang paling besar pada daerah sinar tampak, dengan nilai energi celah pita sebesar 3,01 eV yang setara dengan panjang gelombang 412,23 nm.
4. Aktivitas fotokatalitik material *heterojunction* untuk degradasi metilen biru yang terbesar adalah $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/4) dengan % photodegradasi metilen biru sebesar 31,2097% selama 30 menit.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan pengukuran spektroskopi *photoluminescence* (PL) untuk mengetahui perubahan laju rekombinasi *hole-electron* akibat perubahan komposisi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$.

2. Dikarenakan ketidakstabilan metilen biru maka lebih baik menggunakan konsentrasi metilen biru yang sangat besar.



DAFTAR PUSTAKA

- Al Qarmi, Aidh. 2007. Tafsir Muyassar. Jakarta: Qisthi Press.
- Bang, J. H., dan Suslick, S. K., 2010. Applications of Ultrasound to The Synthesis of Nanostructured Materials. *Advanced Materials*, 22: 1039-1059.
- Baur, V.W.H. 1961. Atomabstände und Bindungswinkel im Brookite, TiO₂. *Acta Crystallography*, 14 (1): 56-67.
- Bojinova, A., Kralchevska, R., Poullos, I., dan Dushkin, C. 2007. Anatase/Rutile TiO₂ composites: Influence of the Mixing Ratio on the Photocatalytic Degradation of Malachite Green and Orange II in slurry. *Journal of material Chemistry and Physics*, 106. 187-192
- Castellote, M., Bengtsson., N-Y.Ohama., D.V. Gemert. 2011. *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Construction Mateials*. Oca Roton: CRC Press.
- Cao, T., Li, Y., Wang, C., Zhang, Z., Zhang, M., Shao, C., dan Liu, Y. 2011. Bi₄Ti₃O₁₂ Nanosheets/TiO₂ Submicron Fibers Heterostructures: In Situ Fabrication and High Visible Light Photocatalytic Activity, *Journal of Material Chemistry*. 21: 6922.
- Chauhan, R., Kumar, A., dan Pal, R. 2012. Spectrochimica Acta Part A : Molecular and Biomolecular Spectroscopy Structural and Photocatalytic Studies of Mn doper TiO₂ Nanoparticles. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 98: 256-264.
- Chen, K., Hu, R., Feng, X., Xie, X., Li, Y., dan Gu, H. 2013. Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ Heterostructure: Synthesis, Characterization and Enhanced Photocatalytic Activity, *Journal of Ceramics International*. 39: 9109-9114
- Dariani, R. S., Esmaeili, A., Mortezaali, A., dan Dehghanpour, S. 2016. Photocatalytic Reaction and Degradation of Methylene Blue on TiO₂ Nano-sized Particles, *Optik - International Journal for Light and Electron Optics*. 127 (18): 7143–7154.
- Diebold. A, 2003. *The Surface Science of Titanium Oxide*. Australia: Tulane University Press.
- Effendy. 2010. *Logam, Aloi, Semikonduktor, dan Superkonduktor*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Frida, A., dan Endah, M. 2014. Kinetika Oksidasi Fotokatalitik Metilen Biru dengan Katalis Semikonduktor TiO₂, *Jurnal Sains dan Seni Pomits*. 2 (1): 1-7.

- Fujishima, A., Xintong Zhang., dan Donald A. 2008. TiO₂ Photocatalysis and Related Surface Phenomena. *Surface Science Reports*. 63: 515-582.
- Gunlazuardi, J. 2001. *Fotokatalis pada permukaan TiO₂: Aspek Fundamental dan Aplikasinya*. Seminar Nasional Kimia Fisika II. Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Indonesia
- Henderson, Michael A. 2011. A Surface Science Perspective on TiO₂ Photocatalysis. *Surface, Science Repost.*, 66: 185-297.
- Hidaka, H. T. Koike, T. Kurihara., dan Serpone N. 2004. Dynamics and Mechanistic Features in Photocatalyzed Oxidation of Disulfonated Anionic Surfactants on The Surface of UV-Irradiated Titania Nanoparticles, *New Journal Chemistry*. 28: 1100-1106.
- Hoffmann. M.R., Martin, S.T., Choi, W., Bahnemann, D. W. 1995. Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis: *Chemical Reviews*, 95(1): 69-96.
- Hutomo, Dennie Widya, 2012. Sintesis Dan Karakteristik Fotokatalis Mn²⁺-ZnO Berbasis Zeolit Alam. *Skripsi*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Ismunandar, 2006. *Padatan Oksida Logam, Struktur, Sintesis, Dan Sifat-Sifatnya*. Bandung: ITB.
- Kaneko. M, dan Okura, I. 2002. Photocatalysis Science and Technology, *Springer*: Japan.
- Lazarevic, Z. Z., Stojanovic, B. D., dan Romcevic, N, Z., 2007. Synthesis of Bi₄Ti₃O₁₂ Nanoparticles by Mechanochemical Reaction, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 9(7): 2262-2265.
- Li, Y., Dang, L., Han, L., Li, P., Wang, J., dan Li, Z. 2013. Iodine-sensitized Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ Photocatalyst with Enhanced Photocatalytic Activity On Degradation of Phenol, *Journal Molecular Catalysis*, 379: 146-151.
- Linsebigler, A. L., Lu, G., dan Yates, J. T. 1995. Photocatalysis on TiO₂ Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results, *Chemical Reviews*, 95(3): 735-758.
- Mohammed, M. A., Shitu, A., dan Ibrahim, A. 2014. Removal of Methylene Blue using Low Cost Adsorbent : A Review, *Research Journal of Chemical Sciences*. 4 (1) : 91-102.
- Navarro-Rojero, M. G., Romero, J.J., Rubio-Marcos, F., dan Fernandez, J.F. 2010. Intermediate Phases Formation During The Synthesis Of Bi₄Ti₃O₁₂ By Solid State Reaction, *Journal of Ceramics International*. 36: 1319-1325

- Oliveira, dkk. 2009. Synthesis and Photoluminescence Behavior of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Powders Obtained by The Complex Polymerization Method, *Journal of Alloys and Compounds*. 478: 661-670
- Okamoto, K., Y. Yamamoto and H. Tanaka. 1985. Kinetics of Heterogeneous Photocatalytic Decomposition of Phenol Over Anatase TiO_2 Powder, *Journal of Chemistry*. 58: 2023-2028.
- Oz, M., Lorke, D.E. & Petroianu, G.A. 2009. Methylene blue and Alzheimer's disease, *Biochemical Pharmacology*. 78(8): 927-932.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO_2 . *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Prado, A. G. S., Bolzon, L. B., Pedroso, C. P., Moura, A. O., dan Costa, L. L. 2008. Nb_2O_5 as Efficient and Recyclable Photocatalyst for Indigo Carmine Degradation, *Journal Application Catalyst B: Enviromental*, 82(11): 219-224
- Riyanto, M., 2009. Struktur Kristal, Sifat Listrik (resistivitas), dan Sifat Optik Film Tipis ZnO dengan Doping Al yang Ditumbuhkan dengan Metode DC Magnetron Sputtering. *Skripsi*. Universitas Negeri Semarang.
- Saja, S. Al-Taweel dan Haider R. Saud. 2016. New Route for Synthesis of Pure Anatase TiO_2 Nanoparticles Via Ultrasound-assisted Sol-gel Method, *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*. 8(2): 620-626.
- Samsudin, E. M., Goh, S. N., Wu, T. Y., Ling, T. T., Hamid, S, B, A., dan Juan, J, C., 2015. Evaluation on The Photocatalytic Degradation Activity of Reactive Blue 4 using Pure Anatase Nano- TiO_2 , *Journal Sains Malaysiana*, 44(7): 1011-1019.
- Saravanan, P., Pakshirajan, K.P. dan Saha, J. 2009. Degradation of Phenol by TiO_2 -based Heterogeneous Photocatalysts in Presence of Sunlight, *Journal of Hydro-environment Research.*, 3: 45-50.
- Schiavello, 1997. Heterogeneous Photocatalysis. Pallermo: Pallermo University Press.
- Shihab, M. Quraish. 2003. Tafsir Al-Misbah Jilid 6. Jakarta: Lentera Hati.
- Stretcher, P. G. 1986. The Merck Index, Eight Edition. New York: Merck and Co, Inc.
- Suslick, S Kenneth. 1999. Application of Ultrasound To Materials Chemistry *Annual Reviews. Sci.* 29: 295-326.

Tayade, R., Surolia, P, K., Kulkarni, R, G., Jasra, R., V. 2007. Photocatalytic Degradation of Dyes and Organic Contaminants in Water Using Nanocrystalline Anatase dan Rutile TiO_2 , *Science and Technology of Advanced Materials*, 8: 455-462

Wang Chuanyi, Hongquan He, Jiao Yin, Yingxuan Li, Ying Zhang, Hengshan Qiu, Jinbo Xu, dan Tao Xu. 2014. Size Controllable Synthesis of single-crystal Ferroelectric $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheet Dominated with {0 0 1} Facets Toward Enhanced Visible-light-driven Photocatalytic Activities, *Journal of Function Materials and Devices for Special Enviroments*. 156-157 (2014) 35-43.

Wei Zhao, Nianqi Liu, Hongxing Wang, Yubo Zhang, Shimeng Zhang, Kexin Gao, Xu Chen, dan Zhiyun Fan. 2016. Hydrothermal Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ Composite, *School of Materials Science & Engineering*, Tianjin China. Chengjian University. Tianjin China. 300384.

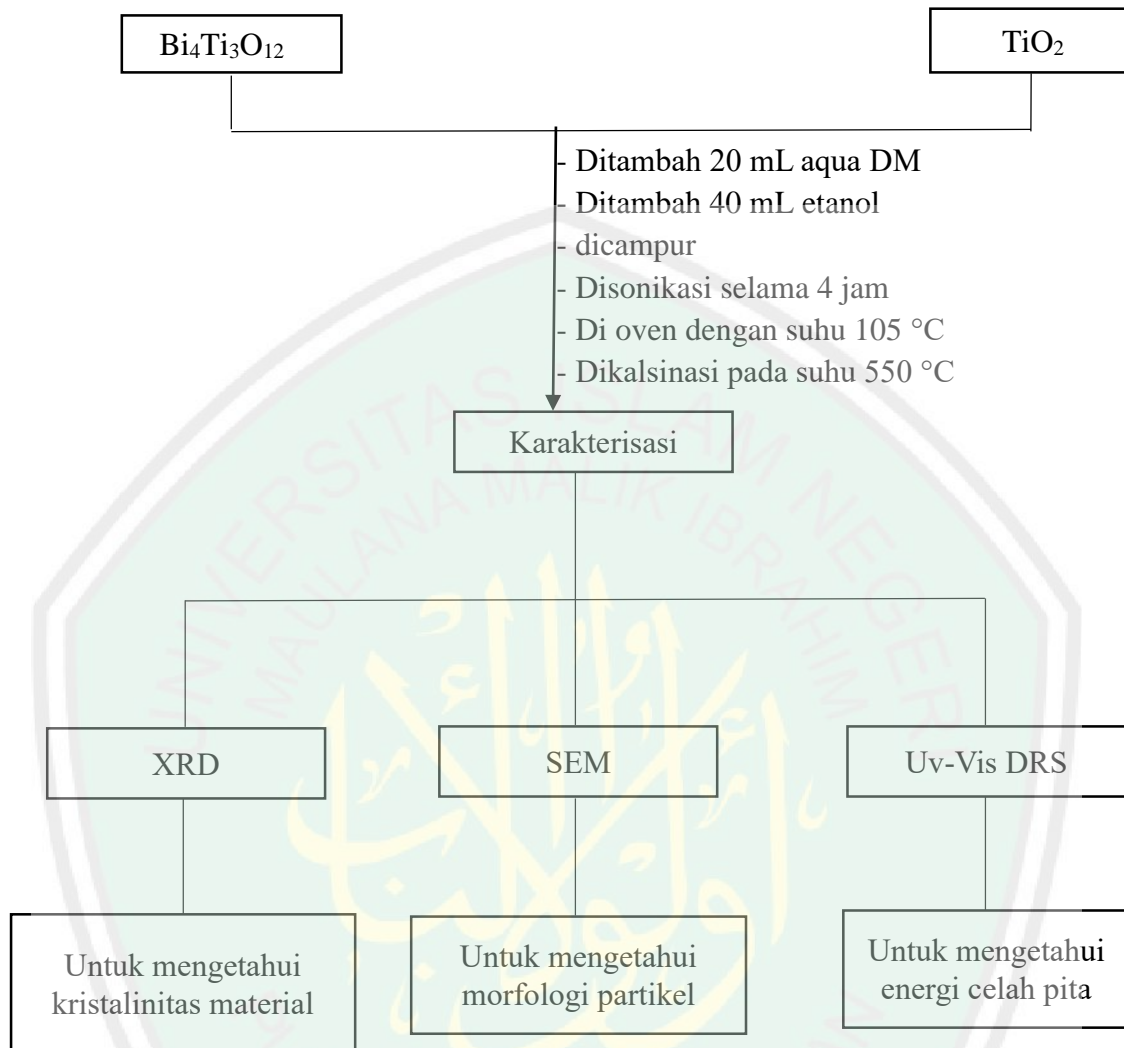


LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Kerja Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

