

**SINTESIS MATERIAL CaTiO<sub>3</sub> TERDOPING Fe<sup>3+</sup> DENGAN  
MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL NaCl**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**DWI RAHAYU NOVIANTI**  
**NIM. 15630035**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2020**

**SINTESIS MATERIAL CaTiO<sub>3</sub> TERDOPING Fe<sup>3+</sup> DENGAN  
MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL NaCl**

**SKRIPSI**

**Oleh:**  
**DWI RAHAYU NOVIANTI**  
**NIM. 15630035**

**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**  
**2020**

SINTESIS MATERIAL CaTiO<sub>3</sub> TERDOPING Fe<sup>3+</sup> DENGAN  
MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL NaCl

SKRIPSI

Oleh:  
**DWI RAHAYU NOVANTI**  
**NIM. 15630035**

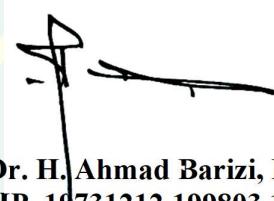
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 23 April 2020

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Dr. H. Ahmad Barizi, M.A  
NIP. 19731212 199803 1 008



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

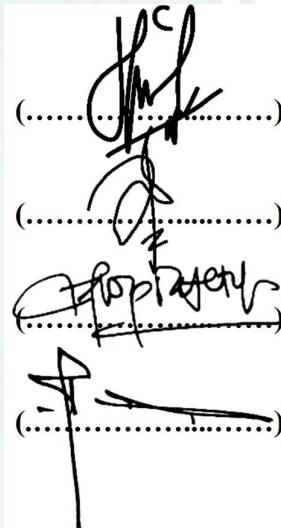
SINTESIS MATERIAL CaTiO<sub>3</sub> TERDOPING Fe<sup>3+</sup> DENGAN  
MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL NaCl

SKRIPSI

Oleh:  
**DWI RAHAYU NOVIANTI**  
**NIM. 15630035**

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Pengaji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 23 April 2020

Pengaji Utama	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010
Ketua Pengaji	: Febi Yusniyanti, S.Si., M.Sc LB. 68004
Sekretaris Pengaji	: Dr. Anton Prasetyo, M.Si NIP. 19770925 200604 1 003
Anggota Pengaji	: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A NIP. 19731212 199803 1 008



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



## PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Dwi Rahayu Novianti

NIM : 15630035

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : "Sintesis Material CaTiO<sub>3</sub> Terdoping Fe<sup>3+</sup> dengan Menggunakan Metode Lelehan Garam Tunggal NaCl"

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

Malang, 23 April 2020  
Yang membuat pernyataan,



Dwi Rahayu Novianti  
NIM. 15630035

## HALAMAN PERSEMPAHAN

Tak henti-hentinya memanjatkan puja dan puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala limpahan rahmat, hidayah dan ridho-Nya. Dan tak lupa sholawat serta salam tetap tercurahkan kepada baginda Rasulullah Muhammad SAW.

Saya persembahkan karya ini untuk diri saya sendiri dan orang-orang yang saya sayangi sebagai bentuk penghargaan, ucapan terima kasih, dan bentuk hormat saya. Teruntuk kedua orang tua saya, **Bapak Romadhon dan Ibu Nani Agustriani Sjarifah**.

Kedua orang tua yang teramat luar biasa baik, yang selalu mendukung, memotivasi, menyemangati, dan menjadi panutan untuk saya. Terimakasih karena telah mendukung saya untuk menempuh pendidikan setinggi-tingginya. Terimakasih telah berkorban begitu banyak untuk saya agar saya dapat sampai di titik ini. Panjang umur dan sehat selalu untuk kedua orang tua saya, semoga Allah selalu melindungi Bapak dan Mama dimanapun berada. Untuk kedua saudara saya, **Rina Noviana Miftasari dan Tri Wahyu Lestari** yang telah menjadi kakak dan adik yang terbaik bagi saya. Teruntuk nenek saya **Almh. Siti Amina** yang semasa hidup beliau selalu mendukung saya untuk bersekolah setinggi-tingginya. Terimakasih untuk keluarga saya yang telah menjadi alasan terbesar saya untuk meraih cita-cita saya. Semoga saya dapat terus menjadi kebanggaan kalian orang-orang tersayang.

Untuk seluruh dosen dan laboran jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Terutama untuk **Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si** selaku pembimbing saya. Terimakasih untuk semua bantuan, motivasi, dukungan untuk saya menyelesaikan studi saya dengan sebaik-baiknya. Bapak adalah dosen pembimbing terbaik untuk saya dan selalu menjadi panutan untuk saya meraih sukses.

Untuk sahabat-sahabat saya yang selalu mendukung saya dalam keadaan apapun untuk sampai di titik ini dan memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si). Dan untuk semua teman-teman yang tidak bisa saya sebutkan satu-persatu. Semoga Allah membala semua kebaikan kalian.

## KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Syukur Alhamdulillah, segala puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat, Taufiq dan Hidayah-Nya tiada henti dan tiada batas kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian yang berjudul **“Sintesis Material CaTiO<sub>3</sub> Terdoping Fe<sup>3+</sup> dengan Menggunakan Metode Lelehan Garam Tunggal NaCl”**. Shalawat serta salam semoga senantiasa tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW beserta keluarga dan sahabatnya karena Beliaulah yang menuntut umat manusia dari jaman jahiliyah menuju jaman yang penuh dengan ilmu pengetahuan.

Selanjutnya penulis haturkan ucapan terima kasih seiring do'a dan harapan jazakumullah ahsanal jaza' kepada semua pihak yang telah membantu terselesaikannya skripsi ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Kedua orang tua tercinta yang selalu memberikan do'a, cinta, semangat, moral dan motivasi kepada penulis sehingga dapat terselesaikan laporan hasil penelitian ini.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Dr. H. Ahmad Barizi, M.A selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan dan memberi masukan untuk terselesaiya skripsi ini.

4. Segenap civitas akademika Jurusan Kimia, yaitu seluruh dosen dan laboran khususnya Bu Isnaeni H, S.Si yang telah memberikan pengetahuan, pengalaman serta wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
5. Teman-teman seperjuangan Kimia Angkatan 2015 khususnya segenap keluarga Arsitek Molekul Kimia A yang telah memberi motivasi yang luar biasa kepada penulis dan selalu memberikan dukungan.
6. Teman-teman tim penelitian kimia Anorganik yaitu Anor Squad (Elen, Fifit, Dhifa, Nende, Rumaisha, Abel, Elisa, Vita, Faiz, dan Fatachi) dan Tim Aurivillius dan Perovskit (Riv'ah, Hasal, Aldi, Azzah, Hanif, dan Andi) yang telah berjuang bersama, memberi masukan dan semangat kepada penulis untuk menyelesaikan penelitian ini.
7. Sahabat-sahabat terbaik saya Tri Rohmatul Jannah dan Ahmad Asadbaz yang telah membantu, memotivasi, menghibur penulis dikala penat hingga terselesainya skripsi ini.
8. Semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi dalam menyelesaikan penelitian ini.

Penulis menyadari bahwa dalam pelaksanaan maupun penyusunan proposal ini terdapat kekurangan dan penulis berharap semoga penelitian ini bisa memberikan manfaat kepada para pembaca khususnya bagi penulis secara pribadi.

*Aamiin Ya Rabbal Aalamiin.*

Malang, 23 April 2020

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN.....</b>	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBERAHAN .....</b>	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR PERSAMAAN.....</b>	<b>xiv</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>xv</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xvi</b>
<b>الملخص .....</b>	<b>xvii</b>

### **BAB I PENDAHULUAN**

1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	6
1.3 Tujuan .....	7
1.4 Batasan Masalah .....	7
1.5 Manfaat .....	7

### **BAB II TINJAUAN PUSTAKA**

2.1 Senyawa Kalsium Titanat .....	8
2.2 CaTiO <sub>3</sub> sebagai Material Fotokatalis.....	9
2.3 Pengaruh Doping Fe <sup>3+</sup> terhadap Senyawa Kalsium Titanat .....	11
2.4 Sintesis Metode Lelehan Garam .....	14

### **BAB III METODE PENELITIAN**

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	22
3.2 Alat dan Bahan .....	22
3.2.1 Alat .....	22
3.2.2 Bahan .....	22
3.3 Rancangan Penelitian .....	22
3.4 Prosedur Kerja .....	23
3.4.1 Preparasi Bahan .....	23
3.4.2 Sintesis Kalsium Titanat dengan Metode Lelehan Garam .....	24
3.4.3 Karakterisasi CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> dengan XRD .....	24
3.4.4 Karakterisasi CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> dengan Spektroskopi Raman .....	24
3.4.5 Karakterisasi CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> dengan SEM-EDS .....	25
3.4.6 Karakterisasi CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> menggunakan UV-Vis DRS .....	25
3.5 Analisis Data.....	25
3.5.1 Analisis Data XRD .....	25
3.5.2 Analisis Data Spektroskopi Raman.....	25
3.5.3 Analisis Data SEM-EDS .....	26

3.5.4 Analisis Data UV-Vis DRS .....	26
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Sintesis CaTiO <sub>3</sub> Terdoping Fe <sup>3+</sup> dengan Metode Lelehan Garam .....	27
4.2 Karakterisasi dan Analisis Data CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> dengan XRD .....	29
4.3 Karakterisasi dan Analisis Data CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> dengan Spektroskopi Raman .....	32
4.4 Karakterisasi dan Analisis Data CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> dengan SEM-EDS .....	34
4.5 Karakterisasi dan Analisis Data CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> dengan UV-Vis DRS .....	37
4.6 Hasil Sintesis dan Karakterisasi CaTiO <sub>3</sub> Terdoping Fe dalam Perspektif Islam .....	40
<b>BAB V PENUTUP</b>	
5.1 Kesimpulan .....	43
5.2 Saran .....	43
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>44</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>48</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram Alir.....	48
Lampiran 2	Perhitungan.....	49
Lampiran 3	Data Analisis XRD .....	53
Lampiran 4	Data Analisis SEM-EDS .....	68
Lampiran 5	Hasil Analisa DRS.....	73
Lampiran 6	Dokumentasi Penelitian.....	74

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal $\text{CaTiO}_3$ .....	9
Gambar 2.2	Mekanisme fotokatalitik .....	10
Gambar 2.3	Pola difraksi sinar-X $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan variasi (a) $x=0$ ; (b) 0,05; (c) 0,1; (d) 0,15; (e) 0,2; (f) 0,3; dan (g) 0,4.....	11
Gambar 2.4	Skema celah pita dari $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ .....	12
Gambar 2.5	Spektra DRS dari $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $0 \leq x \leq 0,4$ ).....	13
Gambar 2.6	Prosedur sintesis metode lelehan garam .....	14
Gambar 2.7	Tahapan metode lelehan garam .....	15
Gambar 2.8	Morfologi partikel $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ terdoping Rh yang disintesis dengan (a) metode lelehan garam campuran NaCl-KCl dan (b) metode <i>solid-state</i> .....	17
Gambar 2.9	Morfologi senyawa $\text{CaTiO}_3$ yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada suhu 1.100°C selama 10 jam .....	18
Gambar 2.10	Pola difraksi sinar-X dari serbuk $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ yang disintesis menggunakan garam NaCl pada suhu (a) 750, (b) 800, (c) 850, (d) 900, (e) 950, dan (f) 1.000°C .....	19
Gambar 2.11	Morfologi partikel $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu kalsinasi 850°C selama 2 jam.....	19
Gambar 2.12	Pola difraksi sinar-X $\text{SrTiO}_3$ yang disintesis (a) tanpa menggunakan garam (b) menggunakan garam NaCl-KCl pada suhu 700°C selama 10 jam .....	20
Gambar 4.1	Perubahan warna sampel (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi suhu 900°C, dan (c) setelah penyaringan sampel $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0$ ; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20).....	28
Gambar 4.2	Pola difraksi sinar-X senyawa $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0$ ; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20).....	30
Gambar 4.3	Pergeseran puncak difraksi sinar-X senyawa $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0$ ; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20).....	30
Gambar 4.4	Plot <i>refinement</i> data senyawa $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ (a) $x=0$ dengan metode Le-bail.....	31
Gambar 4.5	Spektra Raman senyawa $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0$ ; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20).....	33
Gambar 4.6	Pergeseran puncak spektra Raman senyawa $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0$ ; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) pada bilangan gelombang 247 $\text{cm}^{-1}$ .....	34
Gambar 4.7	Morfologi partikel $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ $x=(a) 0$ ; (b) 0,05; (c) 0,10; (d) 0,15; dan (e) 0,20 pada perbesaran 20000x .....	35
Gambar 4.8	Spektra DRS hubungan % reflektansi dengan Panjang gelombang senyawa $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,05$ ; 0,10; 0,15; dan 0,20).....	37
Gambar 4.9	Spektra DRS hubungan konstanta Kubelka-Munk dengan Panjang gelombang senyawa $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,05$ ; 0,10; 0,15; dan 0,20) .....	38

Gambar 4.10	Spektra DRS energi celah pita ( <i>band gap</i> ) senyawa $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20)$ .....	39
Gambar L.3.1	Difraktogram Standar $\text{CaTiO}_3$ JCPDS No. 82-0229 .....	53
Gambar L.3.2.2	Difraktogram $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0)$ .....	55
Gambar L.3.3.2	Difraktogram $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,05)$ .....	57
Gambar L.3.4.2	Difraktogram $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,10)$ .....	59
Gambar L.3.5.2	Difraktogram $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,15)$ .....	61
Gambar L.3.6.2	Difraktogram $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,20)$ .....	63
Gambar L.4.1.1	Morfologi $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal $\text{NaCl}$ pada perbesaran (a) 20.000x dan (b) 40.000x.....	68
Gambar L.4.2.1	Morfologi $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,05$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal $\text{NaCl}$ pada perbesaran (a) 20.000x dan (b) 40.000x.....	69
Gambar L.4.3.1	Morfologi $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,10$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal $\text{NaCl}$ pada perbesaran (a) 20.000x dan (b) 40.000x .....	70
Gambar L.4.4.1	Morfologi $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,15$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal $\text{NaCl}$ pada perbesaran (a) 20.000x dan (b) 40.000x .....	71
Gambar L.4.5.1	Morfologi $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,20$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal $\text{NaCl}$ pada perbesaran (a) 20.000x dan (b) 40.000x .....	72
Gambar L.5.1	Spektra DRS energi celah pita senyawa $\text{CaTiO}_3$ .....	73
Gambar L.6.1	Proses penimbangan sampel .....	74
Gambar L.6.2	Penggerusan Sampel .....	74
Gambar L.6.3	Sampel sebelum kalsinasi .....	74
Gambar L.6.4	Sampel setelah kalsinasi .....	74
Gambar L.6.5	Produk hasil sintesis $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0; 0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20)$ .....	75

**DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1	Sintesis BaZrO <sub>3</sub> dengan variasi jenis garam .....	17
Tabel 3.1	Komposisi prekursor senyawa CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( $x=0$ ; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20) .....	23
Tabel 4.1	Parameter kristal CaTi <sub>x-1</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( $x=0$ ; 0,05; 0,10; dan 0,15) .....	32
Tabel 4.2	Analisis modus vibrasi Raman senyawa CaTi <sub>x-1</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( $x=0$ ; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) .....	33
Tabel 4.3	Komposisi unsur-unsur penyusun CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( $x= 0$ ; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) berdasarkan perhitungan secara teori dan hasil EDS .....	36
Tabel L.3.2.3	Puncak-puncak XRD CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( $x=0$ ) .....	55
Tabel L.3.3.3	Puncak-puncak XRD CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( $x=0,05$ ) .....	57
Tabel L.3.4.3	Puncak-puncak XRD CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( $x=0,10$ ) .....	59
Tabel L.3.5.3	Puncak-puncak XRD CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( $x=0,15$ ) .....	61
Tabel L.3.6.3	Puncak-puncak XRD CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( $x=0,20$ ) .....	63

## DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Persamaan Kubelka-Munk.....	26
Persamaan 4.1 Reaksi Pencucian Garam .....	28



## ABSTRAK

**Novianti, Dwi Rahayu. 2020. Sintesis Material CaTiO<sub>3</sub> Terdoping Fe<sup>3+</sup> dengan Metode Lelehan Garam Tunggal NaCl.** Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Pembimbing II: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A.

**Kata kunci:** *CaTiO<sub>3</sub>, dopan Fe, metode lelehan garam, partikel polihedral regular*

Kalsium titanat (CaTiO<sub>3</sub>) adalah salah satu material berstruktur perovskit yang memiliki peluang digunakan sebagai material fotokatalis dengan energi celah pita 3,5 eV (350 nm) sehingga hanya bekerja dalam rentang panjang gelombang cahaya ultraviolet. Salah satu cara untuk memperkecil energi celah pita yaitu dengan cara pendopingan dengan atom logam. Dalam penelitian ini, sintesis senyawa CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> ( $x=0; 0,05; 0,1; 0,15;$  dan  $0,2$ ) menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl pada suhu 900 °C. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi serta dianalisa menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi Raman, SEM-EDS, dan UV-Vis DRS. Difraktogram senyawa CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> ( $x=0; 0,05; 0,1; 0,15;$  dan  $0,2$ ) menunjukkan bahwa sampel berhasil disintesis akan tetapi pada  $x=0,2$  ditemukan pengotor Ca<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Spektra Raman menunjukkan pergeseran posisi puncak modus vibrasi 247 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan adanya perubahan panjang Ti-O sebagai akibat pergantian sebagian Ti<sup>4+</sup> oleh Fe<sup>3+</sup>. Gambar SEM menunjukkan bahwa partikel berbentuk polihedral reguler dan dopan Fe<sup>3+</sup> menyebabkan aglomerasi. Spektra EDS menunjukkan bahwa unsur penyusun senyawa adalah Ca, Ti, Fe, dan O yang merata. Spektra UV-Vis DRS menunjukkan adanya perubahan pola serapan pada panjang gelombang cahaya tampak yang disebabkan oleh adanya dopan Fe<sup>3+</sup>.

## ABSTRACT

**Novianti, Dwi Rahayu. 2020. Synthesis of Fe<sup>3+</sup>-doped CaTiO<sub>3</sub> Material by Molten Single Salt NaCl Method.** Thesis. Chemistry Department, Science and Technology Faculty, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, Supervisor II: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A.

---

**Kata kunci:** *CaTiO<sub>3</sub>, iron dopant, molten salt method, polyhedral regular particle*

Calcium titanate (CaTiO<sub>3</sub>) is a perovskite material which potentially applied as photocatalyst material with the band gap energy of 3.5 eV (350 nm) as result it will work in the range of ultraviolet light wavelength. One of techniques to reduce the band gap energy is doped by metal atoms. In this work, we synthesized CaTi<sub>x-1</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> with  $x=0$ ; 0.05; 0.1; 0.15; and 0.2 using molten single salt NaCl method. Synthesized samples were characterized by X-ray diffraction (XRD) technique, SEM-EDS and UV-Vis diffuse reflectance spectroscopy (DRS). Diffractogram of CaTi<sub>x-1</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> ( $x=0$ ; 0.05; 0.1; 0.15; and 0.2) showed that the samples were successfully synthesized however at  $x=0.2$  the impurities of Ca<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>5</sub> were found. The Raman spectra showed shifting the peak position of the vibration mode 247 cm<sup>-1</sup> which indicates a change in the length of Ti-O as result of the substitution of Ti<sup>4+</sup> by Fe<sup>3+</sup>. SEM image showed that polyhedral regular particles and iron dopant may cause agglomeration. The EDS spectra showed that the constituent elements are the uniform of Ca, Ti, Fe, and O. The UV-Vis DRS spectra showed the changing of visible light absorption due to iron dopant.

## الملخص

**نوفيانتي، دوي راهابو. 2020. توليفات مادة التيتان الكالسيوم  $\text{CaTiO}_3$  المذممة بالحديد  $\text{Fe}^{3+}$  بنهج صهارة الملح المفرد  $\text{NaCl}$ . بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: الدكتور أنطون فراستيا؛ المشرف الثاني: الدكتور الحاج أحمد بارزي.**

**الكلمات الرئيسية:** التيتان الكالسيوم  $\text{CaTiO}_3$ ، مذمم الحديد، منهج صهارة الملح، جسيم السطوح المتعددة العادية

التيتان الكالسيوم ( $\text{CaTiO}_3$ ) هي إحدى المواد البيروفوسفاتية الصالحة لأن تستخدم لمادة الحفاز الضوئي بطاقة فرجة نطاقي 3.5 إلكترون فولط (350 النانومتر) حتى فقط تعمل في مدى طيلة موج الضوء فوق البنفسجية. ومن إحدى الطرق لتقليل الفرجة النطاقية هي بتذميم الذرة الفلزية. ففي هذا البحث، تستوعب توليفات مستحضر  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x = 0, 0.1, 0.2, 0.15, 0.5$ ) نهج صهارة الملح المفرد في حرارة 900 درجة سلسيلوس. تم وصف العينات من نتيجة التوليفات وتحليلها بطريقة التصوير البلوري بالأشعة السينية (XRD)، مطيافية رaman، المهرج الإلكتروني-نظام ديزل الإلكتروني، مطيافية الانعكاسية الناشرة فوق البنفسجية المرئية. مخطط الانحراف لمستحضر ديزل في  $x = 0.2$  توجد ملوث  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ . وتدل مطيافية رaman تحول مكانة قمة نمط الاهتزاز 247 سنتيمتر<sup>-1</sup> التي تدل على التغير الطويل O-Ti-O عقب تبديل بعض  $\text{Ti}^{4+}$  من قبل  $\text{Fe}^{3+}$ . فصورة المهرج الإلكتروني تدل على أن جسيم السطوح المتعددة العادية ومذمم الحديد تؤدي إلى التكتل وأطياف نظام ديزل الإلكتروني تدل على على العناصر التي تبني المستحضرات هي الكالسيوم، التيتانيوم، الحديد، والأكسجين العمومية. فأطياف مطيافية الانعكاسية الناشرة فوق البنفسجية المرئية تدل على تغير نمط التسرب في طيلة موج الضوء المرئي بسبب مذمم الحديد.

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

$\text{CaTiO}_3$  merupakan material perovskit yang berpeluang dimanfaatkan sebagai material fotokatalis berbasis semikonduktor untuk pengolahan limbah. Limbah industri semakin meningkat seiring dengan semakin pesatnya perkembangan industri. Namun, perkembangan ini memiliki dampak negatif bagi masyarakat dan lingkungan. Salah satu dampak yang merugikan adalah banyaknya pencemaran lingkungan, yang disebabkan oleh limbah-limbah industri yang tidak dibuang pada tempatnya dan tidak dapat diolah kembali. Salah satu limbah industri yang sangat merugikan masyarakat dan kesehatan adalah limbah cair senyawa berwarna yang sulit terurai, seperti rodamin B, metil jingga, metilen biru, dan lain sebagainya. Beberapa metode telah dilakukan untuk mendegradasi limbah zat warna tersebut, antara lain yaitu menggunakan metode adsorpsi, biodegradasi, klorinasi, dan fotokatalis (Amelia, 2017 dan Quader, 2010).

Sebagai manusia kita diharuskan untuk tetap menjaga ekosistem dan lingkungan. Memelihara, mempertahankan, meningkatkan kelestarian lingkungan merupakan bagian tugas manusia. Allah melarang manusia untuk berbuat kerusakan seperti yang telah disebutkan dalam firman Allah Q.S surat al-A'raf (7) ayat 56.

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَأَدْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَةَ 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.” (Q.S al-A’raf (7):56)*

Berdasarkan ayat tersebut Allah melarang perbuatan yang membuat kerusakan di muka bumi. Larangan tersebut seperti tidak berbuat maksiat, larang perbuatan yang membahayakan kelestarian lingkungan, dan perbuatan yang menghancurkan sumber-sumber penghidupan. Manusia diperintahkan untuk menyembah Allah dan berdoa kepada-Nya serta berendah diri dan memohon belas kasihan-Nya. Allah menciptakan segala kelengkapan di muka bumi bertujuan agar manusia dapat memanfaatkan dan mengolah dengan sebaik-baiknya (Ibnu Katsir, 2007). Mencegah pencemaran air dan lingkungan oleh limbah-limbah industri, zat kimia, dan zat beracun lainnya merupakan salah satu bentuk pelestarian dan pemeliharaan lingkungan. Oleh karena itu pengolahan limbah zat warna dan polutan organik sangat perlu dilakukan sebagai bentuk pelestarian lingkungan.

Material fotokatalis berbasis semikonduktor telah menarik minat yang besar untuk digunakan dalam pemecahan air, degradasi polutan organik di udara atau air, dan degradasi limbah zat warna dikarenakan murah, tidak beracun dan mampu digunakan secara luas tanpa kehilangan aktivitas fotokatalitik (Gaikward, dkk., 2012), selain itu fotokatalis semikonduktor tidak menghasilkan limbah yang berbahaya dan lebih efektif dalam mendegradasi limbah-limbah senyawa organik maupun anorganik (Naimah, dkk., 2014). Beberapa material semikonduktor yang dilaporkan mempunyai peluang dimanfaatkan sebagai material fotokatalis adalah *titanium oxide* ( $TiO_2$ ), *zinc oxide* ( $ZnO$ ), *zirconium oxide* ( $ZrO_2$ ), *tin oxide* ( $SnO_2$ ),

*iron oxide* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), *cadmium sulfide* ( $\text{CdS}$ ), *zinc sulfide* ( $\text{ZnS}$ ), dan *lead sulfide* ( $\text{PbS}$ ) (Mishra dan Chun, 2015).

Material perovskit adalah salah satu bahan penting yang telah banyak diterapkan dalam industri fotokatalisis dan elektronik. Material berstruktur perovskit yang telah dimanfaatkan sebagai material fotokatalis di antaranya adalah  $\text{SrTiO}_3$ ,  $\text{CaTiO}_3$ ,  $\text{BaTiO}_3$ ,  $\text{NaTaO}_3$ , dan  $\text{AgTaO}_3$  (Kanhene dan Chen, 2014). Material perovskit memiliki rumus kimia  $AB\text{O}_3$  dimana posisi  $A$  dan  $B$  dapat ditempati oleh berbagai kation anorganik sedangkan posisi O ditempati oleh anion oksigen. Kation  $A$  dapat berupa ion logam monovalen, divalen, dan trivalent seperti  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , atau  $\text{La}^{3+}$ ,  $\text{Pr}^{3+}$ ,  $\text{Nd}^{3+}$ . Kation  $B$  adalah ion logam transisi seperti  $\text{Ti}^{4+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ , atau  $\text{Mn}^{4+}$  (Roth, 1957). Material perovskit memiliki kelebihan dikarenakan memiliki struktur yang unik dimana kation  $A$  dan  $B$  dapat disubstitusi dengan kation lain sehingga diharapkan dapat meningkatkan aktivitas fotokalitiknya (Fu, dkk., 2013).

$\text{CaTiO}_3$  berpeluang dimanfaatkan sebagai material fotokatalis yang memiliki energi celah pita sebesar  $\sim 3,5$  eV.  $\text{CaTiO}_3$  memiliki potensi pita konduksi dan pita valensi yang cukup ( $>3$  eV) untuk pemecahan air dan pendegradasi polutan organik dengan laju rekombinasi yang kecil, dibandingkan dengan senyawa perovskit yang lain (Jang, dkk., 2011). Namun energi ini membuat  $\text{CaTiO}_3$  kurang efektif dalam penggunaannya yang memanfaatkan spektrum matahari karena energi celah pita yang cukup besar. Oleh karena itu, dilakukan upaya untuk memperluas kemampuan penyerapan cahaya ke dalam rentang cahaya tampak spektrum matahari. Doping dengan atom logam atau non logam telah banyak dilakukan banyak peneliti untuk menurunkan energi celah dari  $\text{CaTiO}_3$ . Zhang, dkk. (2010)

telah mensintesis  $\text{CaTiO}_3$  terdoping logam Cu dan berhasil memperkecil energi celah pita dengan membentuk tingkat energi baru dalam struktur pita  $\text{CaTiO}_3$  serta meningkatkan aktivitas fotokatalitik  $\text{CaTiO}_3$  di daerah cahaya tampak.

Beberapa peneliti melaporkan bahwa logam besi (Fe) dapat meningkatkan kemampuan fotokatalitik dari  $\text{CaTiO}_3$ . Logam Fe dapat membentuk donor atau tingkat akseptor baru di celah pita yang menyebabkan adanya tingkat energi baru sehingga meningkatkan aktifitas fotokatalitik dari  $\text{CaTiO}_3$ . Logam Fe memiliki potensi untuk dijadikan sebagai dopan senyawa  $\text{CaTiO}_3$  karena  $\text{Fe}^{3+}$  ( $0,645 \text{ \AA}$ ) memiliki ukuran jari-jari kristal ionik yang serupa dengan  $\text{Ti}^{4+}$  ( $0,605 \text{ \AA}$ ) sehingga dopan Fe tidak akan mempengaruhi struktur dari  $\text{CaTiO}_3$  (Shannon, 1976). Jang, dkk. (2011) mensintesis  $\text{CaTiO}_3$  terdoping Fe menggunakan metode *solid-state* pada suhu  $1.100^\circ\text{C}$  selama 5 jam dan melaporkan bahwa doping dengan Fe dapat memperkecil energi celah pita dari  $\text{CaTiO}_3$  dari 3,38 eV menjadi 2,25 eV dan meningkatkan aktivitas fotokatalitik di bawah sinar tampak. Menurut Yang, dkk. (2014) menunjukkan bahwa doping dengan Fe dapat secara signifikan meningkatkan kemampuan penyerapan cahaya  $\text{CaTiO}_3$  di wilayah cahaya tampak. Dari aktivitas fotokatalitik diperoleh hasil bahwa  $\text{CaTiO}_3$  terdoping Fe memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi daripada  $\text{CaTiO}_3$  murni untuk degradasi metilen biru (MB).

Beberapa metode yang banyak digunakan dalam sintesis material perovskit terdoping antara lain, *solid-state reaction* (SSR), hidrotermal, dan sol-gel (Mourao, dkk., 2017; dan Han, dkk., 2017). Metode sintesis basah umumnya menggunakan pelarut dengan titik didih yang rendah, sehingga kondisi ini tidak memungkinkan untuk mensintesis semua senyawa logam. Selain itu proses sintesis yang lebih rumit

menjadikan metode ini tidak cukup efisien. Metode SSR membutuhkan kondisi reaksi pada suhu tinggi dengan waktu sintesis yang cukup lama serta menghasilkan partikel dengan morfologi yang tidak teratur (Liu, dkk., 2013). Metode sederhana dan mudah untuk mesintesis  $\text{CaTiO}_3$  adalah metode lelehan garam (*molten salt*). Metode lelehan garam memiliki kelebihan, antara lain menggunakan lelehan garam yang dapat meningkatkan laju reaksi dan menurunkan suhu reaksi, menghasilkan produk yang relatif murni dengan tingkat homogenitas yang tinggi, garam yang digunakan sebagai pelarut mudah didapatkan, stabil, dan murah, garam dapat mudah dihilangkan dengan penambahan air, dan metode yang ramah lingkungan. Selain itu penggunaan garam dapat mengontrol ukuran partikel, bentuk partikel (morfologi partikel), dan mengontrol status aglomerasi (Kimura, 2011). Selain itu pada metode lelehan garam menggunakan suhu yang lebih rendah dibandingkan dengan metode *solid-state* sehingga fenomena perubahan bilangan valensi pada kation bisa diminimalisir.

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mensintesis material perovskit sebagai fotokatalis semikonduktor menggunakan metode lelehan garam. Bercmans, dkk. (2017) telah mensintesis material  $\text{CaTiO}_3$  menggunakan metode lelehan garam dari campuran garam  $\text{NaCl-KCl}$  pada suhu  $850^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Penggunaan garam  $\text{NaCl-KCl}$  menghasilkan kristal yang murni dengan kristalinitas yang tinggi dengan ukuran kristal sebesar 50 nm. Chen dan Zhang (2010) telah mensintesis material  $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$  menggunakan (a) metode lelehan garam campuran  $\text{NaCl-KCl}$  dengan suhu kalsinasi  $750\text{-}1000^\circ\text{C}$ , dan (b)  $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$  dengan suhu kalsinasi  $850\text{-}1000^\circ\text{C}$  dengan rasio molar 1:1. Didapatkan senyawa murni tanpa pengotor dengan morfologi polihedral reguler dengan ukuran partikel rata-rata sekitar 2 mm.

Garam tunggal NaCl banyak digunakan dalam metode lelehan garam karena mempunyai titik leleh yang relatif rendah yaitu sebesar 801°C. Mao (2005) telah mensintesis  $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$  menggunakan garam tunggal NaCl dengan suhu kalsinasi 820°C dan diperoleh kristal nanopartikel dengan ukuran 100 nm. Zheng dan Zhang (2007) juga telah mensintesis NiO menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl dengan suhu kalsinasi 1000°C dan diperoleh morfologi partikel adalah pelat heksagonal dengan ukuran partikel 50-80 nm. Selain itu, Zhou, dkk. (2018) mensintesis  $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_{3-x}\text{SrTiO}_3$  menggunakan garam tunggal NaCl dan diperoleh partikel dengan bentuk *whisker*. Disamping itu, kelimpahan yang cukup besar dan murah memberikan nilai positif bagi penggunaan garam ini dalam metode sintesis lelehan garam.

Berdasarkan uraian di atas, maka tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui struktur, morfologi, modus vibrasi, dan energi celah pita dari  $\text{CaTiO}_3$  yang didoping dengan besi (Fe) menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl. Hasil sintesis akan dikarakterisasi dan dianalisa menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk identifikasi struktur, spektroskopi Raman untuk identifikasi modus vibrasi, *scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray spectroscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsur senyawa, serta UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS) untuk mengetahui nilai energi celah pita.

## 1.2 Rumusan Masalah

Bagaimanakah struktur, modus vibrasi raman, morfologi, komposisi unsur penyusun senyawa, dan nilai energi celah pita dari senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0$ ;

0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal NaCl?

### **1.3 Tujuan**

Mengetahui struktur, modus vibrasi raman, morfologi, komposisi unsur penyusun senyawa, dan nilai energi celah pita dari senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0$ ;  $0,05$ ;  $0,10$ ;  $0,15$ ; dan  $0,20$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal NaCl.

### **1.4 Batasan Masalah**

1. Rasio mol  $\text{CaTiO}_3/\text{NaCl}$  yang digunakan dalam proses sintesis adalah 1:7.
2. Suhu sintering yang digunakan adalah  $900^\circ\text{C}$ .