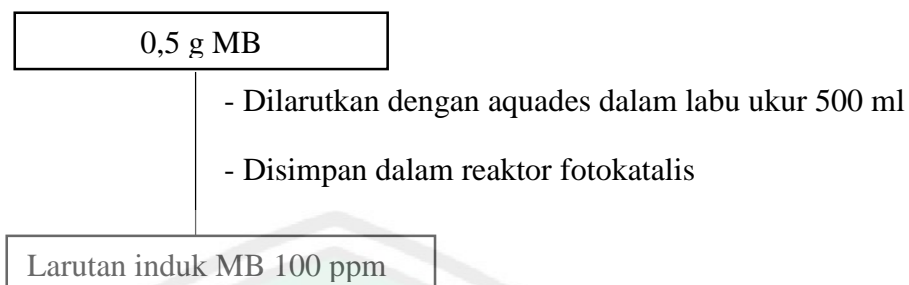


2. Pembentukan Komposit $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ dengan Perbandingan 1:1, 1:2, 1:4, dan 1:6



3. Uji Aktivitas Fotokatalitik

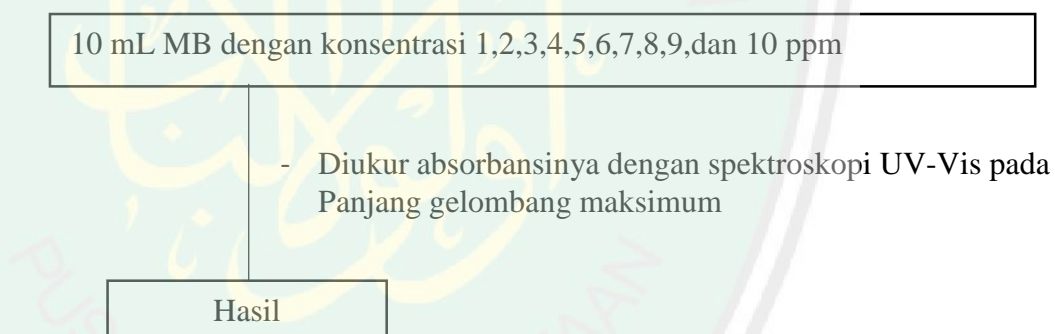
a. Pembuatan Larutan Induk Metilen Biru 100 ppm



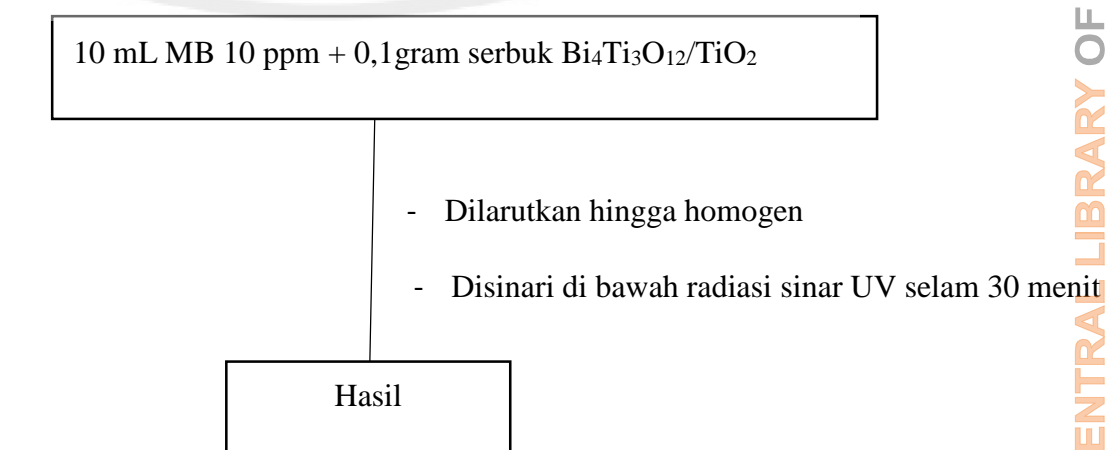
b. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru



c. Pembuatan Kurva Standar untuk Spektroskopi UV-Vis



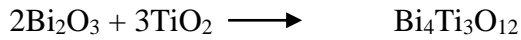
d. Pengujian Aktivitas Fotokatalis pada Metilen Biru dengan Reaktor Fotokatalitik



Lampiran 2. Perhitungan dalam Sintesis Material

1. Reaksi dan Perhitungan dalam Sintesis Material

Reaksi :



2. Perhitungan Berat Perkursor yang digunakan ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, Bi_2O_3 dan TiO_2)

Diketahui :

$$\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 1171.62 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Mr Bi}_2\text{O}_3 = 79.9 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Mr TiO}_2 = 465.96 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Target Sintesis} = 5 \text{ gr}$$

3. Menghitung Mol dari prekursor yang digunakan ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, TiO_2 dan Bi_2O_3)

$$\text{Mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{5}{1171,62} = 0,0042$$

$$\text{Mol TiO}_2 = \text{mol TiO}_2 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 3 \times 0,0042 = 0.0126$$

$$\text{Mol Bi}_2\text{O}_3 = \text{mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 2 \times 0,0042 = 0.0084$$

1. Menghitung Massa dari perkursor yang digunakan (TiO_2 dan Bi_2O_3)

$$\text{Massa TiO}_2 = \text{mol TiO}_2 \times \text{Mr TiO}_2 = 0,0126 \times 79,9 = 1,0067 \text{ gr}$$

$$\text{Massa Bi}_2\text{O}_3 = \text{mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Bi}_2\text{O}_3 = 0,0084 \times 465,93 = 3,9138 \text{ gr}$$

2. Menghitung Variasi Konsentrasi

$$1 \text{ mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} : 1 \text{ mol TiO}_2 = 1171.62 : 79.9$$

$$1 \text{ mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} : 2 \text{ mol TiO}_2 = 1171.62 : 159.8$$

$$1 \text{ mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} : 4 \text{ mol TiO}_2 = 1171.62 : 319.6$$

$$1 \text{ mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} : 6 \text{ mol TiO}_2 = 1171.62 : 479.4$$

3. Menghitung massa perbandingan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$

$$\text{Pada perbandingan (1/1). } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = \frac{1171,62}{1251,52} \times 1 \text{ gr} = 0.93 \text{ gr}$$

$$\text{TiO}_2 = \frac{79,9}{1251,52} \times 1 \text{ gr} = 0.06 \text{ gr}$$

$$\text{Pada perbandingan (1/2) } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = \frac{1171,62}{1331,42} \times 1 \text{ gr} = 0.87 \text{ gr}$$

$$\text{TiO}_2 = \frac{159,8}{1331,42} \times 1 \text{ gr} = 0.12 \text{ gr}$$

$$\text{Pada perbandingan (1/4) } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = \frac{1171,62}{1491,22} \times 1 \text{ gr} = 0.78 \text{ gr}$$

$$\text{TiO}_2 = \frac{319,6}{1491,22} \times 1 \text{ gr} = 0.21 \text{ gr}$$

$$\text{Pada perbandingan (1/6) } \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = \frac{1171,62}{1651,02} \times 1 \text{ gr} = 0.70 \text{ gr}$$

$$\text{TiO}_2 = \frac{479,4}{1651,02} \times 1 \text{ gr} = 0.29 \text{ gr}$$

4. Pembuatan Larutan Metilen Biru

4.1 Larutan Induk

Pembuatan larutan induk metilen biru 100 ppm dilakukan dengan cara melarutkan serbuk metilen biru sebanyak 0,01 gram dengan aquades kemudian diencerkan sampai 100 mL menggunakan labu ukur 100 mL. Perhitungan kristal metilen biru berdasarkan perhitungan sebagai berikut :

$$1 \text{ ppm} = 1 \text{ mg/L}$$

$$100 \text{ ppm} = 100 \text{ mg/L, artinya } 1000 \text{ mg (1 gr) metilen biru dalam 1 liter aquades.}$$

Jika dalam 100 mL aquades, maka :

$$100 \text{ ppm} = 10 \text{ mg/0,1 L}$$

4.2 Larutan Standar

Larutan induk 100 ppm sebanyak 100 mL diencerkan menjadi 1-10 ppm sebanyak 10 mL, perhitungan larutan standar menggunakan rumus berikut :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

Dengan : V_1 adalah volume larutan sebelum pengenceran, M_1 adalah konsentrasi larutan sebelum pengenceran, V_2 adalah volume larutan setelah pengenceran, M_2 adalah konsentrasi larutan setelah pengenceran

a. Larutan standar 1 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 1 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL} \times 1 \text{ ppm}$$

$$100 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,1 \text{ mL}$$

Perhitungan ini untuk larutan standar 1-10 ppm, sehingga volume larutannya 100 ppm yang dibutuhkan untuk membuat masing-masing larutan standar tersebut adalah 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; dan 1 mL.

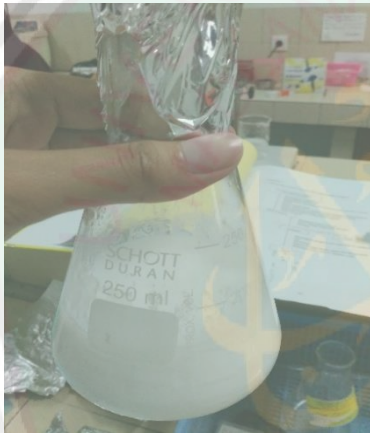
Lampiran 3. Gambar Hasil Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Reaksi Keadaan padatan



(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar L.3.1 Hasil Sintesis Senyawa : (a). Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Sebelum Kalsinasi, (b). Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Sesudah Kalsinasi, (c). Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ / TiO_2 Metode Sonikasi, dan (d). Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ / TiO_2 Setelah kalsinasi

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi menggunakan XRD

Karakterisasi XRD dilakukan di jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya (ITS) dan Universitas Negeri Malang (UM). Spesifikasi alat ditampilkan dalam Tabel L.4.1.

Tabel L.4.1 spesifikasi alat XRD

Spesifikasi	UM
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1,54060
K-Alpha2 [Å]	1,54443
K-Beta [Å]	1,39225
K-A2 p K-A1 Ratio	0,50000
Generator Settings	35 mA, 40 kV
Diffractometer Type	0000000011063758
Diffractometer Number	0
Start Position [°2Th.]	10.0100
End Position [°2Th.]	89.9900
Sampel	Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ dan Bi ₄ Ti ₃ O ₁₂ /TiO ₂ (1/1, 1/2, 1/4 dan 1/6)

L.4.2 Hasil Refinement Senyawa Bi₄Ti₃O₁₂

```

PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01    0.000000    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 32.830002 0.000000 0.000000
                  5.411000 0.000000 0.000000
                  5.447999 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000

```

```

RECIPROCAL CELL = 0.030 0.185 0.184 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 967.799683 0.000000
SCALE * VOLUME = 9.677997 0.000000
MOLECULAR WEIGHT = 0.000
DENSITY = 0.000

```

NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL

ABSOLUTE PHASE VALUES:

INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM² (in cm⁻²)

MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)

ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR

Then:

INC*MASS*ls/R = 0.000000

```

+-----+
| Histogram: 1 |
+-----+
SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT = 0.00000 0.00000 0.00000

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -4383.32 -101.592 88.4408
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 255.295 5.22737 4.76779
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -6.67313 -0.127528 0.109097
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.812351E-01 0.147774E-02 0.104232E-02
BACKGROUND PARAMETER B 4 = -0.372023E-03 -0.653219E-05 0.269933E-05
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 30033.5 749.383 521.337
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.02000 0.00000 0.00000
                       0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = -0.109532 0.000108 0.015146
                       V = 0.113152 -0.000034 0.004308
                       W = 0.020000 0.000000 0.000000

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
| N-P | | | | | | | |
+-----+
| 1 | 6.82 | 6.40 | 55.35 | 4.49 | 12.80 | ***** | 1.459 |
| 1786 | | | | | | | |
+-----+
SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.2373E+05 | 0.3478E+06 | 0.3479E+06 | 0.1090E+06 | 0.2502E+00 | 0.1183E+21 |
+-----+

```

CORRELATION MATRIX=

	1	2	3	4	5	6	7	8
1	-99	106	-122	160	-285	111	0	0
2	106	-99	105	-125	212	-133	0	0
3	-122	105	-99	108	-161	170	0	0

4	160	-125	108	-99	124	-232	0	0
5	-285	212	-161	124	-99	435	0	1
6	111	-133	170	-232	435	-99	0	1
7	0	0	0	0	0	0	100	-97
8	0	0	0	0	1	1	-97	100

AVERAGE INTENSITY DIFFERENCE FOR PATTERN,
GIVEN FOR BLOCKS OF 20 OBSERVATIONS.

	1	-5.7	2	-1.8	3	3.5	4	-2.8	5	7.6	6	5.9	7	
0.4	8	-5.0	9	-6.7	10	2.9								
	11	0.1	12	3.3	13	-8.1	14	5.9	15	23.2	16	15.6	17	-
4.9	18	-8.2	19	5.0	20	-0.8								
	21	-5.0	22	-5.8	23	-6.8	24	-20.8	25	-8.4	26	-3.5	27	
0.6	28	0.9	29	-8.7	30	0.9								
	31	-1.0	32	-9.2	33	-2.1	34	-2.1	35	1.0	36	-1.1	37	-
0.5	38	2.4	39	2.7	40	1.8								
	41	0.9	42	2.5	43	6.6	44	5.2	45	1.4	46	4.4	47	
13.7	48	12.8	49	8.6	50	1.4								
	51	0.3	52	2.0	53	0.8	54	1.1	55	13.4	56	-5.5	57	
13.7	58	0.7	59	2.3	60	-2.0								
	61	-6.3	62	-1.5	63	2.9	64	-1.1	65	2.2	66	-6.4	67	
0.4	68	-9.6	69	-2.3	70	-7.8								
	71	-11.0	72	-15.4	73	-9.2	74	-0.9	75	-0.9	76	-4.3	77	-
5.6	78	-0.7	79	-5.5	80	-0.8								
	81	-0.5	82	-0.4	83	2.9	84	3.6	85	0.8	86	3.7	87	
14.4	88	2.2	89	1.4	90	2.2								

NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF
ESD										
1	1	8	0	0	0.194	0.200	21.637	1154.	1153.	-0.2
21.9										
2	2	8	0	0	0.194	0.200	21.691	945.	945.	0.5
18.2										
3	1	1	1	1	0.197	0.200	23.308	2796.	2798.	1.5
34.7										
4	2	1	1	1	0.197	0.200	23.366	1762.	1762.	-0.0
23.1										
5	1	2	1	1	0.197	0.200	23.781	1.	1.	0.0
0.0										
6	2	2	1	1	0.198	0.200	23.841	0.	0.	0.0
0.0										
7	1	3	1	1	0.199	0.200	24.552	276.	276.	0.6
10.8										
8	2	3	1	1	0.199	0.200	24.614	132.	132.	0.7
5.2										
9	1	4	1	1	0.200	0.200	25.594	0.	0.	-0.0
0.0										
10	2	4	1	1	0.200	0.200	25.658	0.	0.	0.0
0.0										
11	1	5	1	1	0.202	0.200	26.878	586.	587.	0.9
18.8										
12	2	5	1	1	0.202	0.200	26.946	393.	393.	-0.2
12.7										
13	1	10	0	0	0.202	0.200	27.138	103.	102.	-0.7
4.2										
14	2	10	0	0	0.202	0.200	27.207	252.	253.	1.2
10.6										
15	1	6	1	1	0.204	0.200	28.374	0.	0.	-0.0
0.0										
16	2	6	1	1	0.204	0.200	28.446	0.	0.	-0.0
0.0										
17	1	7	1	1	0.206	0.200	30.055	14872.	14872.	0.2
68.4										

18	2	7	1	1	0.206	0.200	30.131	8094.	8093.	-1.2
43.6										
19	1	8	1	1	0.208	0.200	31.893	2.	2.	-0.0
0.1										
20	2	8	1	1	0.208	0.200	31.974	0.	0.	-0.0
0.0										
21	1	12	0	0	0.209	0.200	32.705	847.	846.	-1.0
22.0										
22	2	12	0	0	0.209	0.200	32.788	491.	489.	-2.2
8.7										
23	1	0	0	2	0.209	0.200	32.851	2290.	2295.	4.8
33.6										
24	2	0	0	2	0.209	0.200	32.935	1822.	1817.	-4.1
24.7										
25	1	0	2	0	0.210	0.200	33.082	2848.	2848.	0.1
42.2										
26	2	0	2	0	0.210	0.200	33.166	619.	620.	1.0
12.1										
27	1	1	2	0	0.210	0.200	33.197	595.	594.	-0.9
13.5										
28	2	1	2	0	0.210	0.200	33.282	80.	80.	-0.5
2.8										
29	1	2	0	2	0.210	0.200	33.313	55.	54.	-0.3
2.1										
30	2	2	0	2	0.210	0.200	33.398	10.	10.	-0.1
0.5										
31	1	2	2	0	0.210	0.200	33.541	1.	1.	-0.0
0.0										
32	2	2	2	0	0.210	0.200	33.627	0.	0.	-0.0
0.0										
33	1	9	1	1	0.210	0.200	33.868	0.	0.	-0.0
0.0										
34	2	9	1	1	0.211	0.200	33.955	0.	0.	-0.0
0.0										
35	1	3	2	0	0.211	0.200	34.108	0.	0.	-0.0
0.0										
36	2	3	2	0	0.211	0.200	34.195	0.	0.	-0.0
0.0										
37	1	4	0	2	0.211	0.200	34.667	75.	74.	-0.5
4.6										
38	2	4	0	2	0.211	0.200	34.756	3.	3.	-0.0
0.2										
39	1	4	2	0	0.212	0.200	34.887	110.	109.	-0.6
6.6										
40	2	4	2	0	0.212	0.200	34.977	33.	33.	-0.3
2.0										
41	1	5	2	0	0.212	0.200	35.868	0.	0.	-0.0
0.0										
42	2	5	2	0	0.213	0.200	35.960	0.	0.	-0.0
0.0										
43	1	10	1	1	0.213	0.200	35.962	0.	0.	-0.0
0.0										
44	2	10	1	1	0.213	0.200	36.055	0.	0.	-0.0
0.0										
45	1	6	0	2	0.213	0.200	36.827	255.	255.	-0.5
13.5										
46	2	6	0	2	0.213	0.200	36.921	302.	302.	-0.4
14.8										
47	1	6	2	0	0.214	0.200	37.036	157.	157.	-0.5
7.6										
48	2	6	2	0	0.214	0.200	37.131	415.	414.	-0.5
21.2										
49	1	11	1	1	0.215	0.200	38.161	437.	438.	1.5
18.5										

NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF
50	2	11	1	1	0.215	0.200	38.259	385.	382.	-3.1
11.1										
51	1	14	0	0	0.215	0.200	38.352	1420.	1420.	-0.6
30.8										
52	2	14	0	0	0.215	0.200	38.450	60.	60.	0.0
1.5										
53	1	7	2	0	0.215	0.200	38.377	1212.	1214.	2.0
25.8										
54	2	7	2	0	0.215	0.200	38.476	1152.	1151.	-1.1
32.1										
55	1	8	0	2	0.216	0.200	39.680	1395.	1396.	1.3
45.4										
56	2	8	0	2	0.216	0.200	39.782	621.	618.	-3.4
16.7										
57	1	8	2	0	0.216	0.200	39.876	1450.	1451.	1.8
40.4										
58	2	8	2	0	0.216	0.200	39.979	657.	656.	-0.5
24.8										
59	1	12	1	1	0.216	0.200	40.451	8.	8.	0.0
0.6										
60	2	12	1	1	0.216	0.200	40.556	24.	24.	0.1
1.9										
61	1	9	2	0	0.217	0.200	41.521	0.	0.	-0.0
0.0										
62	2	9	2	0	0.217	0.200	41.628	0.	0.	-0.0
0.0										
63	1	13	1	1	0.218	0.200	42.825	577.	577.	0.3
33.9										
64	2	13	1	1	0.218	0.200	42.936	253.	253.	-0.2
15.8										
65	1	10	0	2	0.218	0.200	43.114	55.	56.	0.4
4.5										
66	2	10	0	2	0.218	0.200	43.226	1.	1.	0.0
0.1										
67	1	10	2	0	0.218	0.200	43.298	0.	0.	-0.0
0.0										
68	2	10	2	0	0.218	0.200	43.411	0.	0.	-0.0
0.0										
69	1	16	0	0	0.219	0.200	44.097	306.	305.	-1.1
21.7										
70	2	16	0	0	0.219	0.200	44.212	251.	253.	1.9
18.1										
71	1	11	2	0	0.219	0.200	45.196	0.	0.	0.0
0.0										
72	2	11	2	0	0.219	0.200	45.315	0.	0.	0.0
0.0										
73	1	14	1	1	0.219	0.200	45.274	0.	0.	0.0
0.0										
74	2	14	1	1	0.219	0.200	45.393	0.	0.	0.0
0.0										
75	1	12	0	2	0.220	0.200	47.035	359.	361.	2.0
23.8										
76	2	12	0	2	0.220	0.200	47.159	156.	156.	0.1
7.0										
77	1	12	2	0	0.220	0.200	47.206	608.	609.	1.3
22.9										
78	2	12	2	0	0.220	0.200	47.331	854.	853.	-1.3
22.7										
79	1	0	2	2	0.220	0.200	47.314	1374.	1374.	-0.9
37.1										

80	2	0	2	2	0.220	0.200	47.439	110.	111.	0.5
3.7										
81	1	1	2	2	0.220	0.200	47.400	1283.	1282.	-0.4
37.7										
82	2	1	2	2	0.220	0.200	47.525	358.	362.	3.7
16.7										
83	1	2	2	2	0.220	0.200	47.656	85.	85.	-0.1
4.6										
84	2	2	2	2	0.221	0.200	47.782	668.	668.	0.3
30.1										
85	1	15	1	1	0.221	0.200	47.795	602.	602.	0.4
26.8										
86	2	15	1	1	0.221	0.200	47.921	723.	723.	-0.2
36.9										
87	1	3	2	2	0.221	0.200	48.082	160.	161.	1.1
12.4										
88	2	3	2	2	0.221	0.200	48.208	58.	60.	1.7
5.5										
89	1	4	2	2	0.221	0.200	48.672	32.	33.	0.7
3.2										
90	2	4	2	2	0.221	0.200	48.801	161.	161.	0.6
15.6										
91	1	13	2	0	0.221	0.200	49.320	1.	1.	0.0
0.1										
92	2	13	2	0	0.221	0.200	49.450	0.	0.	0.0
0.0										
93	1	5	2	2	0.221	0.200	49.424	0.	0.	0.0
0.0										
94	2	5	2	2	0.221	0.200	49.555	0.	0.	0.0
0.0										
95	1	18	0	0	0.221	0.200	49.962	214.	215.	1.1
19.0										
96	2	18	0	0	0.221	0.200	50.094	270.	271.	0.8
22.6										
97	1	6	2	2	0.221	0.200	50.331	462.	463.	1.1
34.2										
98	2	6	2	2	0.221	0.200	50.465	328.	329.	1.1
26.0										
99	1	16	1	1	0.221	0.200	50.383	21.	21.	-0.0
1.6										
100	2	16	1	1	0.221	0.200	50.516	0.	0.	0.0
0.0										

NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF
ESD										
101	1	14	0	2	0.222	0.200	51.369	1502.	1505.	3.7
61.3										
102	2	14	0	2	0.222	0.200	51.505	445.	445.	-0.5
14.0										
103	1	7	2	2	0.222	0.200	51.389	144.	144.	-0.2
5.5										
104	2	7	2	2	0.222	0.200	51.525	1149.	1148.	-1.3
36.6										
105	1	14	2	0	0.222	0.200	51.530	612.	611.	-0.8
19.6										
106	2	14	2	0	0.222	0.200	51.667	1021.	1025.	3.9
48.9										
107	1	8	2	2	0.222	0.200	52.590	662.	662.	0.9
47.4										
108	2	8	2	2	0.222	0.200	52.730	415.	416.	1.5
31.5										

109	1	17	1	1	0.222	0.200	53.035	294.	296.	2.2
24.5										
110	2	17	1	1	0.222	0.200	53.177	326.	326.	-0.5
22.6										
111	1	1	1	3	0.222	0.200	53.233	383.	384.	0.3
25.9										
112	2	1	1	3	0.222	0.200	53.375	458.	460.	1.7
33.3										
113	1	2	1	3	0.222	0.200	53.469	24.	23.	-0.1
1.8										
114	2	2	1	3	0.222	0.200	53.612	179.	180.	0.7
15.1										
115	1	1	3	1	0.222	0.200	53.546	180.	180.	-0.0
14.7										
116	2	1	3	1	0.222	0.200	53.689	157.	158.	0.8
14.2										
117	1	2	3	1	0.222	0.200	53.781	51.	51.	0.1
5.1										
118	2	2	3	1	0.222	0.200	53.925	2.	2.	-0.0
0.2										
119	1	15	2	0	0.222	0.200	53.830	1.	1.	-0.0
0.1										
120	2	15	2	0	0.222	0.200	53.974	10.	10.	0.0
1.1										
121	1	3	1	3	0.222	0.200	53.860	0.	0.	-0.0
0.0										
122	2	3	1	3	0.222	0.200	54.004	64.	65.	0.4
6.8										
123	1	9	2	2	0.222	0.200	53.928	2.	2.	-0.0
0.2										
124	2	9	2	2	0.222	0.200	54.072	126.	127.	1.0
13.5										
125	1	3	3	1	0.222	0.200	54.171	1.	1.	0.0
0.1										
126	2	3	3	1	0.222	0.200	54.316	0.	0.	0.0
0.0										
127	1	4	1	3	0.222	0.200	54.405	0.	0.	0.0
0.0										
128	2	4	1	3	0.222	0.200	54.551	0.	0.	0.0
0.0										
129	1	4	3	1	0.222	0.200	54.714	86.	87.	1.2
10.0										
130	2	4	3	1	0.222	0.200	54.861	21.	22.	0.5
2.5										
131	1	5	1	3	0.222	0.200	55.100	146.	147.	0.8
16.1										
132	2	5	1	3	0.222	0.200	55.248	61.	61.	0.2
6.8										
133	1	10	2	2	0.222	0.200	55.397	42.	42.	0.1
4.5										
134	2	10	2	2	0.222	0.200	55.546	65.	65.	0.3
6.9										
135	1	5	3	1	0.222	0.200	55.406	35.	35.	0.1
3.8										
136	2	5	3	1	0.222	0.200	55.555	122.	122.	0.5
13.0										
137	1	18	1	1	0.222	0.200	55.751	16.	16.	0.2
1.9										
138	2	18	1	1	0.222	0.200	55.901	10.	10.	0.1
1.1										
139	1	6	1	3	0.222	0.200	55.942	77.	77.	0.5
8.4										
140	2	6	1	3	0.222	0.200	56.093	9.	9.	0.0
1.0										

141	1	20	0	0	0.222	0.200	55.970	74.	74.	0.4
8.1										
142	2	20	0	0	0.222	0.200	56.121	34.	34.	0.1
3.7										
143	1	16	0	2	0.222	0.200	56.065	3.	3.	0.0
0.4										
144	2	16	0	2	0.222	0.200	56.216	7.	7.	0.1
0.7										
145	1	16	2	0	0.222	0.200	56.217	7.	7.	0.1
0.7										
146	2	16	2	0	0.222	0.200	56.368	72.	71.	-0.3
7.0										
147	1	6	3	1	0.222	0.200	56.245	87.	88.	0.5
9.0										
148	2	6	3	1	0.222	0.200	56.397	232.	233.	1.0
22.7										
149	1	7	1	3	0.222	0.200	56.926	2281.	2282.	1.5
92.4										
150	2	7	1	3	0.222	0.200	57.080	1142.	1142.	-0.3
40.3										
NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF
ESD										
151	1	11	2	2	0.222	0.200	56.991	1.	1.	-0.0
0.1										
152	2	11	2	2	0.222	0.200	57.146	74.	75.	0.4
2.5										
153	1	7	3	1	0.222	0.200	57.226	2212.	2213.	0.6
75.0										
154	2	7	3	1	0.222	0.200	57.381	1344.	1345.	0.9
65.2										
155	1	8	1	3	0.221	0.200	58.048	0.	0.	0.0
0.0										
156	2	8	1	3	0.221	0.200	58.206	114.	116.	1.3
12.9										
157	1	8	3	1	0.221	0.200	58.344	54.	54.	-0.2
5.5										
158	2	8	3	1	0.221	0.200	58.503	370.	370.	0.4
30.9										
159	1	19	1	1	0.221	0.200	58.529	188.	188.	0.0
15.4										
160	2	19	1	1	0.221	0.200	58.689	233.	233.	0.1
20.4										
161	1	17	2	0	0.221	0.200	58.686	139.	139.	0.1
12.1										
162	2	17	2	0	0.221	0.200	58.846	0.	0.	0.0
0.0										
163	1	12	2	2	0.221	0.200	58.705	40.	40.	-0.0
3.5										
164	2	12	2	2	0.221	0.200	58.865	72.	73.	0.6
8.1										
165	1	9	1	3	0.221	0.200	59.303	0.	0.	-0.0
0.0										
166	2	9	1	3	0.221	0.200	59.465	1.	1.	0.0
0.1										
167	1	9	3	1	0.221	0.200	59.595	0.	0.	-0.0
0.0										
168	2	9	3	1	0.221	0.200	59.758	0.	0.	-0.0
0.0										
169	1	13	2	2	0.221	0.200	60.533	0.	0.	0.0
0.0										
170	2	13	2	2	0.221	0.200	60.699	0.	0.	-0.0
0.0										

171	1	10	1	3	0.221	0.200	60.687	0.	0.	-0.0
0.0										
172	2	10	1	3	0.221	0.200	60.854	0.	0.	-0.0
0.0										
173	1	10	3	1	0.221	0.200	60.975	0.	0.	-0.0
0.0										
174	2	10	3	1	0.220	0.200	61.143	1.	1.	-0.0
0.1										
175	1	18	0	2	0.220	0.200	61.093	65.	65.	-0.2
7.9										
176	2	18	0	2	0.220	0.200	61.261	80.	80.	-0.4
9.6										
177	1	18	2	0	0.220	0.200	61.237	4.	4.	-0.0
0.5										
178	2	18	2	0	0.220	0.200	61.405	0.	0.	0.0
0.0										
179	1	20	1	1	0.220	0.200	61.372	0.	0.	0.0
0.0										
180	2	20	1	1	0.220	0.200	61.540	0.	0.	0.0
0.0										
181	1	22	0	0	0.220	0.200	62.150	378.	378.	0.2
35.9										
182	2	22	0	0	0.220	0.200	62.322	193.	193.	-0.6
15.4										
183	1	11	1	3	0.220	0.200	62.196	5.	5.	-0.0
0.5										
184	2	11	1	3	0.220	0.200	62.367	40.	40.	-0.1
2.9										
185	1	14	2	2	0.220	0.200	62.471	312.	312.	-0.0
18.7										
186	2	14	2	2	0.220	0.200	62.643	401.	401.	-0.5
29.1										
187	1	11	3	1	0.220	0.200	62.479	952.	952.	-0.3
56.6										
188	2	11	3	1	0.220	0.200	62.652	284.	285.	0.0
21.1										
189	1	12	1	3	0.219	0.200	63.824	0.	0.	-0.0
0.0										
190	2	12	1	3	0.219	0.200	64.001	0.	0.	-0.0
0.0										
191	1	19	2	0	0.219	0.200	63.867	0.	0.	-0.0
0.0										
192	2	19	2	0	0.219	0.200	64.044	0.	0.	-0.0
0.0										
193	1	12	3	1	0.219	0.200	64.104	19.	19.	-0.1
2.0										
194	2	12	3	1	0.219	0.200	64.282	673.	672.	-0.6
43.2										
195	1	21	1	1	0.219	0.200	64.279	598.	597.	-0.7
38.5										
196	2	21	1	1	0.219	0.200	64.458	612.	611.	-0.6
46.3										
197	1	15	2	2	0.219	0.200	64.515	67.	66.	-0.2
5.8										
198	2	15	2	2	0.218	0.200	64.695	0.	0.	-0.0
0.0										
199	1	13	1	3	0.218	0.200	65.568	42.	42.	-0.6
5.4										
200	2	13	1	3	0.218	0.200	65.751	7.	6.	-0.1
0.8										

NO. ESD	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF	
4.7	201	1	13	3	1	0.218	0.200	65.844	37.	36.	-0.7
1.2	202	2	13	3	1	0.217	0.200	66.028	9.	9.	-0.2
0.0	203	1	20	0	2	0.217	0.200	66.440	0.	0.	-0.0
1.0	204	2	20	0	2	0.217	0.200	66.626	8.	8.	-0.2
0.0	205	1	20	2	0	0.217	0.200	66.577	0.	0.	-0.0
0.0	206	2	20	2	0	0.217	0.200	66.763	0.	0.	-0.0
5.9	207	1	16	2	2	0.217	0.200	66.663	46.	45.	-0.7
1.5	208	2	16	2	2	0.217	0.200	66.850	12.	11.	-0.3
0.0	209	1	22	1	1	0.216	0.200	67.254	0.	0.	-0.0
0.0	210	2	22	1	1	0.216	0.200	67.443	0.	0.	-0.0
0.0	211	1	14	1	3	0.216	0.200	67.425	0.	0.	-0.0
0.0	212	2	14	1	3	0.216	0.200	67.615	0.	0.	-0.0
0.0	213	1	14	3	1	0.216	0.200	67.697	0.	0.	-0.0
0.0	214	2	14	3	1	0.216	0.200	67.888	0.	0.	-0.0
0.0	215	1	24	0	0	0.215	0.200	68.539	0.	0.	-0.0
0.0	216	2	24	0	0	0.215	0.200	68.733	0.	0.	-0.0
4.4	217	1	0	0	4	0.215	0.200	68.879	36.	36.	-0.5
13.9	218	2	0	0	4	0.214	0.200	69.073	116.	116.	-0.5
12.9	219	1	17	2	2	0.215	0.200	68.911	106.	105.	-1.1
1.0	220	2	17	2	2	0.214	0.200	69.106	8.	8.	-0.1
2.6	221	1	2	0	4	0.214	0.200	69.149	22.	22.	-0.2
29.4	222	2	2	0	4	0.214	0.200	69.345	302.	302.	-0.4
3.9	223	1	21	2	0	0.214	0.200	69.367	41.	41.	-0.0
6.5	224	2	21	2	0	0.214	0.200	69.564	71.	71.	-0.4
3.0	225	1	15	1	3	0.214	0.200	69.393	32.	32.	-0.0
7.8	226	2	15	1	3	0.214	0.200	69.590	84.	84.	-0.4
1.0	227	1	0	4	0	0.214	0.200	69.417	11.	11.	-0.0
1.5	228	2	0	4	0	0.214	0.200	69.614	16.	16.	-0.1
34.7	229	1	1	4	0	0.214	0.200	69.484	391.	389.	-1.5
8.1	230	2	1	4	0	0.214	0.200	69.681	80.	80.	-0.1