### **1.5 Manfaat**

Memberikan gambaran pengaruh dopan besi (Fe) pada kalsium titanat ( $\text{CaTiO}_3$ ) dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada evolusi struktur, morfologi, komposisi unsur penyusun senyawa, energi celah pita, dan perubahan lokal struktur dari  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  hasil sintesis.

## BAB II

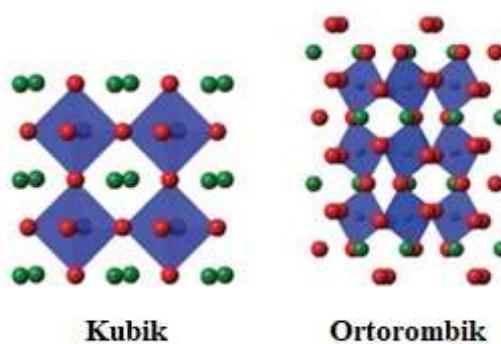
### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Senyawa Kalsium Titanat

Kalsium titanat ( $\text{CaTiO}_3$ ) merupakan salah satu material yang termasuk golongan mineral perovskit. Mineral perovskit memiliki rumus kimia umum  $AB\text{O}_3$ , dimana  $A$  dan  $B$  merupakan kation. Biasanya kation  $A$  memiliki ukuran jari-jari atom sekitar 1,2-1,6 Å (mirip dengan ion oksigen) sedangkan kation  $B$  memiliki ukuran jari-jari atom sekitar 0,6-0,8 Å. Kation  $\text{Ca}^{2+}$  dalam material  $\text{CaTiO}_3$  memiliki ukuran jari-jari atom sebesar 1,35 Å dan kation  $\text{Ti}^{4+}$  berukuran 0,605 Å. Kalsium titanat pada suhu 20°C memiliki struktur tetragonal pada fasa paraelektrik (Kasap, 2006).

Kalsium titanat memiliki struktur ortorombik pada suhu ruang dengan parameter kisi  $a=5,381$  Å,  $b=7,645$  Å, dan  $c=5,443$  Å (Roth, 1957). Menurut Yashima dan Ali (2009), kalsium titanat memiliki *space group* yaitu *Pbnm* pada struktur kristal ortorombik, *I4/mcm* pada struktur kristal Tetragonal, dan *Pm3m* pada struktur kristal kubus. Kalsium titanat memiliki konstanta dielektrik ( $\epsilon_r$ ) sebesar 160 dan suhu sintering sebesar 1400°C (Sebastian, 2010). Struktur senyawa  $\text{CaTiO}_3$  secara umum ditampilkan pada Gambar 2.1 (Zhang, dkk., 2016).

Kalsium titanat telah banyak dikaji mengenai karakteristik sifat fisik dan kimianya oleh beberapa peneliti. Kalsium titanat terkenal karena sifat dielektrik, luminesen dan semikonduktor yang tinggi (Gaikwad, dkk., 2012). Selain itu kalsium titanat telah banyak dikaji memiliki kemampuan fotokatalitik yang tinggi (Zhang, dkk., 2010 dan Yang, dkk., 2014).



Gambar 2.1 Struktur kristal  $\text{CaTiO}_3$  (Zhang, dkk., 2016).

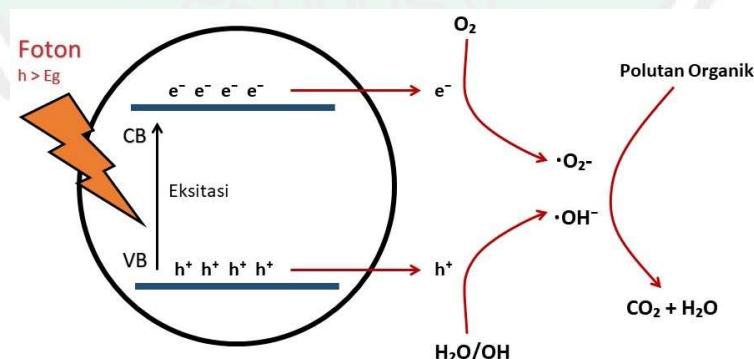
Sifat fotokatalitik yang tinggi membuat kalsium titanat banyak dimanfaatkan sebagai katalis limbah organik seperti limbah zat warna ataupun untuk mendegradasi polutan udara dan air (Yang, dkk., 2014). Kalsium titanat sering digunakan sebagai bahan keramik elektronik, sebagai bahan ferolisktrik dan bahan dielektrik untuk kapasitor. Disamping itu, kalsium titanat juga berfungsi sebagai katalis pada proses fotokatalisis, fotovoltaik, fotoluminesens, dan sebagainya (Chen, dkk., 2003).

## 2.2 $\text{CaTiO}_3$ sebagai Material Fotokatalis

Kalsium titanat ( $\text{CaTiO}_3$ ) dapat dimanfaatkan sebagai material fotokatalis untuk degradasi zat warna seperti metilen biru, metil jingga, dan sebagainya.  $\text{CaTiO}_3$  banyak digunakan sebagai material fotokatalis karena biaya rendah, kemudahan sintesis bahan, dan stabilitas kimia yang tinggi terhadap asam (Mizoguchi, dkk., 2002).  $\text{CaTiO}_3$  memiliki potensi pita konduksi dan pita valensi yang cukup untuk pemecahan air dan pendegradasi polutan organik. Pita konduksi berasal dari orbital  $3d$  Ti sedangkan pita valensi berasal dari orbital  $4s$  Ca dan  $2p$  O, posisi pita konduksi dan pita valensi ini menyebabkan  $\text{CaTiO}_3$  memiliki energi celah yang cukup untuk proses pemecahan air dan pendegradasi polutan organik.

(Jang, dkk., 2011).  $\text{CaTiO}_3$  adalah katalis semikonduktor dimana material semikonduktor memiliki elektron-*hole* sebagai sisi aktif yang berperan dalam proses fotokatalitik. Elektron-*hole* terbentuk jika elektron dari pita valensi tereksitasi menuju pita konduksi. Telah diketahui bahwa ketika semikonduktor menyerap foton dengan energi yang sama atau lebih tinggi dari energi celah pita, elektron ( $e^-$ ) akan tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi dan meninggalkan lubang positif atau *hole* ( $h^+$ ) pada pita valensi. Pasangan elektron-*hole* fotoeksitasi dapat digunakan untuk degradasi polutan organik. *Hole* ( $h^+$ ) dapat bereaksi dengan air ( $\text{H}_2\text{O}$ ) atau gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) yang diserap di permukaan untuk menghasilkan radikal hidroksil ( $\text{OH}^\cdot$ ), dan elektron dapat bereaksi dengan oksigen ( $\text{O}_2$ ) untuk membentuk radikal anion superoksida ( $\text{O}_2^\cdot-$ ). Radikal aktif ini adalah oksidator dan reduktor yang akan menyerang berbagai polutan organik dan limbah zat warna sehingga menghasilkan  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ . Efisiensi fotokatalitik sangat tergantung pada laju rekombinasi elektron-*hole* dan pemanfaatan energi matahari. Secara umum dianggap bahwa rekombinasi elektron adalah salah satu faktor yang paling merugikan pada aktivitas fotokatalitik (Huang, dkk., 2016).

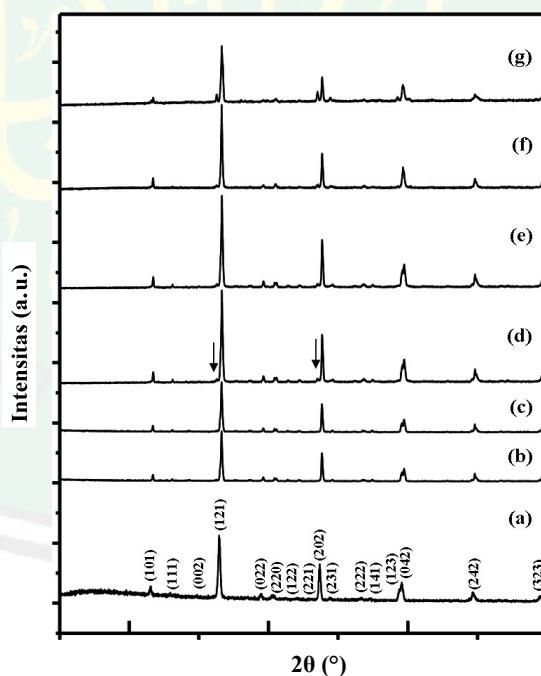
Mekanisme fotokatalitik ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Mekanisme fotokatalitik (Huang, dkk., 2016).

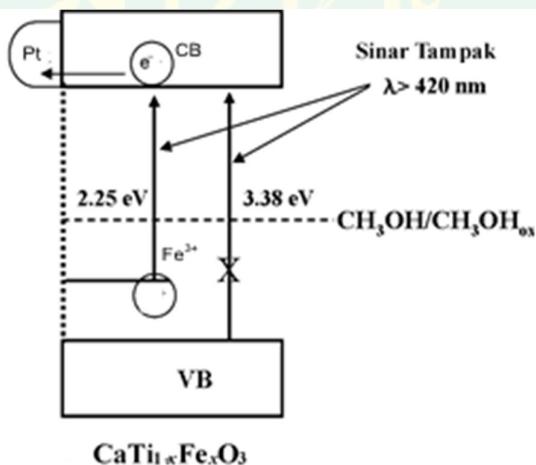
### 2.3 Pengaruh Doping Fe<sup>3+</sup> terhadap Senyawa Kalsium Titanat

Kalsium titanat umumnya memiliki nilai energi celah sebesar ~3,5 eV (Huang, dkk., 2016). Besarnya nilai energi celah tersebut menyebabkan CaTiO<sub>3</sub> kurang efektif dalam pemanfaatannya sebagai fotokatalis. Salah satu upaya yang dilakukan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dan menurunkan energi celah pita dari CaTiO<sub>3</sub> adalah dengan cara pendopingan dengan logam. Pendopingan dengan logam dapat membentuk donor atau tingkat akseptor baru di celah pita yang menyebabkan adanya tingkat energi baru sehingga meningkatkan aktifitas fotokatalitik. Biasanya logam yang dapat digunakan sebagai dopan memiliki ukuran dan muatan yang relatif sama sehingga dapat dengan mudah terdoping ke dalam senyawa tanpa mengubah struktur senyawa tersebut (Zhang, dkk., 2010).



Gambar 2.3 Pola difraksi sinar-X CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> dengan variasi (a)  $x=0$ ; (b) 0,05; (c) 0,1; (d) 0,15; (e) 0,2; (f) 0,3; dan (g) 0,4 (Jang, dkk., 2011).

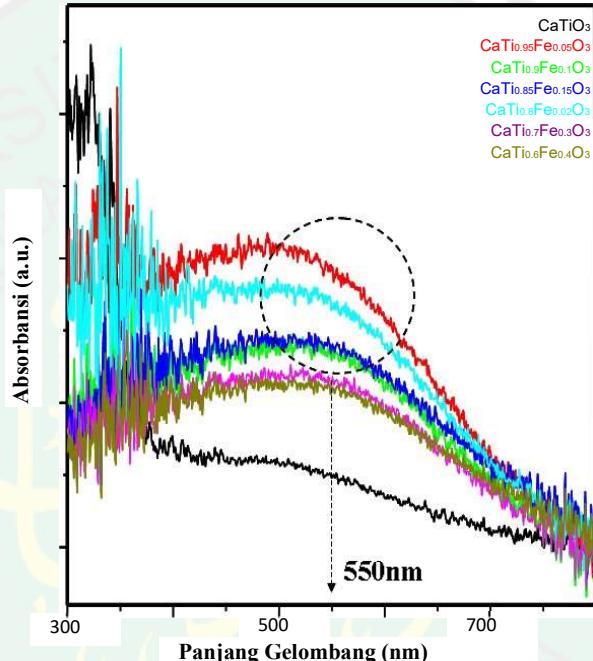
Logam Fe memiliki potensi untuk dijadikan sebagai dopan senyawa  $\text{CaTiO}_3$ . Jika reaksi substitusi terjadi maka  $\text{Fe}^{3+}$  akan menggantikan  $\text{Ti}^{4+}$  dalam  $\text{CaTiO}_3$  karena  $\text{Fe}^{3+}$  memiliki ukuran jari-jari kristal ionik yang serupa yaitu 0,645 Å dengan  $\text{Ti}^{4+}$  yaitu 0,605 Å, sedangkan ukuran jari-jari kristal ionik  $\text{Ca}^{2+}$  lebih besar yaitu 0,99 Å (Shannon, 1976). Jang, dkk. (2011) mensintesis  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  dengan variasi ( $0 \leq x \leq 0,4$ ) menggunakan metode *solid-state* pada suhu sintering 1.100°C selama 2 jam. Berdasarkan hasil pola difraksi sinar-X pada Gambar 2.3 diketahui bahwa struktur fase produk adalah ortorombik dengan parameter kisi  $a = 5,37$ ,  $b = 7,64$ , dan  $c = 5,44$  Å dan ditemukan fasa pengotor pada sampel dengan konsentrasi besi yang tinggi ( $x=0,15-0,4$ ). Hal ini menunjukkan bahwa terdapat batas maksimum konsentrasi dopan Fe yang dapat menggantikan Ti dari struktur kristal  $\text{CaTiO}_3$  tanpa merubah struktur aslinya.



Gambar 2.4 Skema celah pita dari  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  (Jang, dkk., 2011).

Jang, dkk. (2011) melaporkan bahwa doping dengan Fe dapat memperkecil energi celah pita dari  $\text{CaTiO}_3$  dari 3,38 eV menjadi 2,25 eV, skema penurunan energi celah pita ditunjukkan pada Gambar 2.4. Gambar 2.5 menunjukkan spektrum

reflektansi difusi UV dari sampel  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $0 \leq x \leq 0,4$ ). Sampel  $\text{CaTiO}_3$  yang tidak didoping menunjukkan puncak spektrum muncul di daerah 388 nm, namun spektrum absorpsi sampel  $\text{CaTiO}_3$  terdoping Fe menunjukkan penyerapan baru di wilayah cahaya tampak yaitu 550 nm. Penyerapan cahaya meningkat seiring menurunnya konsentrasi logam Fe yang didoping.



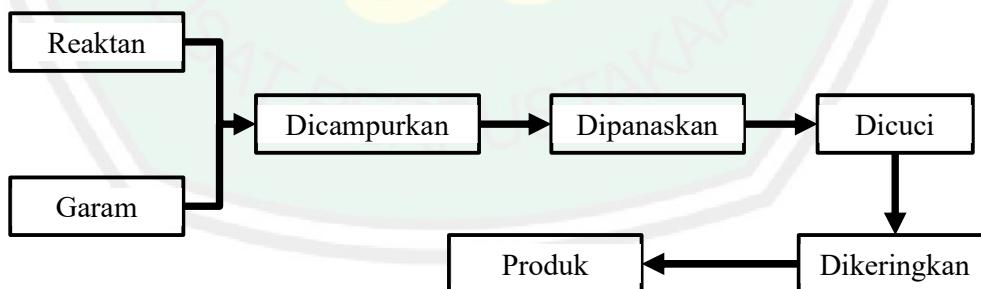
Gambar 2.5 Spektra DRS dari  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $0 \leq x \leq 0,4$ ) (Jang, dkk., 2011).

$\text{CaTiO}_3$  memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi dibawah sinar UV. 25,9% dari MB berhasil terdegradasi dibawah sinar UV tanpa menggunakan  $\text{CaTiO}_3$  selama 60 menit, sedangkan hampir 96,6% MB dapat terdegradasi menggunakan  $\text{CaTiO}_3$  selama 60 menit (Han, dkk., 2017). Pendopingan dengan Fe dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari  $\text{CaTiO}_3$  dibawah sinar UV maupun sinar tampak. Doping Fe meningkatkan aktivitas fotokatalitik untuk mendegradasi senyawa zat warna seperti MB. Kurang dari 50% MB terdegradasi oleh  $\text{CaTiO}_3$

murni sementara hampir 100% MB terdegradasi oleh CaTiO<sub>3</sub> terdoping Fe selama 180 menit. (Yang, dkk., 2014).

#### 2.4 Sintesis Metode Lelehan Garam

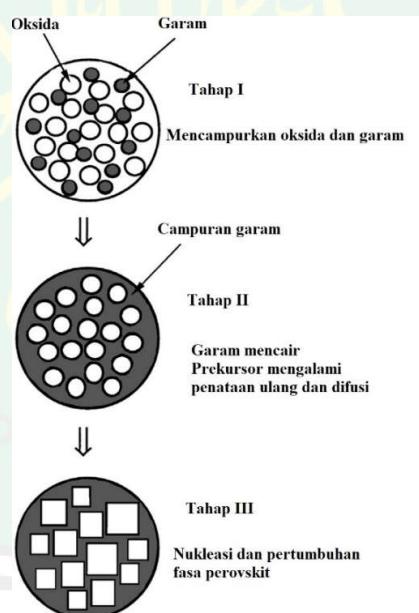
Metode lelehan garam merupakan salah satu metode sederhana untuk mensintesis oksida kompleks dengan komposisi yang diinginkan dengan garam titik leleh rendah. Dengan cara ini garam-garam biasanya digunakan sebagai pelarut atau spesies reaksi untuk reaksi kimia, karena tingkat difusi komponen dalam garam-garam jauh lebih tinggi (Zheng, dkk., 2007). Metode lelehan garam adalah metode yang sederhana, serbaguna, dan ramah lingkungan, yang telah banyak digunakan untuk mensintesis oksida anorganik nanometer murni dan tinggi dengan komposisi dan morfologi yang dapat dikontrol (Xue, dkk., 2018). Contoh-contoh khas dari garam yang digunakan dalam sintesis garam cair adalah klorida dan sulfat. Beberapa garam yang sering digunakan pada metode lelehan garam antara lain NaCl, KCl, NaOH, KOH, NaNO<sub>3</sub>, KNO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, dan Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Kimura, 2011).