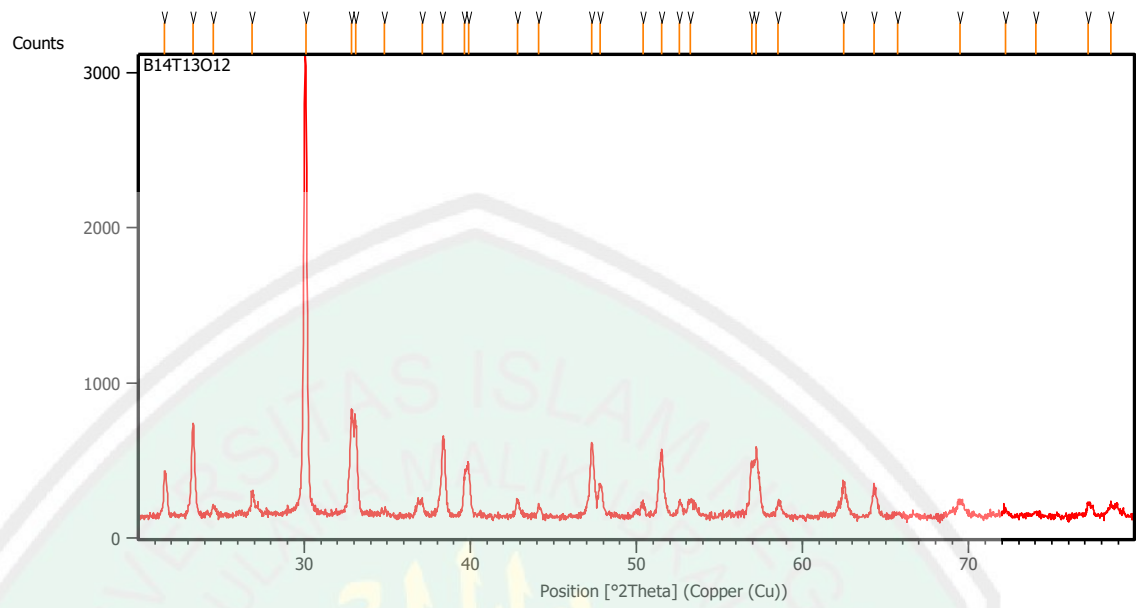
231	1	15	3	1	0.214	0.200	69.661	92.	92.	-0.2
9.1										
232	2	15	3	1	0.213	0.200	69.859	130.	130.	-0.4
15.6										
233	1	2	4	0	0.214	0.200	69.686	119.	118.	-0.2
12.0										
234	2	2	4	0	0.213	0.200	69.884	3.	3.	-0.0
0.3										
235	1	4	0	4	0.213	0.200	69.957	0.	0.	-0.0
0.0										
236	2	4	0	4	0.213	0.200	70.156	31.	30.	-0.4
4.2										
237	1	3	4	0	0.213	0.200	70.022	27.	26.	-0.3
3.5										
238	2	3	4	0	0.213	0.200	70.221	0.	0.	-0.0
0.0										
239	1	23	1	1	0.213	0.200	70.299	25.	24.	-0.4
3.4										
240	2	23	1	1	0.213	0.200	70.500	1.	1.	-0.0
0.2										
241	1	4	4	0	0.213	0.200	70.491	1.	1.	-0.0
0.1										
242	2	4	4	0	0.212	0.200	70.692	7.	7.	-0.2
1.1										
243	1	5	4	0	0.212	0.200	71.092	0.	0.	-0.0
0.0										
244	2	5	4	0	0.212	0.200	71.295	19.	19.	-0.2
2.7										
245	1	18	2	2	0.212	0.200	71.260	14.	14.	-0.2
2.0										
246	2	18	2	2	0.211	0.200	71.463	40.	40.	-0.4
5.4										
247	1	6	0	4	0.212	0.200	71.294	19.	19.	-0.2
2.6										
248	2	6	0	4	0.211	0.200	71.498	23.	23.	-0.3
3.2										
249	1	16	1	3	0.211	0.200	71.468	37.	36.	-0.4
5.0										
250	2	16	1	3	0.211	0.200	71.673	25.	25.	-0.2
3.6										
NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF
ESD										
251	1	16	3	1	0.211	0.200	71.733	3.	3.	-0.0
0.4										
252	2	16	3	1	0.211	0.200	71.939	20.	20.	-0.2
2.9										
253	1	6	4	0	0.211	0.200	71.824	25.	24.	-0.1
3.5										
254	2	6	4	0	0.211	0.200	72.030	11.	11.	-0.1
1.5										
255	1	22	0	2	0.210	0.200	72.107	175.	174.	-0.8
21.9										
256	2	22	0	2	0.210	0.200	72.314	41.	41.	-0.1
5.4										
257	1	22	2	0	0.210	0.200	72.239	154.	153.	-0.7
19.4										
258	2	22	2	0	0.210	0.200	72.447	27.	26.	-0.1
3.9										
259	1	7	4	0	0.210	0.200	72.685	0.	0.	-0.0
0.0										
260	2	7	4	0	0.209	0.200	72.894	0.	0.	-0.0
0.1										

261	1	8	0	4	0.209	0.200	73.149	72.	72.	-0.1
10.9										
262	2	8	0	4	0.209	0.200	73.360	34.	34.	-0.0
5.2										
263	1	24	1	1	0.208	0.200	73.419	38.	38.	0.0
5.8										
264	2	24	1	1	0.208	0.200	73.632	6.	6.	-0.0
1.0										
265	1	17	1	3	0.208	0.200	73.650	4.	4.	-0.0
0.6										
266	2	17	1	3	0.208	0.200	73.863	14.	14.	-0.1
2.0										
267	1	8	4	0	0.208	0.200	73.674	4.	4.	0.0
0.6										
268	2	8	4	0	0.208	0.200	73.887	5.	5.	-0.0
0.7										
269	1	19	2	2	0.208	0.200	73.707	73.	73.	0.3
11.0										
270	2	19	2	2	0.208	0.200	73.920	70.	70.	0.1
10.1										
271	1	17	3	1	0.208	0.200	73.912	34.	34.	0.0
4.9										
272	2	17	3	1	0.207	0.200	74.126	13.	13.	-0.1
1.9										
273	1	1	3	3	0.207	0.200	74.077	140.	140.	-0.1
19.8										
274	2	1	3	3	0.207	0.200	74.291	115.	116.	0.3
16.7										
275	1	2	3	3	0.207	0.200	74.273	65.	65.	0.1
9.3										
276	2	2	3	3	0.207	0.200	74.489	30.	30.	0.3
4.8										
277	1	3	3	3	0.206	0.200	74.601	36.	36.	0.6
5.8										
278	2	3	3	3	0.206	0.200	74.817	68.	69.	0.9
11.1										
279	1	9	4	0	0.206	0.200	74.788	3.	3.	0.0
0.5										
280	2	9	4	0	0.206	0.200	75.005	66.	66.	0.9
10.8										
281	1	4	3	3	0.206	0.200	75.058	20.	21.	0.1
3.4										
282	2	4	3	3	0.205	0.200	75.277	130.	130.	0.7
20.7										
283	1	26	0	0	0.205	0.200	75.180	1.	1.	-0.0
0.1										
284	2	26	0	0	0.205	0.200	75.399	18.	18.	0.2
3.0										
285	1	23	2	0	0.205	0.200	75.197	1.	1.	-0.0
0.2										
286	2	23	2	0	0.205	0.200	75.416	32.	32.	0.4
5.3										
287	1	10	0	4	0.205	0.200	75.507	44.	45.	1.1
7.6										
288	2	10	0	4	0.204	0.200	75.728	0.	0.	0.0
0.1										
289	1	5	3	3	0.204	0.200	75.645	4.	4.	0.1
0.7										
290	2	5	3	3	0.204	0.200	75.866	85.	88.	2.8
15.2										
291	1	18	1	3	0.204	0.200	75.938	0.	0.	0.0
0.0										
292	2	18	1	3	0.203	0.200	76.160	34.	35.	1.0
6.0										

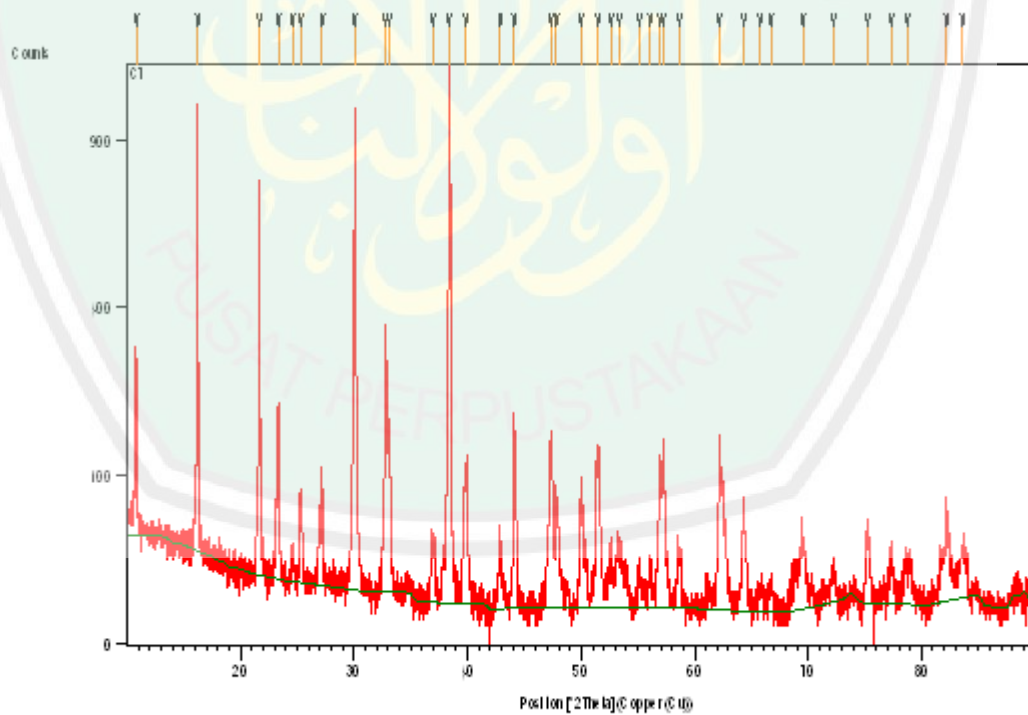
293	1	10	4	0	0.204	0.200	76.026	0.	0.	0.0
0.0										
294	2	10	4	0	0.203	0.200	76.249	24.	25.	0.4
4.1										
295	1	18	3	1	0.203	0.200	76.197	7.	8.	0.2
1.3										
296	2	18	3	1	0.203	0.200	76.420	32.	33.	0.4
5.5										
297	1	20	2	2	0.203	0.200	76.255	72.	73.	1.3
12.2										
298	2	20	2	2	0.203	0.200	76.478	29.	29.	0.3
4.9										
299	1	6	3	3	0.203	0.200	76.360	76.	77.	1.1
12.8										
300	2	6	3	3	0.203	0.200	76.584	3.	3.	0.0
0.6										
NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF
ESD										
301	1	25	1	1	0.202	0.200	76.619	232.	234.	2.1
37.0										
302	2	25	1	1	0.202	0.200	76.844	336.	340.	4.2
51.6										
303	1	7	3	3	0.201	0.200	77.202	820.	824.	4.0
91.9										
304	2	7	3	3	0.201	0.200	77.429	186.	187.	1.0
23.4										
305	1	11	4	0	0.201	0.200	77.387	425.	428.	2.3
51.0										
306	2	11	4	0	0.200	0.200	77.615	363.	368.	5.4
56.7										
307	1	24	0	2	0.199	0.200	78.115	393.	400.	6.3
64.5										
308	2	24	0	2	0.199	0.200	78.345	46.	47.	0.5
6.6										
309	1	8	3	3	0.199	0.200	78.171	3.	3.	-0.0
0.4										
310	2	8	3	3	0.198	0.200	78.402	29.	29.	0.2
4.0										
311	1	24	2	0	0.199	0.200	78.243	0.	0.	0.0
0.0										
312	2	24	2	0	0.198	0.200	78.474	334.	336.	2.4
43.3										
313	1	19	1	3	0.199	0.200	78.332	352.	356.	3.8
50.8										
314	2	19	1	3	0.198	0.200	78.564	47.	48.	0.2
5.7										
315	1	12	0	4	0.199	0.200	78.357	19.	20.	0.2
2.7										
316	2	12	0	4	0.198	0.200	78.589	16.	16.	0.1
1.9										
317	1	0	2	4	0.198	0.200	78.566	22.	22.	0.1
2.6										
318	2	0	2	4	0.197	0.200	78.799	359.	362.	3.3
44.8										
319	1	19	3	1	0.198	0.200	78.589	32.	32.	0.1
3.8										
320	2	19	3	1	0.197	0.200	78.822	47.	47.	0.3
5.8										
321	1	1	2	4	0.198	0.200	78.630	645.	650.	4.7
76.3										
322	2	1	2	4	0.197	0.200	78.863	18.	18.	0.1
2.2										

323	1	2	2	4	0.197	0.200	78.823	41.	41.	0.3
5.0										
324	2	2	2	4	0.197	0.200	79.057	118.	119.	1.3
16.3										
325	1	12	4	0	0.197	0.200	78.870	11.	11.	0.1
1.4										
326	2	12	4	0	0.197	0.200	79.104	86.	87.	1.2
12.7										
327	1	21	2	2	0.197	0.200	78.903	165.	166.	0.9
19.8										
328	2	21	2	2	0.197	0.200	79.137	91.	92.	1.3
13.9										
329	1	0	4	2	0.197	0.200	78.951	400.	402.	2.6
48.7										
330	2	0	4	2	0.197	0.200	79.185	8.	8.	0.1
1.2										
331	1	1	4	2	0.197	0.200	79.015	146.	147.	1.1
19.1										
332	2	1	4	2	0.196	0.200	79.249	75.	76.	0.9
11.9										
333	1	3	2	4	0.197	0.200	79.145	65.	66.	0.9
10.0										
334	2	3	2	4	0.196	0.200	79.380	368.	373.	5.3
61.7										
335	1	2	4	2	0.196	0.200	79.208	11.	11.	0.1
1.8										
336	2	2	4	2	0.196	0.200	79.443	9.	9.	0.1
1.5										
337	1	9	3	3	0.196	0.200	79.264	216.	218.	2.8
34.4										
338	2	9	3	3	0.196	0.200	79.500	11.	12.	0.2
2.1										
339	1	3	4	2	0.196	0.200	79.528	24.	24.	0.4
4.4										
340	2	3	4	2	0.195	0.200	79.765	342.	350.	7.4
66.9										
341	1	4	2	4	0.195	0.200	79.594	382.	388.	6.1
69.6										
342	2	4	2	4	0.195	0.200	79.831	1.	1.	0.0
0.2										
343	1	26	1	1	0.195	0.200	79.906	10.	10.	0.1
2.1										
344	1	4	4	2	0.194	0.200	79.977	583.	591.	8.3
144.9										
DERIVED BRAGG R-FACTOR=						0.22				

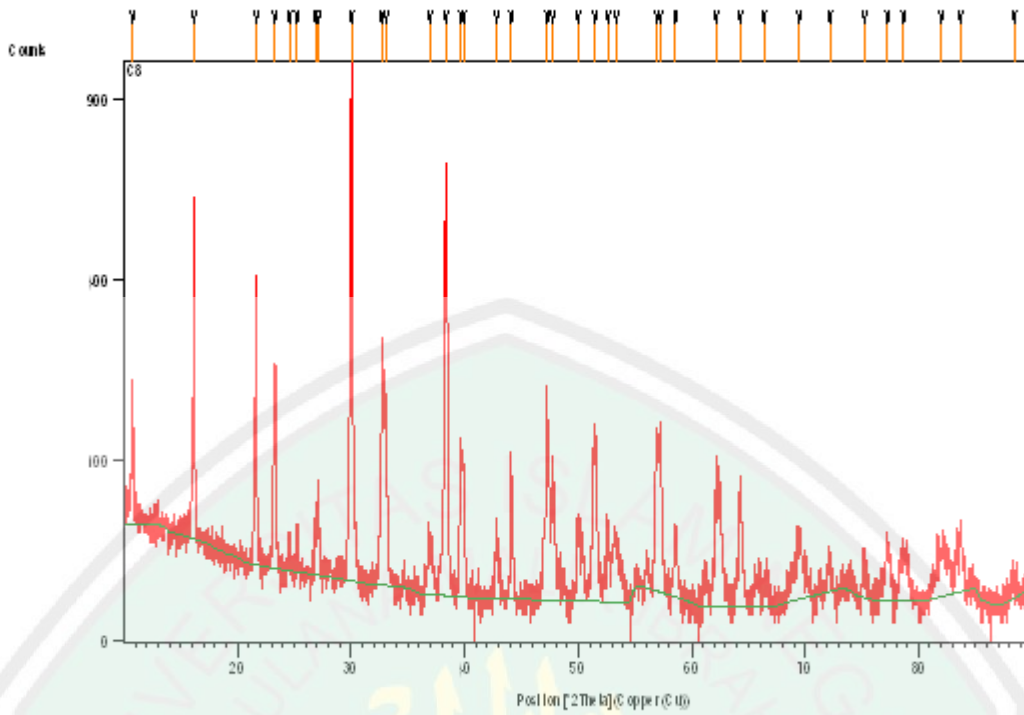
L.4.3 Hasil Pola Difraksi Sinar-X Senyawa $\text{Bi}_4\text{TiO}_{12}$, dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/1, 1/2, 1/4, dan 1/6)



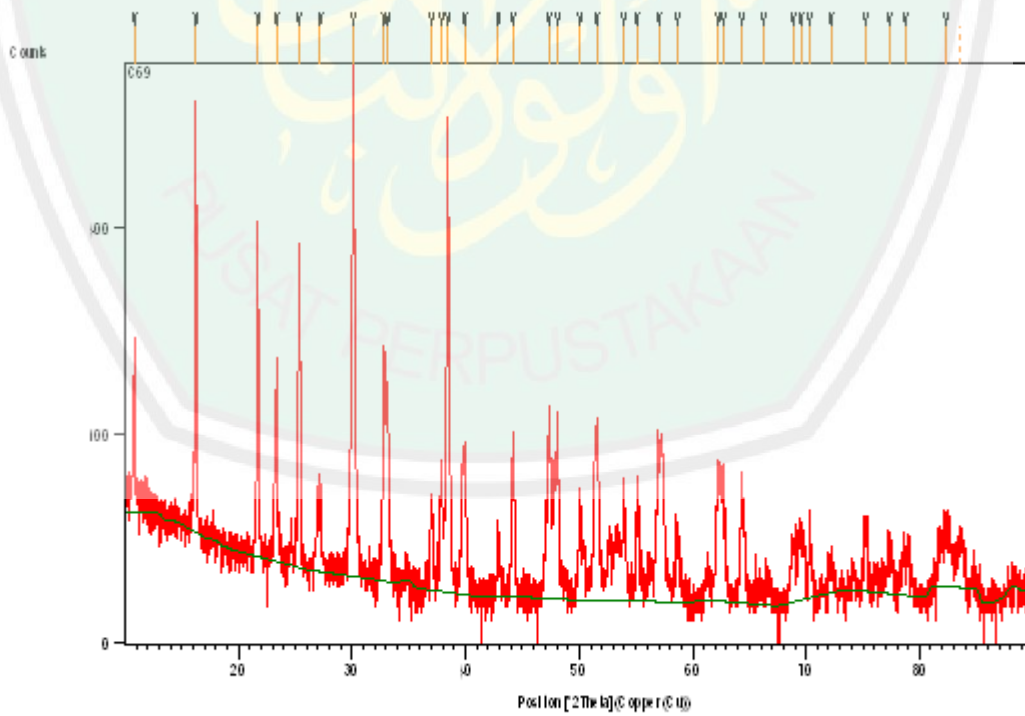
Gambar L.4.3 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$



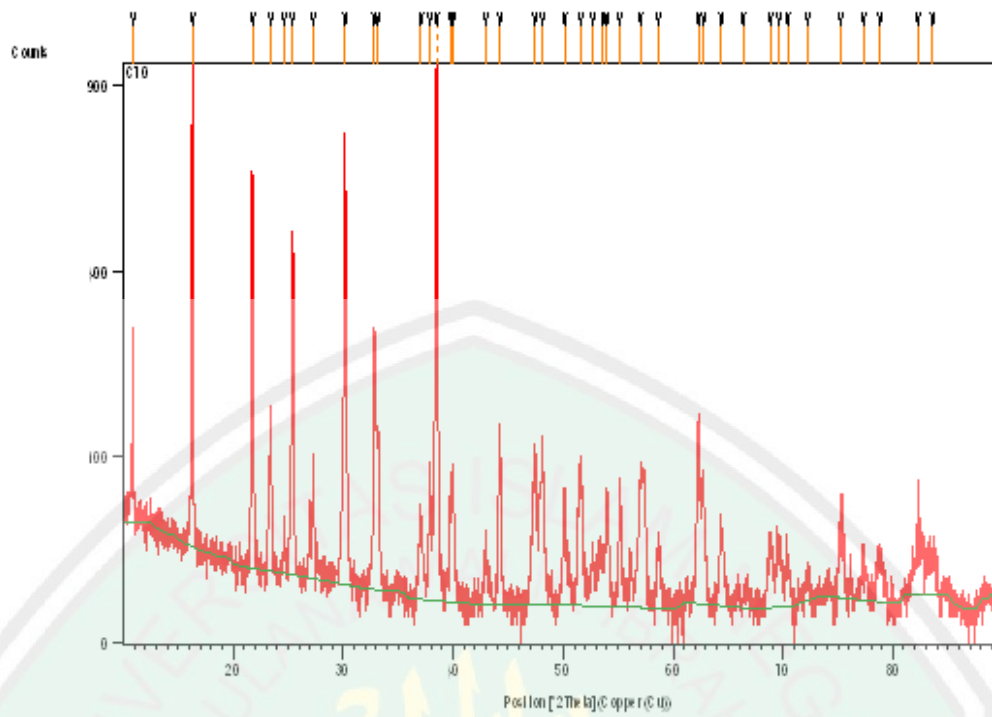
Gambar L.4.4 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/1



Gambar L.4.3 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/2



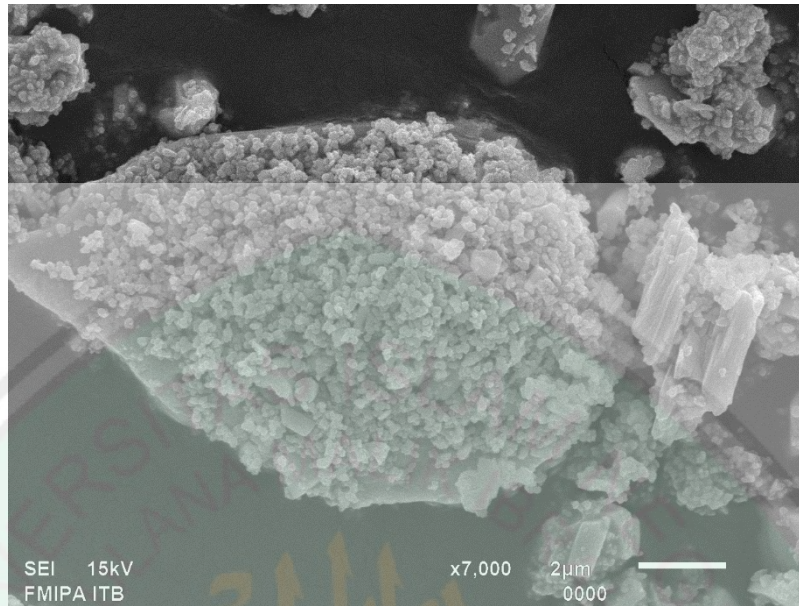
Gambar L.4.4 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/4