Gambar 2.6 Prosedur sintesis metode lelehan garam.

Prosedur sintesis dengan metode lelehan garam digambarkan dalam Gambar 2.6. Sintesis dengan metode lelehan garam terdiri dari 3 tahap yang

ditunjukkan pada Gambar 2.7. Tahap pertama yaitu oksidan reaktan atau prekursor lain yang sesuai dengan senyawa yang diinginkan dicampur dengan garam yang, dimana perbandingan rasio garam lebih besar daripada prekursor sampel. Tahap kedua yaitu campuran dipanaskan pada suhu di atas titik leleh dari medium garam untuk membentuk suatu *molten flux*. Pada suhu ini, molekul prekursor membubarkan, berdisosiasi, mengatur ulang, dan kemudian menyebar dengan cepat ke seluruh garam. Pada tahap ketiga, campuran didinginkan dan partikel produk mulai terbentuk dan tumbuh melalui proses pengendapan. Kemudian produk dicuci menggunakan air hangat yang bertujuan untuk memisahkan garam dan prekursor, kemudian dikeringkan dalam oven untuk mendapatkan produk akhir yang kering (Xue, dkk., 2018).



Gambar 2.7 Tahapan metode lelehan garam (Xue, dkk., 2018).

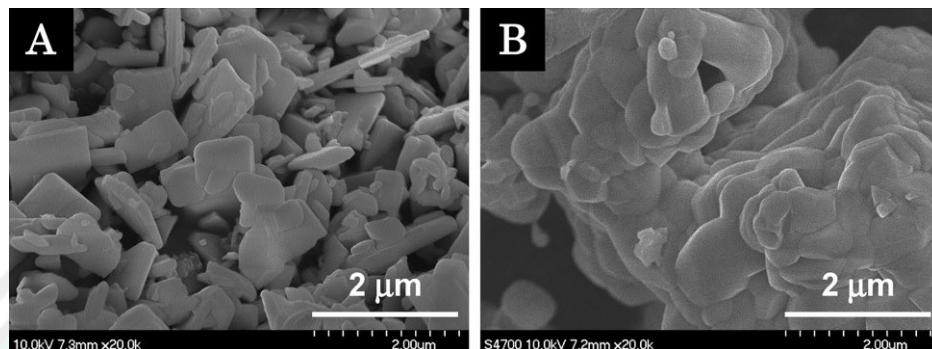
Umumnya dalam proses metode lelehan garam, dua mekanisme reaksi mendasar terlibat selama pembentukan produk akhir. Mekanisme pertama adalah

semua oksida reaktan dilarutkan sepenuhnya dalam garam cair dan mereka berdifusi untuk bereaksi dalam waktu singkat. Mekanisme kedua adalah bahwa beberapa reaktan lebih banyak terlarut dalam garam cair daripada komponen lain, sehingga mereka sulit ke permukaan komponen lain dan bereaksi dengan mereka, membentuk produk akhir dengan morfologi yang sama sebagai reaktan larut (Xue, dkk., 2018).

Peran garam cair adalah (1) untuk meningkatkan laju reaksi dan menurunkan suhu reaksi; (2) untuk meningkatkan tingkat homogenitas (distribusi elemen penyusun dalam larutan padat); (3) untuk mengontrol ukuran partikel; (4) untuk mengontrol bentuk partikel (morfologi partikel); dan (5) untuk mengontrol status aglomerasi (Kimura, 2011). Metode lelehan garam membutuhkan waktu yang lebih relatif singkat untuk memperoleh kristal kemurnian tinggi dengan suhu reaksi yang lebih rendah dibandingkan metode *solid-state* karena mobilitas ion dalam garam cair ( $10^{-5}$ - $10^{-8}$  cm<sup>2</sup>/s)  $10^{10}$  kali lebih tinggi daripada dalam padatan ( $\sim 10^{-18}$  cm<sup>2</sup>/s) sehingga mempercepat proses difusi prekursor. Selain itu penggunaan suhu yang lebih rendah dapat menimbulkan perubahan bilangan valensi pada kation (He, dkk., 2014).

Penelitian yang dilakukan Wang, dkk. (2013) menunjukkan bahwa senyawa La<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub> terdoping Rh yang disintesis menggunakan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl pada suhu 1.000 °C selama 12 jam menunjukkan morfologi partikel *plate-like* dengan beberapa aglomerasi dan ukuran partikel sebesar 127 nm dengan kristalinitas yang tinggi. Morfologi partikel seperti pelat dan berlapis diperoleh karena garam klorida dapat menstabilkan permukaan kristalografi tertentu dalam pembuatan oksida pipih. Sebaliknya, senyawa La<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub> terdoping

Rh yang disintesis menggunakan metode *solid-state* pada suhu sintering 1.150°C selama 10 jam menghasilkan morfologi partikel yang tidak jelas dan ukuran partikel yang lebih kecil sebesar 100 nm seperti ditampilkan pada Gambar 2.8.



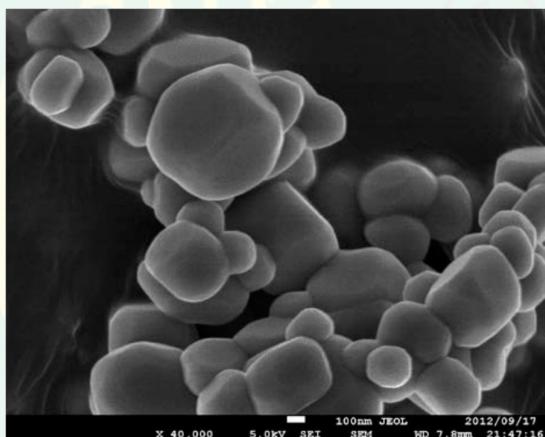
Gambar 2.8 Morfologi partikel  $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  terdoping Rh yang disintesis dengan (a) metode lelehan garam campuran NaCl-KCl dan (b) metode *solid-state*.

Tabel 2.1 Sintesis  $\text{BaZrO}_3$  dengan variasi jenis garam (Zhou, dkk., 2007).

Jenis Garam	Hasil Produk
Tanpa garam	$\text{BaZrO}_3$ (69%; agregat)
NaOH-KOH	$\text{BaZrO}_3$ (100%; ~320 nm; sphere)
NaCl-KCl	$\text{BaZrO}_3$ (93,6%; ~200 nm; kubus)
NaCl	$\text{BaZrO}_3$ (93,3%; ~200 nm; kubus)
NaNO <sub>3</sub>	Tidak terbentuk $\text{BaZrO}_3$ dengan pengotor
NaNO <sub>3</sub> -NaCl	Tidak terbentuk $\text{BaZrO}_3$ dengan pengotor

Beberapa syarat garam yang dapat digunakan yaitu mudah didapat atau tersedia, murah, stabil, mudah larut dalam air, serta memiliki titik leleh yang rendah. Persyaratan lain yaitu memiliki tekanan uap rendah pada suhu pemanasan dan tidak menyebabkan reaksi yang tidak diinginkan dengan reaktan atau produk. (Rahaman, 2003). Garam NaCl banyak digunakan dalam metode lelehan garam karena kelimpahannya yang cukup besar dan murah serta memiliki titik leleh yang rendah yaitu 801°C. Zhou, dkk. (2007) mensintesis perovskite  $\text{BaZrO}_3$  menggunakan variasi garam seperti yang ditampilkan pada Tabel 2.1. Diketahui sintesis

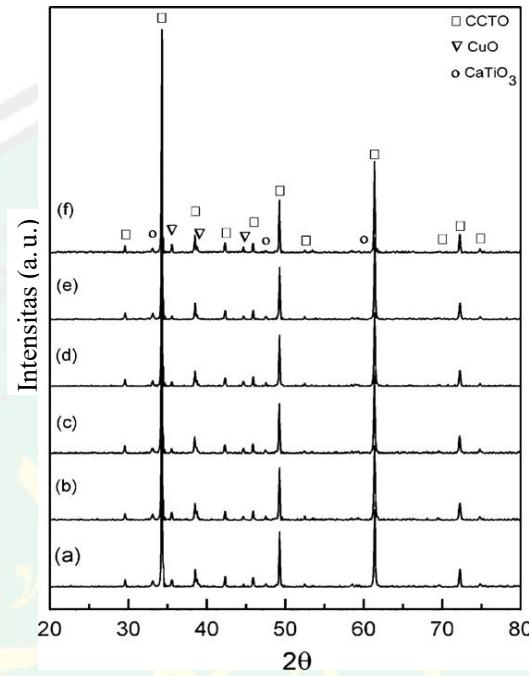
menggunakan garam tunggal NaCl menghasilkan kemurnian 93,3% dengan ukuran partikel rata-rata ~200 nm sedangkan sintesis tanpa garam menghasilkan kemurnian 69% dengan agregat. Garam basa NaOH-KOH menghasilkan kemurnian 100% dengan ukuran partikel yang lebih besar ~320 nm, namun garam basa bersifat korosif sehingga tidak efisien untuk keselamatan kerja. Yoshida, dkk. (2015) mensintesis CaTiO<sub>3</sub> dengan metode lelehan garam menggunakan garam NaCl pada suhu 1.100°C selama 10 jam. Didapatkan senyawa CaTiO<sub>3</sub> murni dengan kristalinitas yang tinggi. Morfologi partikel yang terbentuk yaitu polihedral reguler dengan diameter 1-7 µm seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9.



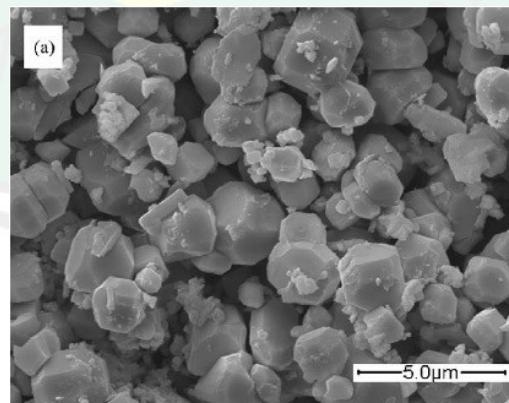
Gambar 2.9 Morfologi senyawa CaTiO<sub>3</sub> yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada suhu 1.100°C selama 10 jam (Yoshida, dkk., 2015).

Metode lelehan garam untuk mensintesis material perovskit telah banyak dilakukan oleh beberapa peneliti. Chen dan Zhang (2010) mensintesis material CaCu<sub>3</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>12</sub> menggunakan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl dengan variasi suhu kalsinasi 750-1.000°C. Berdasarkan pola difraksi sinar-X pada Gambar 2.10 diperoleh hasil bahwa terbentuk fase CaCu<sub>3</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>12</sub> yang konstan pada suhu 750-1.000°C, namun puncak pengotor CaTiO<sub>3</sub> dan CuO masih terbentuk. Hasil ini

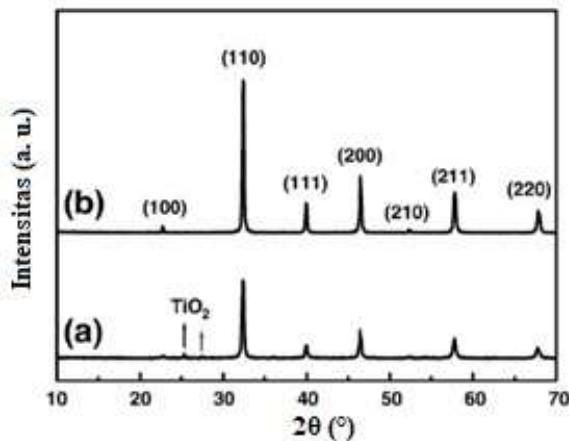
didukung oleh pengamatan SEM didapatkan senyawa murni tanpa pengotor dengan morfologi polihedral reguler dengan ukuran partikel rata-rata sekitar 2 mm seperti pada Gambar 2.11.



Gambar 2.10 Pola difraksi sinar-X dari serbuk  $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$  yang disintesis menggunakan garam  $\text{NaCl}$  pada suhu (a) 750, (b) 800, (c) 850, (d) 900, (e) 950, dan (f) 1.000°C (Chen dan Zhang, 2010).



Gambar 2.11 Morfologi partikel  $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$  yang disintesis pada suhu kalsinasi 850°C selama 2 jam (Chen dan Zhang, 2010).



Gambar 2.12 Pola difraksi sinar-X SrTiO<sub>3</sub> yang disintesis (a) tanpa menggunakan garam (b) menggunakan garam NaCl-KCl pada suhu 700°C selama 10 jam (Li, dkk., 2010).

Li, dkk. (2010) mensintesis SrTiO<sub>3</sub> menggunakan metode lelehan garam NaCl-KCl pada suhu kalsinasi 700°C selama 10 jam. Gambar 2.12 menunjukkan bahwa sintesis tanpa menggunakan garam menyebabkan masih terbentuknya fase pengotor, sedangkan sintesis menggunakan garam NaCl-KCl terbentuk produk murni SrTiO<sub>3</sub> dan tidak teridentifikasi adanya fase pengotor sehingga penggunaan garam membantu pembentukan produk SrTiO<sub>3</sub> murni menggunakan suhu yang relatif rendah.

Allah menciptakan segala sesuatu tidak tanpa tujuan dan alasan yang jelas. Allah telah menjelaskan peciptaan garam sebagai bukti kekuasaan dan Keesaan-Nya dan bukti hanya Allah sebagai pencipta segala sesuatu yang ada di alam semesta ini dalam firman Allah Al-Qur'an surat al-Furqan (25) ayat 53.

وَهُوَ الَّذِي مَرَجَ الْبَحْرَيْنِ هَذَا عَدْبٌ فُرَاتٌ وَهَذَا مِلْحٌ أَجَاجٌ وَجَعَلَ بَيْنَهُمَا بَرْزَخًا وَحِجْرًا مَحْجُورًا



*Artinya:*

*“Dan Dialah yang membiarkan dua laut yang mengalir (berdampingan): yang ii tawar lagi segar dan yang lain asin lagi pahit; dan Dia jadikan antara keduanya dinding dan batas yang menghalangi” (Q.S al-Furqan (25): 53).*

Munawwir (1984) menyebutkan makna ملح *milhun* berarti garam, jika digunakan untuk menyifati air maka berarti asin atau air laut yang terasa asin. Surat al-Furqan ayat 53 diatas menjelaskan tentang air laut yang asin dan air yang tawar terdapat sebuah pembatas dan pemisah yang tidak bisa ditembus. Dengan demikian air suatu laut tidak akan mencampuri air laut yang lain karena masing-masing akan menjaga kepadatan air, kadar garam, dan partikel-partikel penyusun yang terdapat dalam kandungan airnya (Thayyarah, 2013). Firman Allah dalam surat an-Nahl (16) ayat 14 menjelaskan manfaat laut sebagai sumber berbagai macam kebutuhan.

وَهُوَ الَّذِي سَخَّرَ الْبَحْرَ لِتَأْكُلُوا مِنْهُ لَحْمًا طَرِيقًا وَتَسْتَخْرِجُوا مِنْهُ حِلْيَةً تَلْبَسُونَهَا ۚ وَتَرَى الْفُلْكَ  
مَوَاطِيرَ فِيهِ وَلِتَبْتَغُوا مِنْ فَضْلِهِ ۖ وَلَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ ﴿١٤﴾

*Artinya:*

*“Dan Dialah, Allah yang menundukkan lautan (untukmu), agar kamu dapat memakan daripadanya daging yang segar (ikan), dan kamu mengeluarkan dari lautan itu perhiasan yang kamu pakai; dan kamu melihat bahtera berlayar padanya, dan supaya kamu mencari (keuntungan) dari karunia-Nya, dan supaya kamu bersyukur” (Q.S an-Nahl (16): 14).*

Ayat diatas menjelaskan bahwa Allah menciptakan laut dengan beberapa manfaat dengan tujuan agar manusia dapat memanfaatkannya dengan sebaik mungkin dan kembali mengingat kekuasaan Allah. Begitupun garam yang digunakan untuk mensintesis material CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$ ) merupakan salah satu bagian dari lautan yang dapat kita manfaatkan.

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Mei-November 2019 yang bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan antara lain seperangkat alat gelas, tanur, neraca analitik, *hotplate*, *mortar agate*, seperangkat instrumen XRD, seperangkat instrumen spektroskopi Raman, seperangkat instrumen SEM-EDS, dan seperangkat instrumen DRS.

##### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan antara lain CaCO<sub>3</sub> (Aldrich, 99,9% serbuk), TiO<sub>2</sub> (Aldrich, 99,9% serbuk), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Aldrich, 99,9% serbuk), NaCl (Aldrich, 99,5% serbuk), aseton, dan akuades.

#### 3.3 Rancangan Penelitian

##### 1. Tahap preparasi bahan

Proses ini mencakup pengadaan bahan dan alat, perhitungan jumlah bahan, penghalusan material awal, proses homogenasi, dan proses pemanasan awal.