Gambar L.4.5 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ 1/6

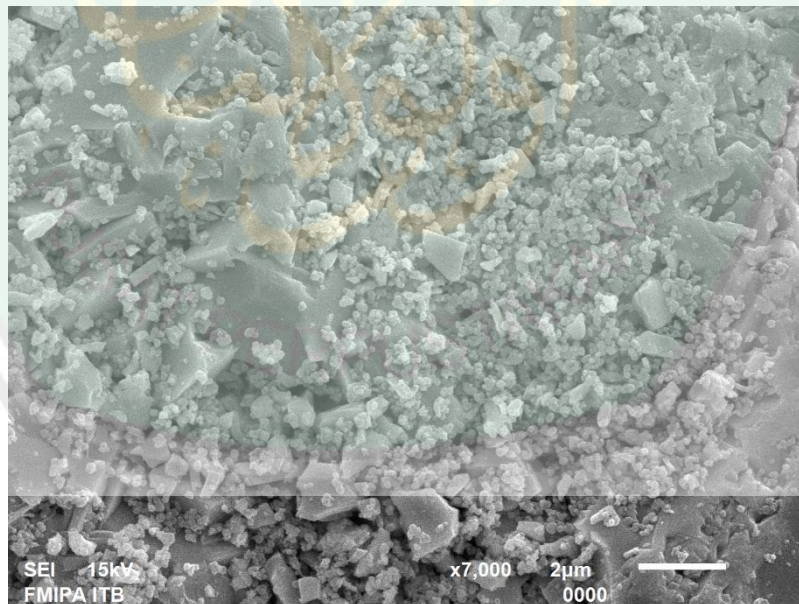
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi menggunakan SEM

L.5.1 Hasil Karakterisasi SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/1)



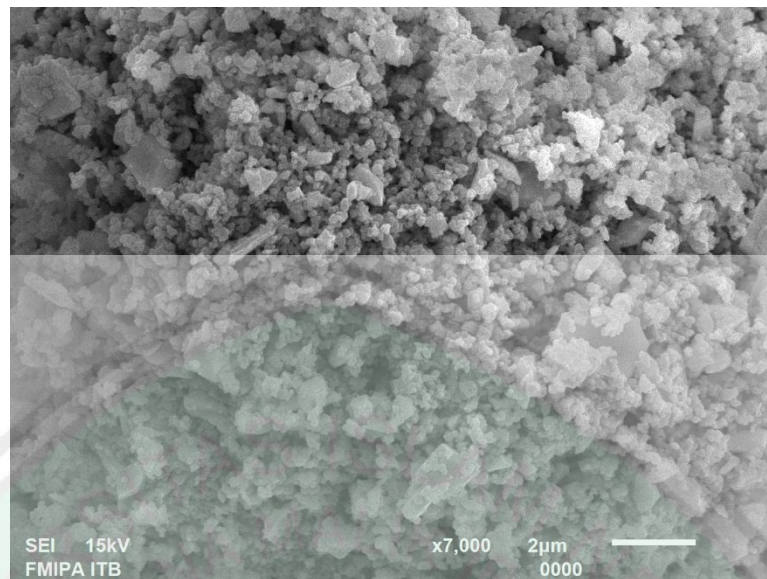
Gambar L.5.2.1 SEM sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/1)

L.5.2 Hasil Karakterisasi SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/2)



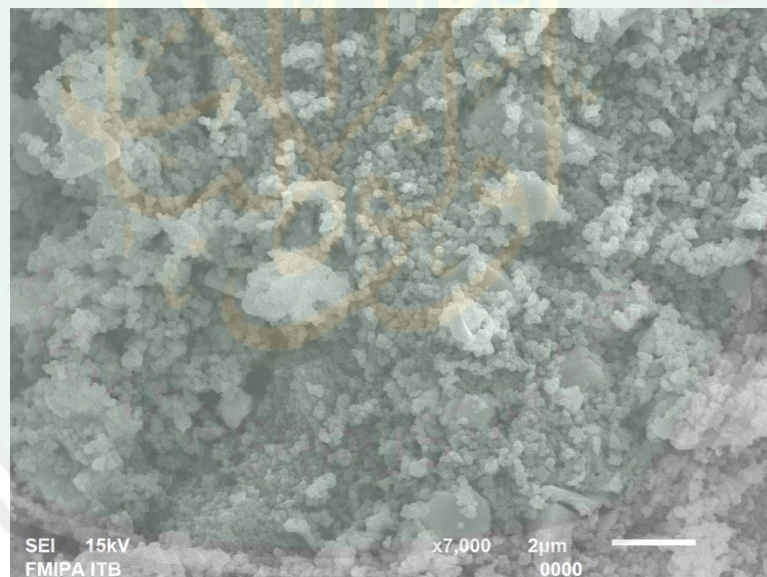
Gambar L.5.2.2 SEM sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/2)

L.5.3 Hasil Karakterisasi SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/4)



Gambar L56.2.3 SEM sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/4)

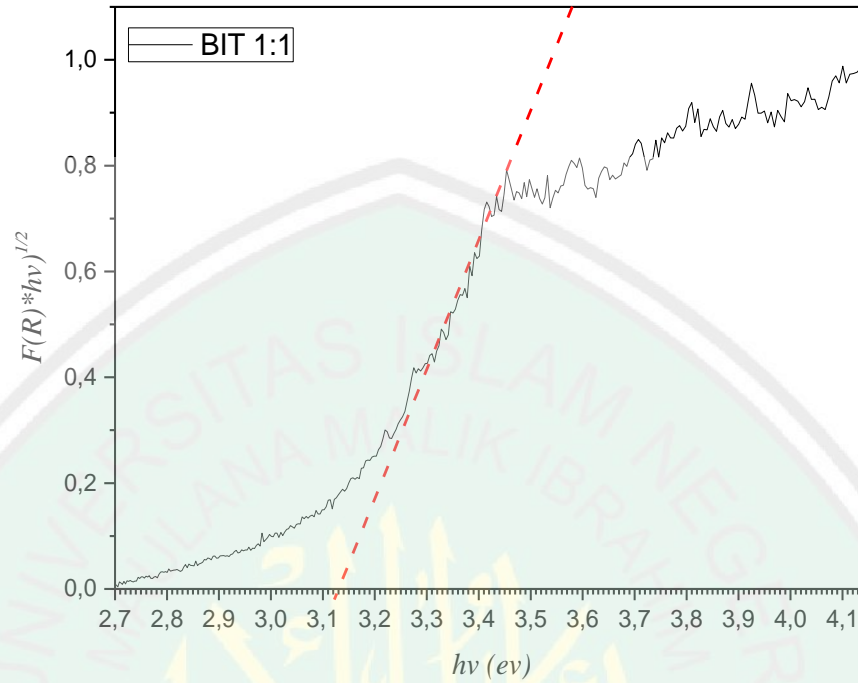
L.5.4 Hasil Karakterisasi SEM Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/6)



Gambar L.5.2.4 SEM sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/6)

Lampiran 6. Hasil karakterisasi menggunakan UV-DRS

L.6.1 Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ (1/1)



Gambar L.5.1 Nilai Energi Celah Pita Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ (1/1)

Diketahui :

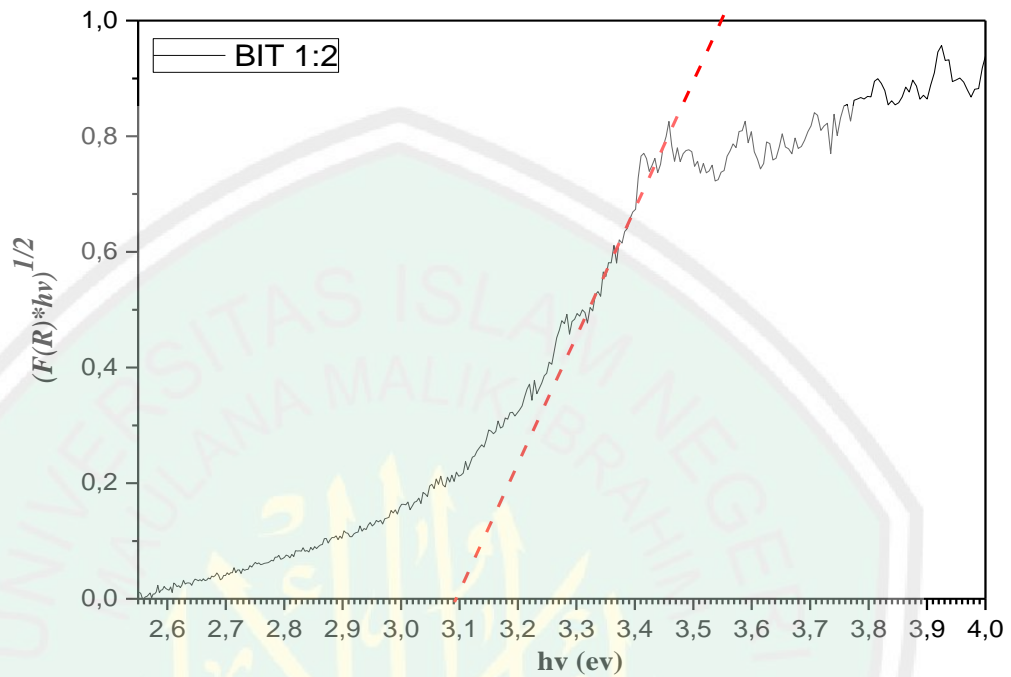
$$E_g = 3,13 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm.ps}}{3,11 \text{ eV}} = 396,42 \text{ nm}$$

L.6.2 Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ (1/2)



Gambar L.5.2 Nilai Energi Celah Pita Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ (1/2)

Diketahui :

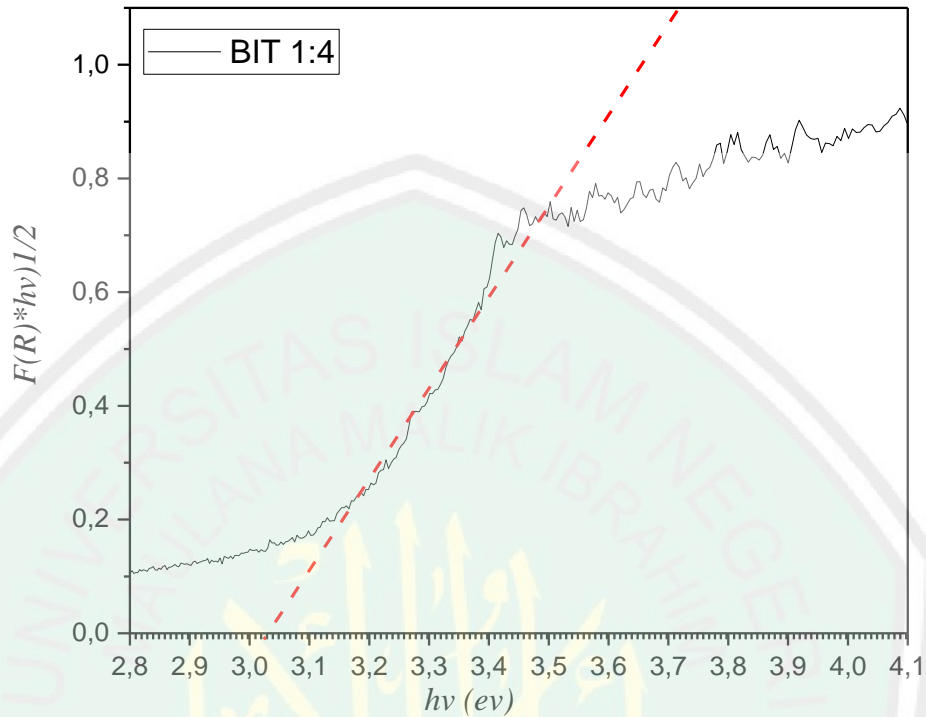
$$E_g = 3,09 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm.ps}}{3,09 \text{ eV}} = 401,56 \text{ nm}$$