##### 2. Tahapan sintesis kalsium titanat terdoping Fe<sup>3+</sup> dengan metode lelehan garam

Proses ini mencakup sintesis dengan metode lelehan garam pada suhu 900°C dengan garam campuran NaCl, kemudian dilanjutkan dengan pendinginan sampai suhu ruang, dan penghilangan garam dengan air panas.

### 3. Tahapan proses karakterisasi

Proses ini mencakup karakterisasi dan analisa produk sintesis menggunakan instrumen difraksi sinar-X untuk mengetahui struktur yang terbentuk, karakterisasi perubahan lokal struktur dan identifikasi modus vibrasi dengan spektroskopi Raman, analisa morfologi dan komposisi produk sintesis dengan SEM-EDS, dan mengetahui lebar celah pita produk sintesis menggunakan DRS.

Tabel 3.1 Komposisi prekursor senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$ ).

Target Senyawa	Massa Target (gram)	Massa pereaksi (gram)			
		$\text{CaCO}_3$	$\text{TiO}_2$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	NaCl
$\text{CaTiO}_3$	2,5	1,8407	1,4694	-	7,5101
$\text{CaTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3$	2,5	1,8353	1,3918	0,0732	7,4897
$\text{CaTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3$	2,5	1,8299	1,3147	0,1460	7,4652
$\text{CaTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3$	2,5	1,8246	1,2381	0,2183	7,4448
$\text{CaTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3$	2,5	1,8193	1,1618	0,2903	7,4243

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Preparasi Bahan

Dalam penelitian  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$ ) disintesis sebanyak 2,5 gram. Banyaknya prekursor  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ , dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang digunakan disesuaikan dengan perhitungan stoikiometri yang dirangkum pada Tabel 3.1. Campuran prekursor dihomogenkan dengan cara digerus menggunakan *mortar agate* selama 1 jam dan ditambahkan dengan aseton tetes per tetes secukupnya untuk menghomogenkan sampel. Sampel kemudian dipanaskan pada suhu 700°C selama 6 jam, kemudian sampel didinginkan pada suhu ruang. Diulangi perlakuan di atas untuk sampel yang lain (Zhao, dkk., 2014).

### 3.4.2 Sintesis Kalsium Titanat dengan Metode Lelehan Garam

Masing-masing campuran sampel hasil dari preparasi bahan dicampurkan dengan garam NaCl dengan perbandingan mol 1:7 (stoikiometri perhitungan ditampilkan pada Tabel 3.1). Campuran tersebut dihomogenkan dengan digerus dalam *mortar agate* selama 1 jam dan ditambahkan aseton tetes per tetes secukupnya. Kemudian campuran dipanaskan pada suhu 900°C selama 8 jam. Hasil produk dikeluarkan dari tanur dan diletakkan di atas kertas saring, kemudian disaring menggunakan corong *Buchner*. Sampel dicuci beberapa kali menggunakan air suling panas untuk melarutkan garam alkali. Untuk mengidentifikasi garam NaCl maka diuji dengan menggunakan larutan AgNO<sub>3</sub>. Kemudian produk dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C sampai kering. Diulangi perlakuan di atas untuk sampel yang lain (Zhao, dkk., 2014; Zulhadjri, dkk., 2011).

### 3.4.3 Karakterisasi CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> dengan XRD

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dan mengidentifikasi fasa produk sintesis. Pengukuran dilakukan pada suhu kamar menggunakan XRD dengan radiasi Cu *Kα* pada 40 kV dan 300 mA pada rentang  $2\theta = 20\text{--}80^\circ$  (Yang, dkk., 2014).

### 3.4.4 Karakterisasi CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> dengan Spektroskopi Raman

Karakterisasi menggunakan spektroskopi raman bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi khas produk sintesis. Karakterisasi menggunakan sumber sinar dengan panjang gelombang 532 nm. Perubahan struktur diamati dari perubahan modus vibrasi Raman produk sintesis (Zheng, dkk., 2003).

### **3.4.5 Karakterisasi $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan SEM-EDS**

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi dan komposisi unsur-unsur yang terkandung dalam produk sintesis. Produk hasil sintesis dianalisa menggunakan Instrumen SEM-EDS (Yang, dkk., 2014).

### **3.4.6 Karakterisasi $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan UV-Vis DRS**

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui intensitas cahaya yang diserap baik UV maupun sinar tampak, dan besarnya energi celah pita (*band gap energy*). Sampel digerus hingga berbentuk serbuk halus kemudian ditempatkan pada *sample holder*. Sampel diukur menggunakan DRS pada panjang gelombang 200-900 nm.

## **3.5 Analisis Data**

### **3.5.1 Analisis Data XRD**

Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan XRD adalah pola difraksi sinar-*X* yang selanjutnya akan dibandingkan dengan standar  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  yang terdapat pada database *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS). Dari data XRD yang didapat selanjutnya dilakukan analisa (*refinement*) dengan perangkat lunak *Rietica* menggunakan metode *Le-Bail* yang bertujuan untuk mengidentifikasi data kristalografi. Selain itu dari data difraksi sinar-*X* juga dapat menunjukkan kristalinitas dan kemurnian  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  hasil sintesis.

### **3.5.2 Analisis Data Spektroskopi Raman**

Hasil sintesis  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  yang dikarakterisasi dengan spektroskopi Raman berupa spektra yang menggambarkan evolusi lokal struktur. Dari spektra

yang diperoleh akan diidentifikasi jenis modus vibrasinya dan akan dibandingkan dengan hasil penelitian terdahulu.

### **3.5.3 Analisis Data SEM-EDS**

Hasil karakterisasi SEM-EDS berupa morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur-unsur penyusun senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ . Gambar hasil karakterisasi diolah menggunakan *software image-J*. Dari semua data akan dibandingkan morfologi partikel yang terbentuk untuk mengetahui pengaruh dopan Fe terhadap morfologi dan komposisi senyawa.

### **3.5.4 Analisis Data UV-Vis DRS**

Hasil karakterisasi dengan DRS berupa data reflektansi. Data reflektansi dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada Persamaan 3.1.

dengan  $F(R)$  adalah faktor Kubelka-Munk,  $K$  adalah koefisien absorbs molar,  $S$  adalah koefisien *scattering*, dan  $R$  adalah nilai reflektan yang diukur. Nilai energi celah pita ditentukan dari membuat plot antara antara energi foton ( $h\nu$ ) (sebagai sumbu x) dan  $(F(R).h\nu)^{1/2}$  (sebagai sumbu y). Energi foton ( $h\nu$ ) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana  $h\nu = hc/\lambda$  dengan  $c$  adalah tetapan cahaya dan  $h$  adalah tetapan plank. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai  $x$  ( $h\nu$  = energi celah pita) ketika  $y=0$ .

## BAB IV

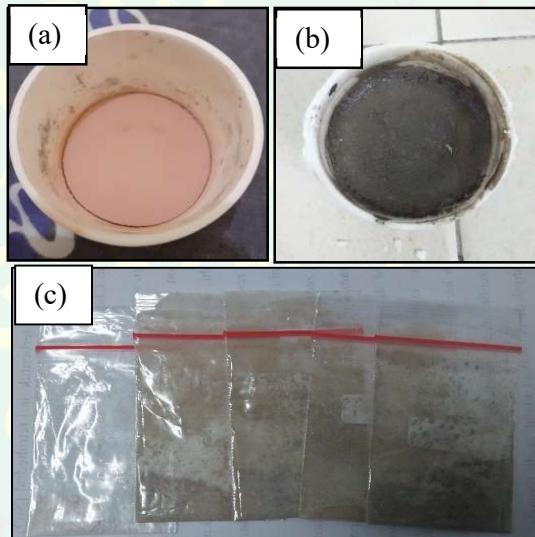
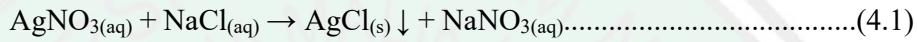
### HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  dengan menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl dengan perbandingan mol 1:7 pada suhu 900°C selama 8 jam dengan variasi konsentrasi doping  $\text{Fe}^{3+}$  yaitu  $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20.$  Hasil sintesis dikarakterisasi dengan (a) Teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui fasa sampel yang terbentuk, (b) *scanning electron microscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi partikel sampel dan unsur penyusun senyawa, (c) spektroskopi Raman untuk mengetahui modus vibrasi Raman, dan (d) UV-Vis DRS untuk mengetahui serapan cahaya dan energi *band gap*.

#### 4.1 Sintesis $\text{CaTiO}_3$ Terdoping $\text{Fe}^{3+}$ dengan Metode Lelehan Garam

Sintesis  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  dilakukan dengan mereaksikan kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ), titanium oksida ( $\text{TiO}_2$ ), dan besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dengan pemanasan awal (tanpa penggunaan garam) untuk mencegah dan meminimalisir penguapan kalsium karbonat pada suhu tinggi karena senyawa kalsium karbonat meleleh pada suhu 825°C.  $\text{CaCO}_3$  akan mengalami dekomposisi termal yaitu pelepasan  $\text{CO}_2$  menjadi  $\text{CaO}$  (Yoshida, dkk., 2015). Prekursor digerus untuk memaksimalkan kontak antar prekursor dengan bantuan penambahan aseton untuk menghomogenkan prekursor. Aseton tidak bereaksi dengan prekursor karena memiliki tetapan dielektrik yang rendah ( $\epsilon_r=21$ ) dan mudah menguap pada suhu ruang (TD 56,53°C). Senyawa ionik dapat larut pada pelarut polar yang memiliki tetapan dielektrik yang tinggi (Effendy, 2016).

Metode lelehan garam dapat memaksimalkan reaksi antar prekursor, memperbaiki morfologi partikel karena dapat meningkatkan laju difusi antar prekursor, dan dapat mengontrol karakteristik senyawa hasil sintesis. Pada suhu 900°C garam NaCl akan meleleh (TL 801°C) sehingga terjadi kontak antar prekursor dan reaksi pembentukan senyawa  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ . Garam NaCl dicuci menggunakan akuades panas dan diidentifikasi menggunakan  $\text{AgNO}_3$  sehingga terbentuk endapan putih sesuai dengan reaksi sebagai berikut:



Gambar 4.1 Perubahan warna sampel (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi suhu 900°C, dan (c) setelah penyaringan sampel  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0$ ; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20).

Sampel CaTiO<sub>3</sub> tanpa doping berwarna putih sedangkan sampel CaTiO<sub>3</sub> terdoping Fe<sup>3+</sup> berwarna hijau kehitaman. Perubahan warna terjadi pada sampel sebelum dan sesudah proses kalsinasi yang dapat dilihat pada Gambar 4.1. Perubahan warna pada sampel mengidentifikasi bahwa terjadi reaksi pada proses kalsinasi. Sampel sebelum kalsinasi menunjukkan warna merah bata

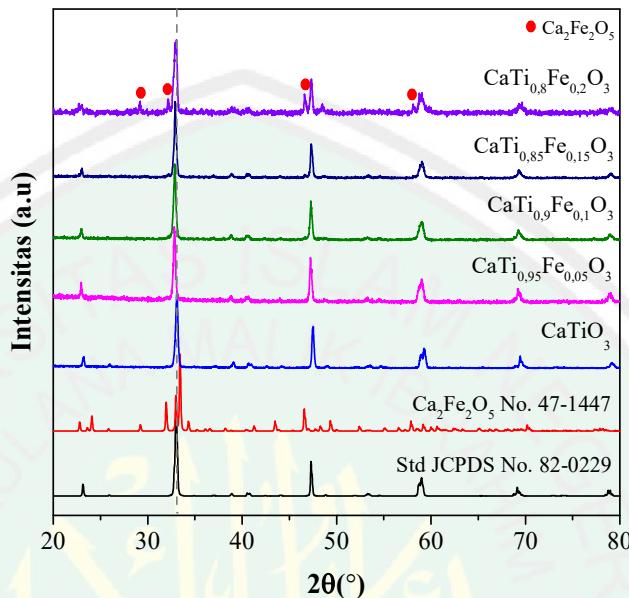
sedangkan setelah kalsinasi mengalami perubahan warna menjadi hijau kehitaman, hal ini dapat disebabkan adanya penambahan  $\text{Fe}^{3+}$  sebagai doping.

#### 4.2 Karakterisasi dan Analisis Data $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan XRD

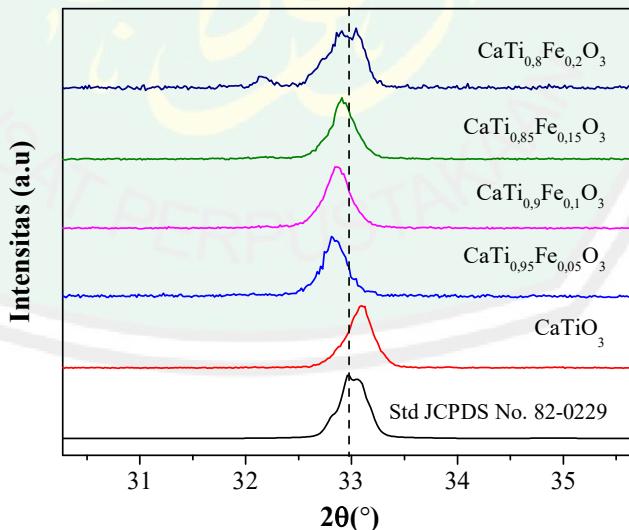
Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk dari  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ . Pola difraksi sinar- $X$  sampel  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) ditampilkan pada Gambar 4.2 dan dicocokkan dengan data standar  $\text{CaTiO}_3$  dalam *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) No.82-0229. Pola difraksi sinar- $X$  sampel menunjukkan kesesuaian dengan standar yang mengindikasikan bahwa senyawa yang terbentuk  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x = 0; 0,05; 0,10;$  dan  $0,15$ ), namun pada sampel  $x=0,20$  ditemukan adanya pengotor yaitu  $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$  yang ditandai dengan keberadaan puncak-puncak pada posisi  $2\theta = 29,15; 32,19; 46,61;$  dan  $58,13^\circ$ . Adanya pengotor menunjukkan bahwa terdapat batas maksimum konsentrasi dopan Fe yang dapat mengantikan Ti dari struktur kristal  $\text{CaTiO}_3$  tanpa merubah struktur aslinya. Hal ini sesuai dengan penelitian Jang, dkk. (2011) yang menyatakan bahwa ditemukan pengotor pada konsentrasi dopan Fe yang tinggi yaitu  $x > 0,15-0,4$ .

Pola pergeseran puncak difraksi sinar- $X$  pada posisi  $2\theta = 32,96^\circ$  ditampilkan pada Gambar 4.3 dan diketahui bahwa posisi puncak utama bergeser ke arah  $2\theta$  yang lebih kecil yang mengindikasikan terjadi perubahan kisi kristal akibat doping menggunakan Fe. Hal ini dapat disebabkan karena dopan  $\text{Fe}^{3+}$  dapat tersubstitusi atau interstisi ke dalam kisi kristal  $\text{CaTiO}_3$  sehingga menyebabkan ukuran kisi kristal berubah. Sampel  $x=0,20$  memiliki tingkat kristalinitas yang semakin rendah, hal ini dapat disebabkan karena adanya fasa pengotor dan adanya

tumpang tindih antara puncak difraksi senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0,20$ ) dan senyawa pengotor  $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ .

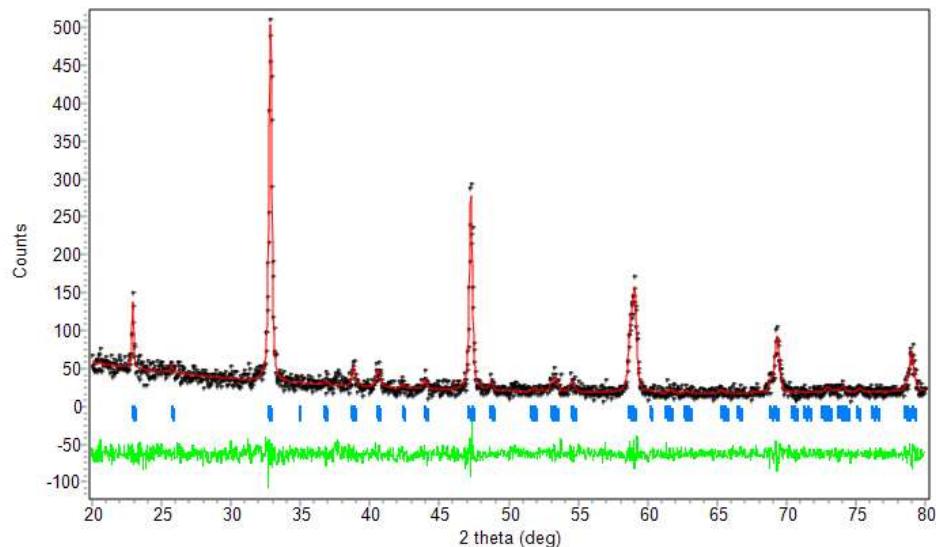


Gambar 4.2 Pola difraksi sinar- $X$  senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ).



Gambar 4.3 Pergeseran puncak difraksi sinar- $X$  senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0;$   $0,05;$   $0,10;$   $0,15;$  dan  $0,20$ ).

Data XRD dianalisis lebih lanjut (*refinement*) dengan program Rietica dengan metode *Le Bail* untuk memperoleh data kristalografi. Untuk senyawa dengan doping  $x= 0,20$  tidak dilakukan *refinement* dikarenakan ditemukan pengotor. Proses *refinement* menggunakan data standar  $\text{CaTiO}_3$  JCPDS No. 82-0229 yang memiliki sistem kristal ortorombik dengan *space group* yaitu  $Pbnm$ . Parameter kisi kristal  $a= 5,4086 \text{ \AA}$ ;  $b= 5,4553 \text{ \AA}$ ;  $c= 7,6782 \text{ \AA}$ ; dan  $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$  dengan volum sel satuan 226,55. Plot hasil *refinement*  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0$ ) ditampilkan pada Gambar 4.4 dan hasil *refinement* dirangkum pada Tabel 4.1. Plot hasil *refinement* untuk senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) ditampilkan pada Lampiran 3.



Gambar 4.4 Plot *refinement* data senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  (a)  $x=0$  dengan metode Le-bail.

Data difraksi sinar- $X$  memiliki kesesuaian yang baik dengan standar  $\text{CaTiO}_3$  dimana hal ini ditunjukkan oleh nilai profil ( $R_p$ ) dan nilai residu profil berbobot ( $R_{wp}$ ) yaitu kurang dari 20% (Raharjo, 2011). Adanya dopan Fe tidak menyebabkan

perubahan sistem kristal maupun *space group*. Data kristalografi menunjukkan bahwa terdapat perubahan panjang kisi kristal *a*, *b*, dan *c* akibat adanya doping dengan Fe<sup>3+</sup>. Hal ini sesuai dengan pergeseran puncak utama XRD pada Gambar 4.3. Dopan Fe<sup>3+</sup> dapat tersubstitusi menggantikan Ti<sup>4+</sup> pada kristal CaTiO<sub>3</sub>, perbedaan muatan dapat menyebabkan kompensasi muatan sehingga cacat krital dapat terbentuk. Selain itu, substitusi dopan Fe pada kristal CaTiO<sub>3</sub> dapat menyebabkan bertambahnya volum sel (*V*) seperti yang ditampilkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Parameter kristal CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> (*x*= 0; 0,05; 0,10; dan 0,15).

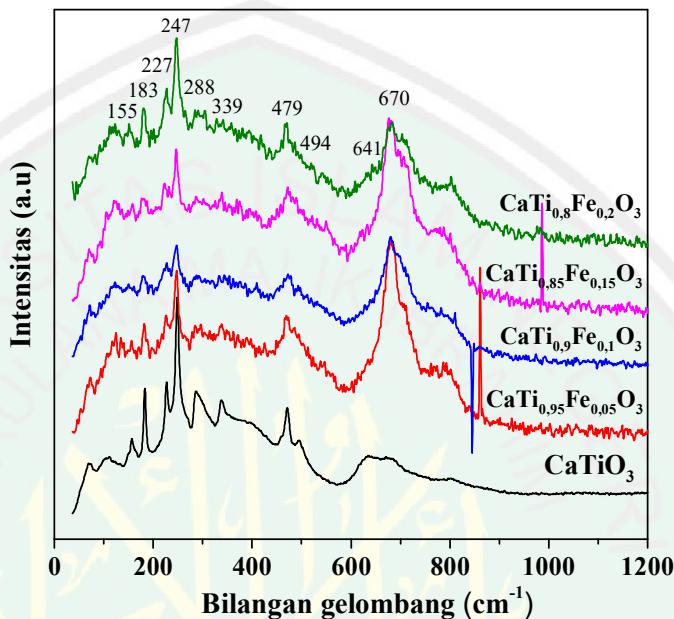
Parameter	CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( <i>x</i> =0)	CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( <i>x</i> =0,05)	CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( <i>x</i> =0,10)	CaTi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> ( <i>x</i> =0,15)
Sistem Kristal	Ortorombik	Ortorombik	Ortorombik	Ortorombik
<i>Space Group</i>	<i>Pbnm</i>	<i>Pbnm</i>	<i>Pbnm</i>	<i>Pbnm</i>
Jumlah Satuan Azimetrik ( <i>Z</i> )	4	4	4	4
<i>a</i> (Å)	5,3953(3)	5,41670(0)	5,43790(0)	5,40860(0)
<i>b</i> (Å)	5,4335(9)	5,45500(0)	5,43880(0)	5,46387(6)
<i>c</i> (Å)	7,6445(0)	7,68660(0)	7,67010(0)	7,66909(9)
<i>α</i> , <i>β</i> , <i>γ</i> (°)	90, 90, 90	90, 90, 90	90,90,90	90, 90, 90
Volum sel ( <i>V</i> )	224,1069(2)	227,12442(0)	226,84817(5)	226,63661(2)
<i>R<sub>p</sub></i> (%)	13,45	14,27	11,41	8,87
<i>R<sub>wp</sub></i> (%)	8,51	13,84	9,96	7,41

Keterangan: *Pbnm* (*P*: jenis kisi primitif, *b*: *glide* pada sumbu *b*, *n*: *glide* setengah pada sumbu (*a+b*), (*b+c*), atau (*a+c*), dan *m*: bidang cermin.

#### 4.3 Karakterisasi dan Analisis Data CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> dengan Spektroskopi Raman

Karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman untuk mengetahui modus vibrasi Raman pada senyawa CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> (*x*= 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20). Spektra Raman ditampilkan pada Gambar 4.5. Karakteristik senyawa CaTiO<sub>3</sub>

ditunjukkan pada modus vibrasi pada rentang bilangan gelombang 100-700 cm<sup>-1</sup>. Identifikasi modus vibrasi Raman senyawa CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15$ ; dan 0,20) dirangkum pada Tabel 4.2.



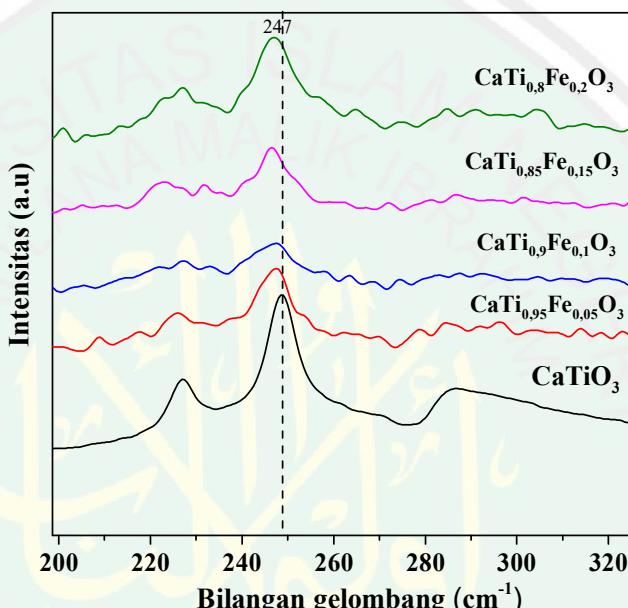
Gambar 4.5 Spektra Raman senyawa CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15$ ; dan 0,20).

Tabel 4.2 Analisis modus vibrasi Raman senyawa CaTi<sub>1-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15$ ; dan 0,20) (Balachandran dan Eror, 1982; Hirata, dkk., 1996; Zheng, dkk., 2003).

Bilangan Gelombang literatur (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Jenis modus vibrasi
155 dan 183	155 dan 183	<i>Motion kation A</i>
227-339	227, 247, 288, 339	<i>Bending Ti-O</i>
470-494	479, 494	<i>Torsional Ti-O<sub>3</sub></i>
641-677	641 dan 670	<i>Stretching Ti-O</i>

Gambar 4.6 menunjukkan adanya pergeseran posisi puncak vibrasi Raman pada bilangan gelombang 247 cm<sup>-1</sup> ke arah kiri (energi lebih kecil) yang menunjukkan adanya perubahan panjang ikatan Ti-O sebagai akibat penggantian sebagian atom Ti<sup>4+</sup> (0,605 Å) oleh dopan Fe<sup>3+</sup> (0,645 Å) yang memiliki ukuran

jari-jari ion yang lebih besar. Hal ini sesuai dengan hasil karakterisasi menggunakan XRD, dimana dopan Fe menyebabkan perubahan panjang kisi kristal  $\text{CaTiO}_3$ . Namun adanya dopan  $\text{Fe}^{3+}$  tidak menyebabkan perubahan struktur senyawa  $\text{CaTiO}_3$  karena hasil spektra Raman  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) mempunyai pola spektra yang mirip dengan senyawa  $\text{CaTiO}_3$ .

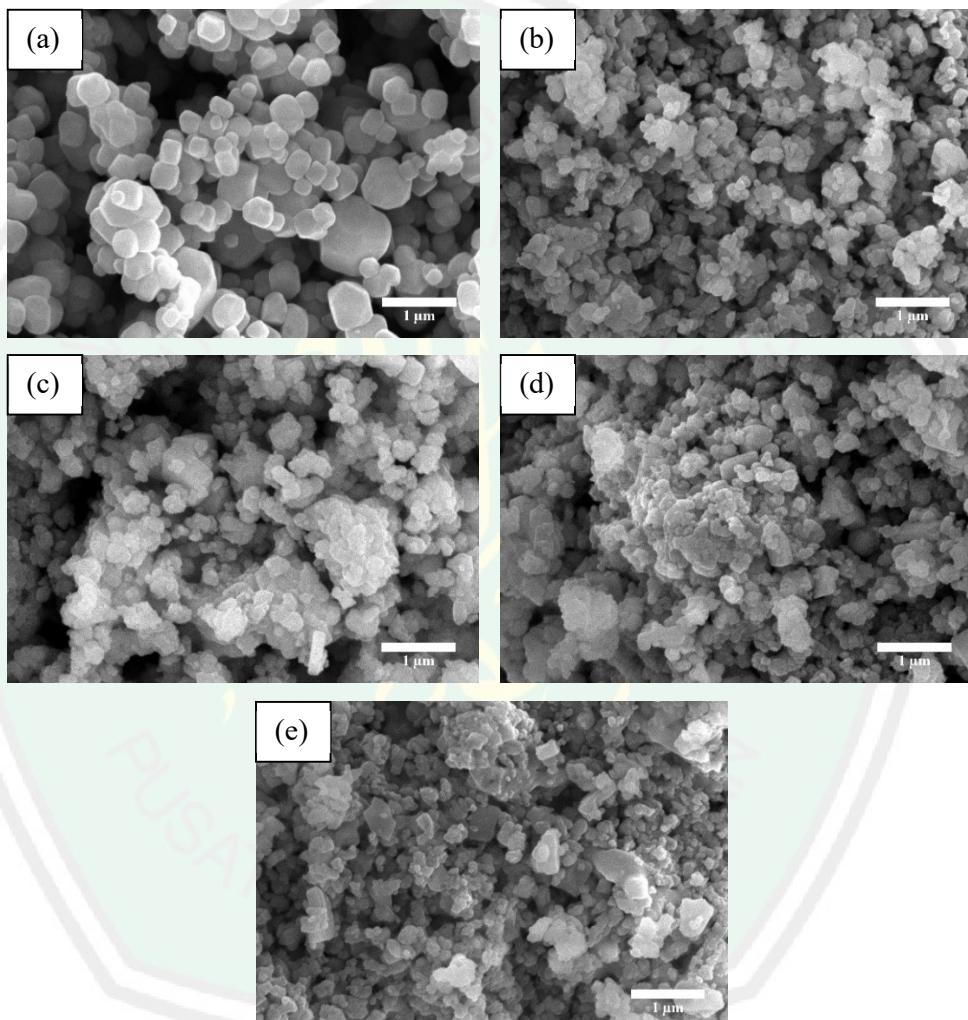


Gambar 4.6 Pergeseran puncak spektra Raman senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) pada Bilangan gelombang  $247 \text{ cm}^{-1}$ .

#### 4.4 Karakterisasi dan Analisis Data $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi partikel dan mengetahui unsur penyusun senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ). Morfologi partikel yang terbentuk pada adalah polihedral reguler seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.7. Yoshida, dkk. (2015) juga mensintesis  $\text{CaTiO}_3$  dengan metode lelehan garam NaCl pada suhu  $1100 \text{ }^{\circ}\text{C}$  dan menghasilkan morfologi partikel berbentuk polihedral reguler. Distribusi permukaan pada  $\text{CaTiO}_3$

tanpa dopan lebih homogen dengan sedikit aglomerasi, sedangkan pada sampel  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x = 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) mengalami lebih banyak aglomerasi dan membentuk partikel yang tidak beraturan dengan ukuran butiran yang lebih kecil.



Gambar 4.7 Morfologi partikel  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x = (a) 0; (b) 0,05; (c) 0,10; (d) 0,15;$  dan  $(e) 0,20$ ) pada perbesaran 20000x.

Aglomerasi dapat disebabkan oleh adanya efek kalsinasi pada suhu tinggi yang memberikan energi total permukaan yang tinggi sehingga untuk menurunkan energi total permukaan, partikel tersebut akan membentuk gumpalan yang besar.

Selain itu aglomerasi juga dapat disebabkan karena sifat ion Fe yang sangat reaktif.

Ukuran pertikel yang lebih kecil disebabkan adanya cacat partikel akibat adanya substitusi dopan Fe dalam kisi  $\text{CaTiO}_3$  yang menyebabkan ketidakhomogenan dan distorsi yang menurunkan pertumbuhan kristal. Menurut Sato, dkk. (2019) pergantian atom  $\text{Ti}^{4+}$  oleh dopan  $\text{Fe}^{3+}$  yang memiliki muatan yang lebih kecil mengakibatkan adanya ketidakseimbangan muatan yang dapat dikompensasi dengan adanya kekosongan oksigen (*oxygen vacancy*). Kekosongan oksigen ini menghambat gerak ion sehingga akan menurunkan pertumbuhan butiran dan ukuran partikel yang lebih kecil.

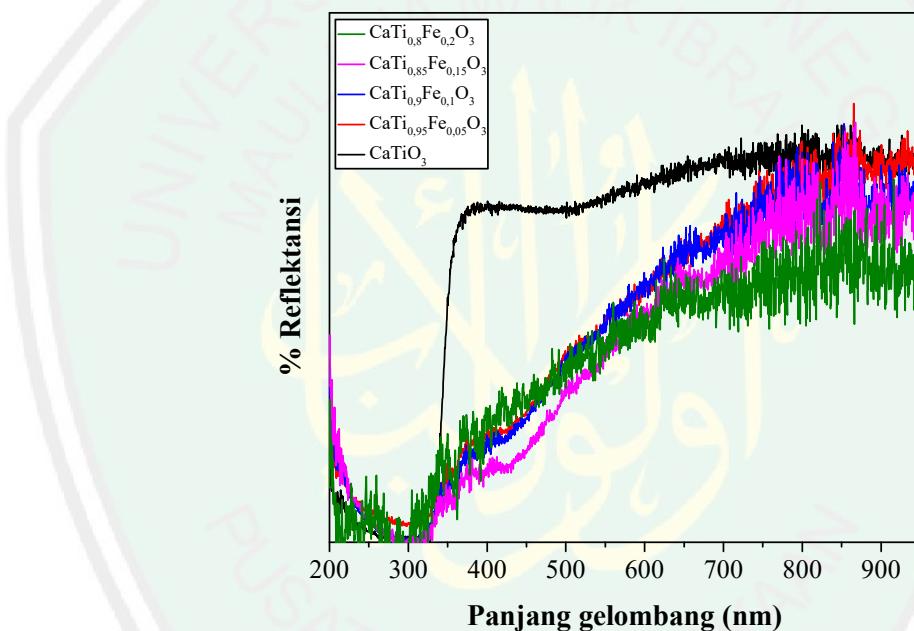
Tabel 4.3 Komposisi unsur-unsur penyusun  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) berdasarkan perhitungan secara teori dan hasil EDS.

Sampel	Kadar Ca (%)		Kadar Ti (%)		Kadar Fe (%)		Kadar O (%)	
	Teori	EDS	Teori	EDS	Teori	EDS	Teori	EDS
$x=0$	29,48	26,02	35,21	31,30	-	-	35,29	40,38
$x=0,05$	29,39	26,40	33,35	31,47	2,05	1,88	35,18	37,32
$x=0,10$	29,31	25,52	31,51	29,03	4,08	3,99	35,08	38,12
$x=0,15$	29,22	26,56	29,67	26,74	6,11	6,16	34,98	37,35
$x=0,20$	29,14	24,23	27,84	22,40	8,12	8,41	34,88	39,32

Perbandingan persentase komposisi unsur-unsur penyusun senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  berdasarkan hasil perhitungan secara teori dan hasil EDS ditampilkan pada Tabel 4.3. Berdasarkan data tersebut diketahui dopan Fe terdeteksi pada kisi kristal  $\text{CaTiO}_3$ . Terjadi penurunan % massa pada unsur Ti yang disebabkan oleh adanya dopan besi (Fe). Sedangkan % massa unsur Fe mengalami meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi dopan Fe.