L.6.3 Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ (1/4)



Gambar L.5.3 Nilai Energi Celah Pita Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ (1/4)

Diketahui :

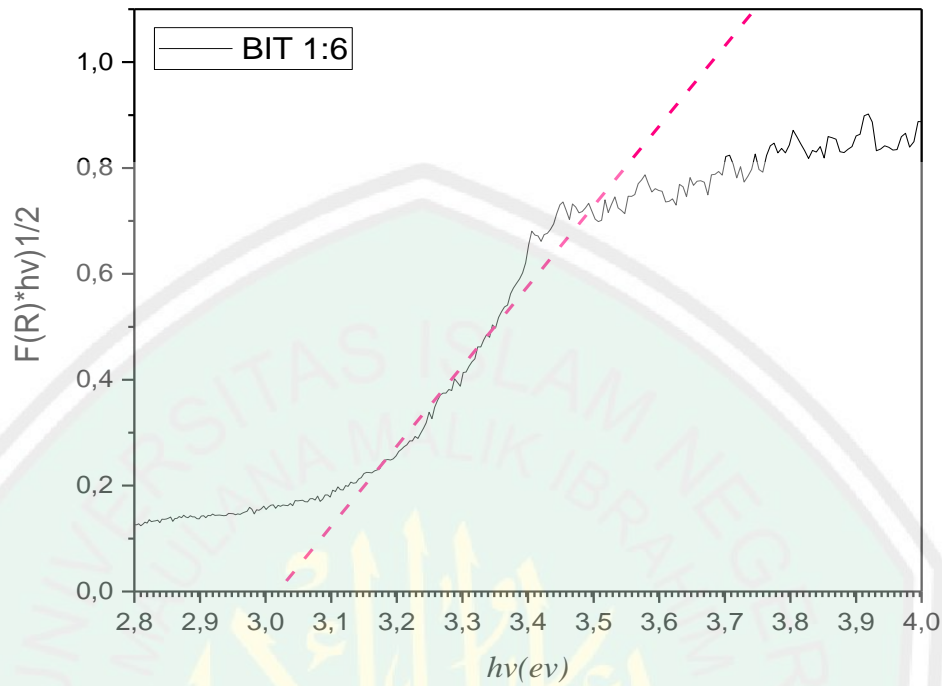
$$E_g = 3,04 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/ps}}{3,04 \text{ eV}} = 408,16 \text{ nm}$$

L.6.4 Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ (1/6)



Gambar L.5.4 Nilai Energi Celah Pita Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ (1/6)

Diketahui :

$$E_g = 3,01 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

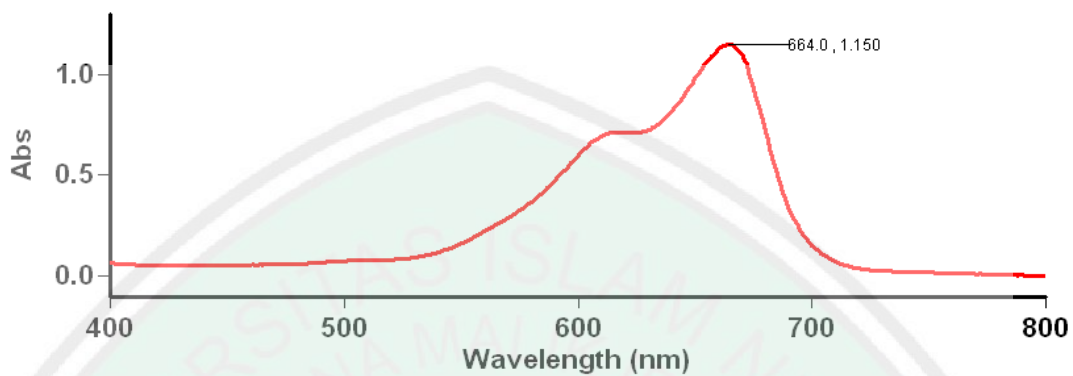
Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm.ps}}{3,01 \text{ eV}} = 412,23 \text{ nm}$$

Lampiran 7. Hasil Analisa UV-Vis

L.7.1 Lamdha Maks Metilen Biru

Tanggal analisa : 15 Februari 2019



Scan Analysis Report

Report Time : 2/15/2019 01:52:54 PM

Method:

Batch: D:\Ervina Dwi I\Lamdha Maks Methylene Blue .DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: Methylene Blue

Collection Time 2/15/2019 1:53:16 PM

Peak Table

Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

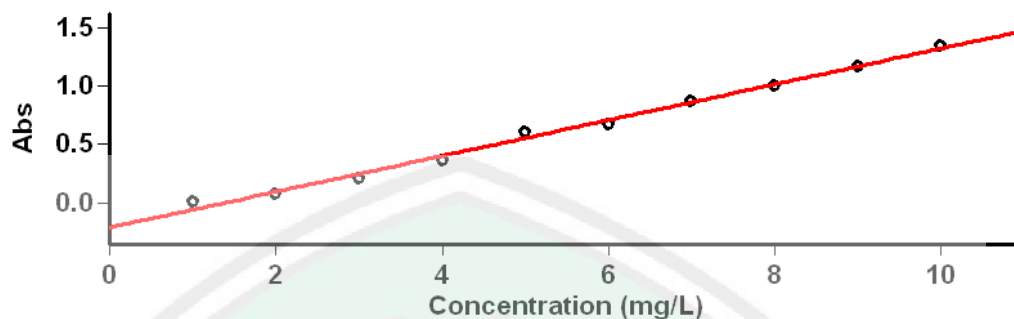
Range 800.0nm to 399.9nm

Wavelength (nm)	Abs
-----------------	-----

664.0	1.150
-------	-------

L. 7.2 Kurva Standar Metilen Biru

Tanggal analisa : 15 Februari 2019



Concentration Analysis Report

Report time	2/15/2019 1:57:24 PM
Method	
Batch name	D:\Ervina Dwi I\Kurva Standart Methylene Blue (15-02-2019).BCN
Application	Concentration 3.00(339)
Operator	Susi

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	664.0
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Standard/Sample averaging	OFF
Weight and volume corrections	OFF
Fit type	Linear
Min R ²	0.95000
Concentration units	mg/L

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.2451)	664.0

Calibration

Collection time 2/15/2019 1:58:14 PM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1	1.0		0.0048	0.0001	1.14	0.0048
						0.0047
						0.0048
Std 2	2.0		0.0768	0.0003	0.45	0.0765
						0.0769
						0.0771
Std 3	3.0		0.2054	0.0003	0.12	0.2051
						0.2056
						0.2056
Std 4	4.0		0.3600	0.0003	0.07	0.3597
						0.3602
						0.3601
Std 5	5.0		0.6066	0.0006	0.10	0.6069
						0.6071
						0.6060

Std 6					0.6720
					0.6723
	6.0	0.6726	0.0009	0.13	0.6736

Std 7					0.8631
					0.8619
	7.0	0.8627	0.0007	0.09	0.8632

Std 8					1.0068
					1.0050
	8.0	1.0052	0.0016	0.16	1.0037

Std 9					1.1731
					1.1660
	9.0	1.1711	0.0045	0.38	1.1742

Std 10					1.3475
					1.3430
	10.0	1.3450	0.0023	0.17	1.3443

Calibration eqn Abs = 0.15330*Conc -0.21212

Correlation Coefficient 0.99360

Calibration time 2/15/2019 2:04:53 PM

Results Flags Legend

U = Uncalibrated

O = Overage

N = Not used in calibration

R = Repeat reading

L.7.3 Absorbansi Methylen Blue Kontrol, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{TiO}_2$ (1/1)

Tanggal Analisa : 18 Februari 2019

Advanced Reads Report

Report time 2/18/2019 1:18:07 PM
 Method
 Batch name D:\Ervina Dwi I\Absorbansi Methylene Blue Sampel
 BET (1/1, 1/2) (18-02-2019).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1234)	664.0

Analysis

Collection time 2/18/2019 1:18:07 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
--------	---	------	----	------	----------

A0 1/1				1.6443
				1.6461
	1.6421	0.0054	0.33	1.6360
A1 1/1				1.3430
				1.3475
	1.3457	0.0023	0.17	1.3465
A2 1/1				1.4286
				1.4267
	1.4295	0.0033	0.23	1.4332
A3 1/1				1.3964
				1.3961
	1.3957	0.0010	0.07	1.3945
A0 1/2				1.8161
				1.8448
	1.8330	0.0150	0.82	1.8381
A1 1/2				1.4800
				1.4885
	1.4811	0.0070	0.47	1.4747
A2 1/2				1.4286
				1.4267
	1.4295	0.0033	0.33	1.4332
A3 1/2				1.5749
				1.5645
	1.5641	0.0110	0.10	1.5529

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Tanggal Analisa : 22 Februari 2019

Advanced Reads Report

Report time 2/22/2019 11:48:32 AM
 Method
 Batch name D:\Ervina Dwi I\Absorbansi Methylene Blue Sampel
 BET (1/4, 1/6) (22-02-2019).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1317)	664.0

Analysis

Collection time 2/22/2019 11:48:32 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
A0 sampel 1/4					1.6655
					1.6558
		1.6580	0.0066	0.66	1.6528
A1 sampel 1/4					1.1266
					1.1215
		1.1231	0.0003	0.02	1.1213
A2 sampel 1/4					1.0972
					1.0989
		1.0983	0.0001	0.01	1.0129
A3 sampel 1/4					1.0125
					1.0128
		1.0128	0.0002	0.02	1.0129
A0 sampel 1/6					1.4900
					1.4911
		1.4914	0.0008	0.08	1.4922
A1 sampel 1/6					1.1984
					1.1814
		1.1969	0.0014	0.14	1.1956
A2 sampel 1/6					1.1815
					1.1814
		1.1824	0.0016	0.16	1.1842

A3 sampel 1/6	0.9706
	0.9725
0.9703	0.0026
0.26	0.9674

Results Flags Legend

R = Repeat reading

L.7.4 Absorbansi Methylene Blue Kontrol Tanpa Lampu Tanpa Katalis

Tanggal Analisa : 26 Februari 2019

Advanced Reads Report

Report time	2/26/2019 11:19:10 AM
Method	
Batch name	D:\Ervina Dwi I\Absorbansi Methylene Blue Kontrol Tanpa Lampu Tanpa Katalis (26-02-2019).BAB
Application	Advanced Reads 3.00(339)
Operator	Rika

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	664.0
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Sample averaging	OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.2273)	664.0

Analysis

Collection time 2/26/2019 11:19:10 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
A1 0					1.8964
					1.9085
		1.907	0.0099	0.99	1.9160
A1 1					1.7279
					1.7503
		1.7404	0.0114	0.14	1.7430
A1 2					1.6923
					1.6855
		1.691	0.0050	0.50	1.6953
A1 3					1.6793
					1.6669
		1.6727	0.0063	0.63	1.6717

Results Flags Legend

R = Repeat reading

L.7.4 Absorbansi Methylene Blue Kontrol Dengan Lampu Tanpa Katalis

Tanggal Analisa : 26 Februari 2019

Advanced Reads Report

Report time 2/26/2019 1:48:10 PM
 Method
 Batch name D:\Ervina Dwi I\Absorbansi Methylene Blue Sampel
 (26-02-2019).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.2538)	664.0

Analysis

Collection time 2/26/2019 1:48:10 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
A0 Tanpa katalis					1.7004
					1.7138
		1.7177	0.0219	0.19	1.6921
A1 Lp Tk					1.5424
					1.5389
		1.5400	0.0020	0.20	1.5388
A2 Lp Tk					1.5301
					1.5389
		1.5118	0.0038	0.38	1.5388
A3 Lp Tk					1.5158
					1.5132
		1.5299	0.0082	0.82	1.5064
A0 BIT					1.7004
					1.7138
		1.7021	0.0110	0.64	1.6921
A1 BIT					1.4188
					1.4292
		1.4239	0.0052	0.37	1.4236
A2 BIT					1.4639
					1.4557
		1.4606	0.0043	0.29	1.4621
A3 BIT					1.4302
					1.4238

1.4277 0.0034 0.24 1.4291

Results Flags Legend

R = Repeat reading