#### 4.5 Karakterisasi dan Analisis Data $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan UV-Vis DRS

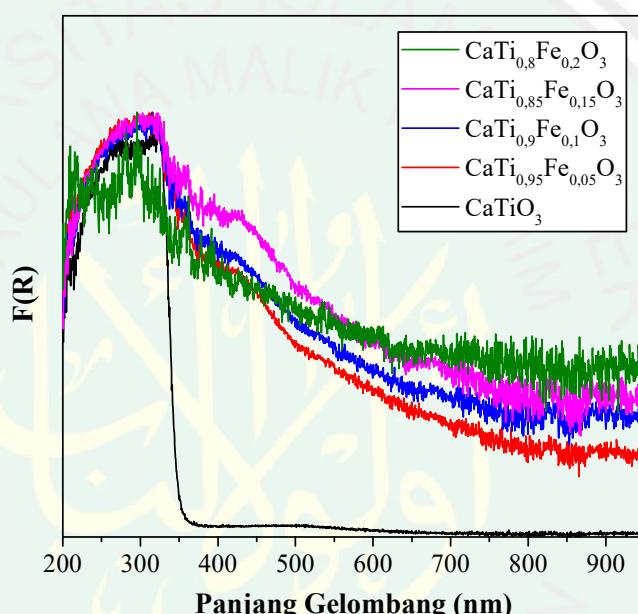
Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui celah pita dan karakter serapan sinar pada daerah panjang gelombang UV maupun sinar tampak. Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS menghasilkan nilai panjang gelombang ( $\lambda$ ) dan % Reflektansi ( $R$ ). Karakter serapan dari masing-masing sampel  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) ditampilkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Spektra DRS hubungan % reflektansi dengan Panjang gelombang senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ).

Berdasarkan spektra DRS diketahui bahwa terdapat perubahan pola serapan sinar yang signifikan terhadap nilai % reflektansi antara  $\text{CaTiO}_3$  tanpa dopan dan  $\text{CaTiO}_3$  terdoping  $\text{Fe}^{3+}$ . Sampel  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x= 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) menunjukkan pergeseran nilai reflektansi yang lebih menurun pada daerah sinar tampak yang menunjukkan penyerapan sinar yang tinggi pada daerah

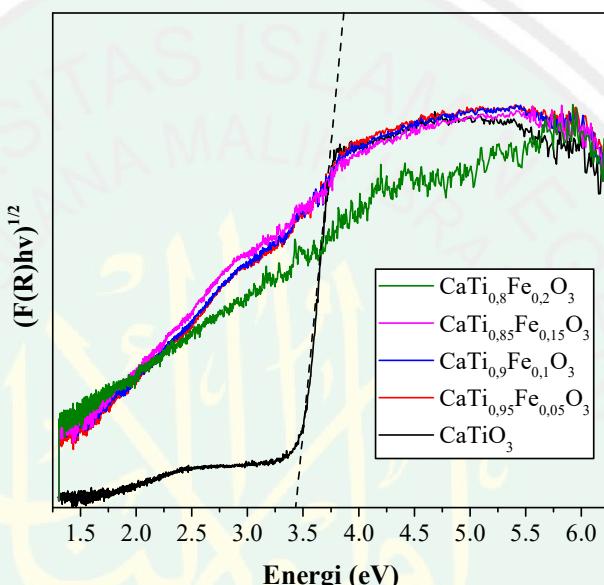
tersebut. Penyerapan di daerah UV pada  $\text{CaTiO}_3$  tanpa dopan disebabkan transisi elektronik dari orbital  $2p$  O ke orbital  $3d$  Ti. Penyerapan di daerah sinar tampak disebabkan oleh keberadaan dopan Fe dalam kisi  $\text{CaTiO}_3$ . Penyerapan sinar tampak oleh  $\text{CaTiO}_3$  terdoping Fe merupakan indikasi dari adanya eksitasi elektron dari Fe ke pita konduksi  $\text{CaTiO}_3$ . Dimungkinkan terdapat pita baru diantara pita konduksi dan pita valensi  $\text{CaTiO}_3$  (Jang, dkk., 2011).



Gambar 4.9 Spektra DRS hubungan konstanta Kubelka-Munk dengan Panjang gelombang senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x = 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ).

Data reflektansi dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada persamaan 3.1 pada bab sebelumnya. Faktor Kubelka-Munk dinyatakan dalam  $F(R)$ , dimana  $F(R)$  sebanding dengan koefisien absorbs molar ( $K$ ) per koefisien *scattering* ( $S$ ). Hubungan antara faktor Kubelka-Munk dan Panjang gelombang ditampilkan pada Gambar 4.9. Berdasarkan spektra DRS hubungan  $F(R)$  dengan Panjang gelombang pada daerah UV diketahui bahwa tidak

terjadi perubahan koefisien absorpsi yang signifikan pada senyawa  $\text{CaTiO}_3$  tanpa dopan dengan  $\text{CaTiO}_3$  terdoping Fe. Namun pada daerah sinar tampak (400-800 nm) terdapat perubahan koefisien absorpsi pada sampel  $\text{CaTiO}_3$  tanpa dopan dan  $\text{CaTiO}_3$  terdoping Fe yang signifikan dimana dopan  $\text{Fe}^{3+}$  dapat meningkatkan penyerapan pada daerah sinar tampak.



Gambar 4.10 Spektra DRS energi celah pita (*band gap*) senyawa  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0; 0,05; 0,10; 0,15$ ; dan  $0,20$ ).

Analisa selanjutnya adalah penentuan energi celah pita yang dilakukan dengan memplotkan grafik hubungan antara  $(F(R)hv^{1/2})$  dengan energi celah pita (eV). Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai  $x$  ( $hv = \text{energi celah pita}$ ) ketika  $y=0$ . Penentuan nilai energi celah pita hanya bisa dilakukan pada sampel yang memiliki koefisien determinasi ( $R^2$ ) mendekati 1. Berdasarkan Gambar 4.10 diketahui bahwa hanya sampel  $\text{CaTiO}_3$  yang dapat ditarik garis linier karena memiliki nilai  $R^2$  mendekati 1. Sehingga sampel  $\text{CaTiO}_3$  terdoping  $\text{Fe}^{3+}$  tidak dapat ditentukan energi celah pitanya karena memiliki nilai reflektansi yang sangat

rendah. Energi celah pita sapel  $\text{CaTiO}_3$  murni diketahui sebesar 3,43 eV. Berdasarkan perhitungan energi celah pita dan Panjang gelombang pada Lampiran 5, diketahui bahwa Panjang gelombang senyawa  $\text{CaTiO}_3$  murni yaitu 361 nm. Hal ini menunjukkan fotokatalis  $\text{CaTiO}_3$  dapat bekerja di daerah sinar UV. Energi celah pita  $\text{CaTiO}_3$  tanpa doping umumnya sebesar ~3,5 eV dan mampu menyerap cahaya pada daerah ultraviolet (Yang, dkk., 2014). Sampel  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) menunjukkan pergeseran penyerapan cahaya pada daerah sinar tampak, sehingga dapat diindikasikan bahwa energi celah pita senyawa terdoping Fe lebih kecil dibandingkan  $\text{CaTiO}_3$  murni. Jang, dkk. (2011) melaporkan bahwa doping dengan Fe dapat memperkecil energi celah pita dari  $\text{CaTiO}_3$  dari 3,38 eV menjadi 2,25 eV yang setara dengan penyerapan pada Panjang gelombang 550 nm.

#### **4.6 Sintesis dan Karakterisasi $\text{CaTiO}_3$ Terdoping Fe dalam Perspektif Islam**

Penelitian tentang material  $\text{CaTiO}_3$  terdoping Fe merupakan suatu bentuk usaha menjaga dan melindungi lingkungan. Sebagai manusia berpikir adalah salah satu tipologi terpenting manusia. Berpikir merupakan salah satu nikmat diantara nikmat-nikmat yang Allah anugerahkan kepada manusia terlebih sebagai seorang ilmuwan yang dituntut untuk senantiasa memperhatikan, merenungkan, dan memikirkan segala bentuk ciptaan-Nya baik di langit, bumi maupun diantara keduanya, yang dijelaskan oleh firman Allah dalam Q.S Ali Imran (3) Ayat 190-191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَآخْتِلَافِ الَّيلِ وَالنَّهَارِ لَكَيْتِ لِأُولَئِكَ الْأَلْبَابِ ﴿١٩﴾ أَلَّذِينَ يَدْكُرُونَ اللَّهَ قِيمًا وَقُعُودًا وَعَلَى جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطِلًا  
سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿٢٠﴾

*Artinya:*

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

Menurut tafsir Ibnu Katsir (2007: 209-211) ayat diatas menjelaskan tentang tanda-tanda kekuasaan dan keesaan Allah yang agung dan dapat disaksikan, berupa binatang-binatang, daratan dan lautan, pegunungan, tumbuh-tumbuhan, dan segala yang terdapat di bumi dan di langit. Selain itu ayat tersebut menyebutkan tanda-tanda orang yang berakal (*ulul albab*) yakni mereka yang mempunyai akal yang sempurna lagi bersih, yang mengetahui hakekat banyak hal secara jelas dan nyata. Mereka bukan orang yang tuli dan bisu yang tidak berakal. Ayat tersebut juga menjelaskan bahwa Allah tidak menciptakan segala sesuatu dengan sia-sia tetapi dengan hak. Allah akan memberikan balasan yang baik kepada orang yang baik kepada orang-orang yang berbuat kebaikan.

Berdasarkan penjelasan ayat di atas, sebagai seorang ilmuwan kita diberikan nikmat oleh Allah berupa akal untuk berpikir dan merenungkan segala yang terjadi, salah satunya permasalahan-permasalahan lingkungan seperti yang telah dijabarkan sebelumnya. Metode penanggulangan pencemaran dan pengolahan limbah cair

yang sedang banyak dikembangkan saat ini adalah metode fotokatalis. Selain itu, segala sesuatu yang Allah ciptakan memiliki hikmah yang terkandung didalamnya dan memiliki manfaat yang besar. Kita sebagai seorang ilmuwan juga dapat mengembangkan segala sesuatu yang Allah ciptakan untuk menjadikannya sebagai sesuatu yang bermanfaat. Salah satunya adalah pengembangan material fotokatalis. CaTiO<sub>3</sub> merupakan salah satu material semikonduktor yang berpotensi memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi sehingga dapat dikembangkan sebagai upaya pelestarian lingkungan.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Senyawa  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) telah berhasil disintesis akan tetapi pada  $x=0,20$  ditemukan senyawa tambahan  $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ .
2. Dopan  $\text{Fe}^{3+}$  menyebabkan perubahan panjang ikatan Ti-O yang ditandai dengan pergeseran modus vibrasi Raman pada bilangan gelombang  $247 \text{ cm}^{-1}$ .
3. Bentuk partikel  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) adalah Polihedral Reguler dan dopan  $\text{Fe}^{3+}$  menyebabkan aglomerasi partikel dengan distribusi komposisi unsur Ca, Ti, Fe, dan O yang merata.
4. Dopan  $\text{Fe}^{3+}$  menyebabkan adanya perubahan pola serapan pada panjang gelombang cahaya tampak.

#### 5.2 Saran

1. Perlu dilakukan uji aktivitas fotokatalis pada rentang UV maupun *visible*, untuk mengetahui pengaruh dopan Fe terhadap aktivitas fotokatalitiknya.
2. Perlu dilakukan uji *photoluminescence* untuk mengetahui pengaruh dopan  $\text{Fe}^{3+}$  terhadap laju rekombinasi.

## DAFTAR PUSTAKA

- Amelia, Shinta., Sediawan, Wahyudi Budi., dan Prasetyo, Imam. 2017. Degradasi Limbah Zat Warna dengan Katalis Karbon Aktif Tereman Oksida Besi. *Prosiding SNST ke-8 Universitas Wahid Hasyim Semarang*: Halaman 24-29.
- Balachandran, U dan Eror, N.G. 1982. Laser-Induced Raman Scattering in Calcium Titanate. *Journal of Solid State Communication*, 44(6): 815-818.
- Bercmans, L. John., Sornakumar, T., Siva, G., dan Vankatesh, G. 2017. Synthesis and Characterization of Calcium Titanate and Calcium Zirconate Compound Powders by Molten Salt Method. *Journal of Nano Hybrids and Composites*, 17: 88-95.
- Chen, Ke-pi dan Zhang, Xiao-wen. 2010. Synthesis of Calcium Copper Titanate Ceramics via The Molten Salt Method. *Journal of Ceramics International*, 36: 1523-1527.
- Chen, X. M., Li, L., dan Liu, X. Q. 2003. Layered Complex Structure of MgTiO<sub>3</sub> and CaTiO<sub>3</sub> Dielectric Ceramics. *Journal of Material Science Engineering B*, 99: 255-258.
- Effendy. 2016. *Perspektif Baru Ikatan Ionik Edisi 3*. Malang: Indonesian Academic Publishing
- Fu, Q., Li, J. L., He, T., dan Yang, G. W. 2013. Band-Engineered CaTiO<sub>3</sub> Nanowires for Visible Light Photocatalysis. *Journal of Applied Physics*, 13(10): 104303.
- Gaikwad, Sharad S, Ashok V Borhade., dan Vishwas B Gaikwad. 2012. A Green Chemistry Approach for Synthesis of CaTiO<sub>3</sub> Photocatalyst: Its Effects on Degradation of Methylene Blue. *Journal of Phytotoxicity and Microbial Study*, 10.
- Goffar, M. Abdul. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 2*. Jakarta: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Han, Chong., Liu, Jingjing., Yang, Wangjin., Wu, Qianqian., Yang, He., dan Xue, Xiangxin. 2017. Photocatalytic Activity of CaTiO<sub>3</sub> Synthesized by Solid State, Sol-Gel and Hydrothermal Methods. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 81(3): 806-813.
- He, Hongquan., Yin, Jiao., Li, Yingxuan., Zhang, Ying., Qiu, Hengshan., Xu, Jinbao., Xu, Tao., Wang, Chuanyi. 2014. Size Controllable Synthesis of Single-crystal Ferroelectric Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> Nanosheet Dominated with {0 0 1} Facets toward Enhanced Visible-light-driven Photocatalytic Activities. *Journal Environmental*. 156-157: 35-43.

- Hirata, T., Ishioka, K., dan Kitajima, M. 1996. Vibrational Spectroscopy and X-Ray Diffraction of Perovskite Compounds  $\text{Sr}_{1-x}\text{M}_x\text{TiO}_3$  ( $\text{M} = \text{Ca, Mg}$ ;  $0 \leq x \leq 1$ ). *Journal of Solid State Chemistry*. 124: 353-359.
- Huang, Xiao-jun., Yan, Xin., Wu, Hai-yan., Fang, Ying., Min, Ya-hong., Li, Wen-Sheng., Wang, Shuang-yin., dan Wu, Zhen-jun. 2016. Preparation of Zr-Doped  $\text{CaTiO}_3$  with Enhanced Charge Separation Efficiency and Photocatalytic Activity. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 26(2): 464-71.
- Jang, J. S., Borse, P.H., Lee, J. S., Lim, K. T., dan Kim, H.G. 2003. Photocatalytic Hydrogen Production in Water-Methanol Mixture over Iron-doped  $\text{CaTiO}_3$ . *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 32(1): 95-99.
- Kanhene, Pushkar dan Chen, Zhoung. 2014. A Review on Visible Light Active Perovskite Based Photocatalysts. *Journal of Molecules*, 19(12): 19995-20022.
- Kasap, Safa. 2006. *Springer Handbook of Electronic and Photonic Materials*. Springer Science & Business Media.
- Kimura, T. 2011. *Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders. Advances in Ceramics Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications*. Rijeka: In Tech.
- Li, Hui-Ling., Du, Zhen-Ni., Wang, Gen-Lin., dan Zhang, Yong-Cai. 2010. Low Temperature Molten Salt Synthesis of  $\text{SrTiO}_3$  Submicron Crystallites and Nanocrystals in The Euctectic NaCl-KCl. *Journal of Material Letters*, 64(3): 431-434.
- Liu, Xiaofeng., Fechler, Nina., dan Antonietti, Markus. 2013. Salt Melt Synthesis of Ceramics, Semiconductors, and Carbon Nanostructures. *Chemical Society Reviews*, 42(21): 8237.
- Mao, Y., dan Wong, S. S. 2005. Composition and Shape Control of Crystalline  $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$  Perovskite Nanoparticles. *Journal of Advanced Materials*, 17(18): 2194-2199.
- Mishra, Maneesha dan Chun, Doo-Man. 2015.  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  as A Photocatalytic Material: A Review. *Journal of Applied Catalysis*, 498: 126-141.
- Mizoguchi, Hiroshi., Ueda, Kazushige., Orita, Masahiro., Moon, Sang-Chul., Kajihara, Koichi., Hirano, Masahiro., dan Hosono, Hideo. 2002. Decomposition of Water by A  $\text{CaTiO}_3$  Photocatalyst under UV Light Irradiation. *Materials Research Bulletin*, 37(15): 2401-2406.
- Mourao, Henrique A. J. L., Lopes, Osmando F., Avansi, Waldir., Pires, Manoel J. M., Souza, Solange., Riberio, Caeu., dan Mastelaro, Valmor R. 2017.  $\text{SrTi}_{1-y}\text{Fe}_y\text{O}_3$  Samples Obtained by Hydrothermal Methode: The Effect of

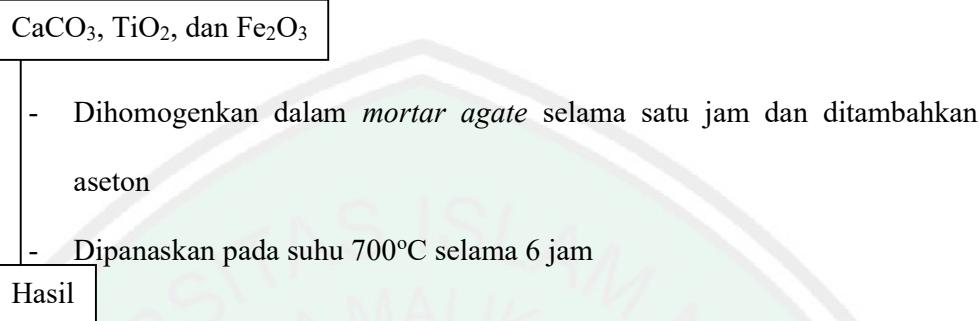
- The Amount of Fe on Structural and Photocatalytic. *Journal of Materials Science in Semiconductor Processing*, 68: 140-146.
- Munawwir, Ahmad Warson. 1984. *Kamus al-Munawwir*. Yogyakarta: Pustaka Progresif.
- Naimah,Siti., A, Silvie Ardhanie., dan Jati, Bumiarto Nugroho. 2014. Degradasi Zat Warna pada Limbah Cair Industri Tekstil dengan Metode Fotokatalitik Menggunakan Nanokomposit TiO<sub>2</sub>-Zeolit. *Jurnal Kimia dan Kemasan*, 36(2).
- Quader, A. K. M. Abdul. 2010. Treatment of Textile Wastewater with Clorine: An Effective Method. *Chemical Engineering Research Bulletin*, 14(1).
- Rahaman. 2007. *Sintering of Ceramics*. Florida: CRC Press.
- Roth, R.S. 1957. Classification of Perovskite and Other ABO<sub>3</sub>-Type Compounds. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 58 (2).
- Sato, Nicha., Haruta, Makito., Sasagawa., Kiyotaka., Ohta, Jun., dan Jongprateep, Oratai. 2019. Fe and Co-Doped (Ba, Ca)TiO<sub>3</sub> Perovskite as Potential Electrocatalyst for Glutamate Sensing. *Journal of Engineering*, 23(6): 265-278.
- Sebastian, Mailadil T. 2010. *Dielectric Materials for Wireless Communication*. Elsevier.
- Shannon, R. D. 1976. Revised Effective Ionic Radii and Systematic Studies of Interatomic Distances in Halides and Chalcogenides. *Published in Acta Crystallographica*. A32: 751-767.
- Thayyarah, Nadiah. 2013. *Sains dalam al-Qur'an: Mengerti Mukjizat Ilmiah Firman Allah*. Jakarta: Zaman.
- Wang, Qian., Hisatomi, Takashi., Moriya, Yosuke., Maeda, Kazuhiko., dan Domen, Kazunari. 2013. Physicochemical Properties and Photocatalytic H<sub>2</sub> Evolution Activity of Rh-Doped La<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub> Prepared by Molten Salt Synthesis. *Journal of Catalysis Science and Technology*, 3(8): 2098.
- Xue, Piaojie., Wu, Heng., Lu, Yao., dan Zhu, Xinhua. 2018. Recent Progress in Molten Salt Synthesis of Low-Dimensional Perovskite Oxide Nanostructures, Structural Characterization, Properties, and Functional Applications: A Review. *Journal of Materials Science & Technology*, 34(6): 914–30.
- Yang, He., Han, Chong., dan Xue, Xiangxin. 2014. Photocatalytic Activity of Fe-Doped CaTiO<sub>3</sub> under UV–Visible Light. *Journal of Environmental Sciences*, 26(7): 1489-1495.

- Yoshida, Hisao., Zhang, Like., Masumi, Sato., dan Morikawa, Takeshi. 2015. Calcium Titanate Photocatalyst Prepared by A Flux Method for Reduction of Carbon Dioxide with Water. *Journal of Catalysis*, 251: 132-139.
- Zhang, Guan., Liu, Gang., Wang, Lianzhou., dan Irvine, John T. S. 2016. Inorganic Perovskite Photocatalysts for Solar Energy Utilization. *Journal of Chemical Society Reviews*, 45(21): 5951-5984.
- Zhang, Hongjie., Chen, Gang., Li, Yingxuan., dan Teng, Yujie. 2010. Electronic Structure and Photocatalytic Properties of Copper-Doped CaTiO<sub>3</sub>. *International Journal of Hydrogen Energy*, 35(7): 2713–16.
- Zheng, H., Bagshaw, H., Reaney, I. M., Ubic, R., dan Yarwood, J. 2003. Raman Spectroscopy and Microwave Properties of CaTiO<sub>3</sub>-Based Ceramics. *Journal of Applied Physics*, 94(5): 2948–56.
- Zheng, Yan-Zhen., dan Zhang, Mi-Lin. 2007. Preparation and Electrochemical Properties of Nickel Oxide by Molten-Salt Synthesis. *Materials Letters*, 61(18): 3967–69.
- Zhou, Hongjun., Mau, Yuanbing., dan Wong, Stanislaus S. Probing Structure Parameter Correlations in the Molten Salt Synthesis of BaZrO<sub>3</sub> Perovskite Submicrometer-Sized Particles. *Journal of Chemistry of Materials*, 19(22): 5238-5249.
- Zhou, Xuefan., Wu, Zhong., Jiang, Chao., Luo, Hang., Yan, Zhongna., dan Zhang, Dou. 2018. Molten Salt Synthesis and Characterization of Lead-Free (1-x)Na<sub>0.5</sub>Bi<sub>0.5</sub>TiO<sub>3-x</sub>SrTiO<sub>3</sub> ( $x=0,0.10,0.26$ ) Whiskers. *Journal of Ceramics International*. 44 (8): 9174-9180.

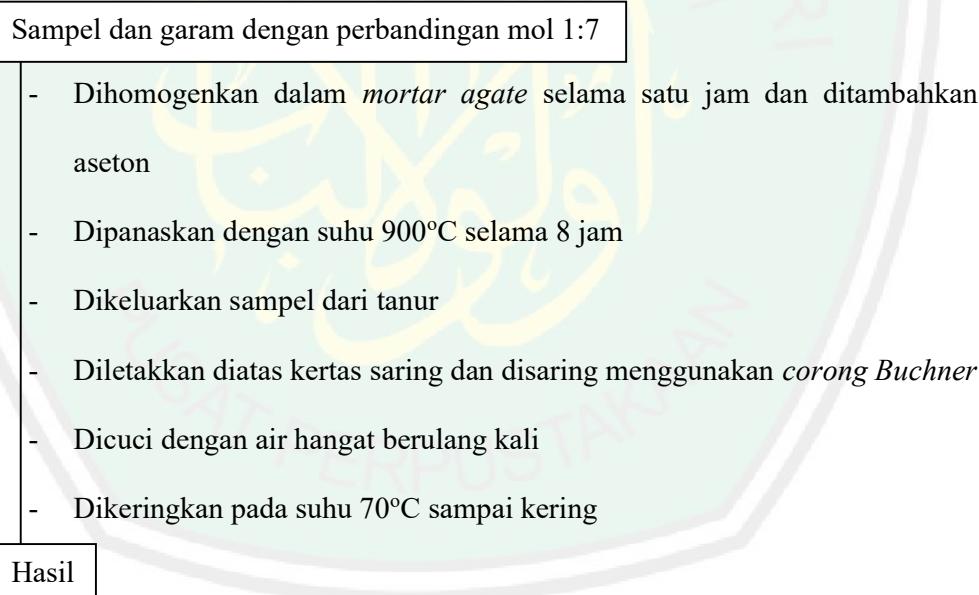
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Diagram Alir

#### L.1.1 Preparasi Bahan



#### L.1.2 Sintesis dengan Metode Lelehan Garam



## Lampiran 2. Perhitungan

Diketahui:

- Target massa produk adalah 2,5 gram
- Perbandingan mol prekursor  $\text{CaTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  : NaCl adalah 1:7
- Variasi Konsentrasi Fe adalah  $x = 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$

$$\text{Mr CaCO}_3 = 100,09 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr TiO}_2 = 79,9 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Fe}_2\text{O}_3 = 159,69 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr NaCl} = 58,34 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Ca} = 40,078 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Ti} = 47,867 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Fe} = 55,845 \text{ g/mol}$$

### 1. Konsentrasi Fe ( $x=0$ )

$$\begin{aligned} \text{Mol CaTiO}_3 &= \frac{\text{massa CaTiO}_3}{\text{Mr CaTiO}_3} \\ &= \frac{2,5 \text{ gram}}{135,9432 \text{ g/mol}} = 0,01839 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa CaCO}_3 &= \frac{\text{Ar Ca}}{\text{Mr CaTiO}_3} \times \frac{\text{Mr CaCO}_3}{\text{Ar Ca}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{40,078 \text{ g/mol}}{135,9432 \text{ g/mol}} \times \frac{100,09 \text{ g/mol}}{40,078 \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\ &= 1,8407 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{\text{Ar Ti}}{\text{Mr CaTiO}_3} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{47,867 \text{ g/mol}}{135,9432 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\ &= 1,4694 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol CaTiO}_3 \\ &= 7 \times 0,01839 \text{ mol} = 0,12873 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 Massa \text{ NaCl} &= Mr \times mol \text{ NaCl} \\
 &= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,12873 \text{ mol} = 7,5101 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

## 2. Konsentrasi Fe (x=0,05)

$$\begin{aligned}
 Mol \text{ CaTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3 &= \frac{Massa}{Mr} \\
 &= \frac{2,5 \text{ gram}}{136,3421 \text{ g/mol}} = 0,01834 \text{ mol} \\
 Massa \text{ CaCO}_3 &= \frac{Ar \text{ Ca}}{Mr \text{ CaTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ CaCO}_3}{Ar \text{ Ca}} \times Massa \text{ Target} \\
 &= \frac{40,078 \text{ g/mol}}{136,3421 \text{ g/mol}} \times \frac{100,09 \text{ g/mol}}{40,078 \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\
 &= 1,8353 \text{ gram} \\
 Massa \text{ TiO}_2 &= \frac{(Ar \text{ Ti} \times 0,95)}{Mr \text{ CaTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ TiO}_2}{Ar \text{ Ti}} \times Massa \text{ Target} \\
 &= \frac{(47,867 \times 0,95) \text{ g/mol}}{136,3421 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\
 &= 1,3918 \text{ gram} \\
 Massa \text{ Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{(Ar \text{ Fe} \times 0,05)}{Mr \text{ CaTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ Fe}_2\text{O}_3}{(Ar \text{ Fe} \times 2)} \times Massa \text{ Target} \\
 &= \frac{(55,845 \times 0,05) \text{ g/mol}}{136,3421 \text{ g/mol}} \times \frac{159,69 \text{ g/mol}}{(55,845 \times 2) \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\
 &= 0,0732 \text{ gram} \\
 Mol \text{ NaCl} &= 7 \times mol \text{ CaTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3 \\
 &= 7 \times 0,01834 \text{ mol} = 0,12838 \text{ mol} \\
 Massa \text{ NaCl} &= Mr \times mol \text{ NaCl} \\
 &= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,12838 \text{ mol} = 7,4897 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

## 3. Konsentrasi Fe (x=0,1)

$$\begin{aligned}
 mol \text{ CaTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3 &= \frac{massa}{Mr} \\
 &= \frac{2,5 \text{ gram}}{136,741 \text{ g/mol}} = 0,01828 \text{ mol} \\
 Massa \text{ CaCO}_3 &= \frac{Ar \text{ Ca}}{Mr \text{ CaTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ CaCO}_3}{Ar \text{ Ca}} \times Massa \text{ Target}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{40,078 \text{ g/mol}}{136,741 \text{ g/mol}} \times \frac{100,09 \text{ g/mol}}{40,078 \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\
 &= 1,8299 \text{ gram} \\
 \text{Massa TiO}_2 &= \frac{(Ar \text{ Ti} \times 0,9)}{Mr \text{ CaTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ TiO}_2}{Ar \text{ Ti}} \times \text{Massa Target} \\
 &= \frac{(47,867 \times 0,9) \text{ g/mol}}{136,741 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\
 &= 1,3147 \text{ gram} \\
 \text{Massa Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{(Ar \text{ Fe} \times 0,1)}{Mr \text{ CaTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ Fe}_2\text{O}_3}{(Ar \text{ Fe} \times 2)} \times \text{Massa Target} \\
 &= \frac{(55,845 \times 0,1) \text{ g/mol}}{136,741 \text{ g/mol}} \times \frac{159,69 \text{ g/mol}}{(55,845 \times 2) \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\
 &= 0,1460 \text{ gram} \\
 \text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol CaTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3 \\
 &= 7 \times 0,01828 \text{ mol} = 0,12796 \text{ mol} \\
 \text{Massa NaCl} &= Mr \times \text{mol NaCl} \\
 &= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,12796 \text{ mol} = 7,4652 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

#### 4. Konsentrasi Fe (x=0,15)

$$\begin{aligned}
 \text{mol CaTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3 &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} \\
 &= \frac{2,5 \text{ gram}}{137,1399 \text{ g/mol}} = 0,01823 \text{ mol} \\
 \text{Massa CaCO}_3 &= \frac{Ar \text{ Ca}}{Mr \text{ CaTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ CaCO}_3}{Ar \text{ Ca}} \times \text{Massa Target} \\
 &= \frac{40,078 \text{ g/mol}}{137,1399 \text{ g/mol}} \times \frac{100,09 \text{ g/mol}}{40,078 \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\
 &= 1,8246 \text{ gram} \\
 \text{Massa TiO}_2 &= \frac{(Ar \text{ Ti} \times 0,85)}{Mr \text{ CaTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ TiO}_2}{Ar \text{ Ti}} \times \text{Massa Target} \\
 &= \frac{(47,867 \times 0,85) \text{ g/mol}}{137,1399 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\
 &= 1,2381 \text{ gram} \\
 \text{Massa Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{(Ar \text{ Fe} \times 0,15)}{Mr \text{ CaTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ Fe}_2\text{O}_3}{(Ar \text{ Fe} \times 2)} \times \text{Massa Target} \\
 &= \frac{(55,845 \times 0,15) \text{ g/mol}}{137,1399 \text{ g/mol}} \times \frac{159,69 \text{ g/mol}}{(55,845 \times 2) \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$= 0,2183 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol CaTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3 \\ &= 7 \times 0,01823 \text{ mol} = 0,12761 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaCl} &= Mr \times \text{mol NaCl} \\ &= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,12761 \text{ mol} = 7,4448 \text{ gram} \end{aligned}$$

### 5. Konsentrasi Fe (x=0,2)

$$\begin{aligned} \text{mol CaTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3 &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{2,5 \text{ gram}}{137,5388 \text{ g/mol}} = 0,01818 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa CaCO}_3 &= \frac{Ar \text{ Ca}}{Mr \text{ CaTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ CaCO}_3}{Ar \text{ Ca}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{40,078 \text{ g/mol}}{137,5388 \text{ g/mol}} \times \frac{100,09 \text{ g/mol}}{40,078 \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\ &= 1,8193 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{(Ar \text{ Ti} \times 0,8)}{Mr \text{ CaTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ TiO}_2}{Ar \text{ Ti}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{(47,867 \times 0,8) \text{ g/mol}}{137,5388 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\ &= 1,1618 \text{ gram} \end{aligned}$$

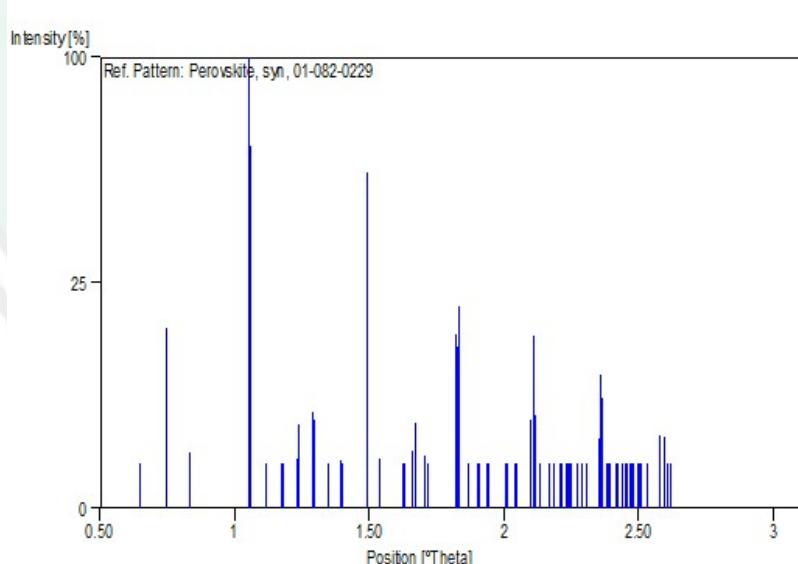
$$\begin{aligned} \text{Massa Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{(Ar \text{ Fe} \times 0,2)}{Mr \text{ CaTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ Fe}_2\text{O}_3}{(Ar \text{ Fe} \times 2)} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{(55,845 \times 0,2) \text{ g/mol}}{137,5388 \text{ g/mol}} \times \frac{159,69 \text{ g/mol}}{(55,845 \times 2) \text{ g/mol}} \times 2,5 \text{ gram} \\ &= 0,2903 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol CaTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3 \\ &= 7 \times 0,01818 \text{ mol} = 0,12726 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaCl} &= Mr \times \text{mol NaCl} \\ &= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,12726 \text{ mol} = 7,4243 \text{ gram} \end{aligned}$$

**Lampiran 3. Data XRD CaTiO<sub>3</sub>****L.3.1 Standar CaTiO<sub>3</sub> JCPDS No. 82-0229**

Reference code:	01-082-0229
Mineral name:	Perovskite, syn
ICSD name:	Calcium Titanium Oxide
Empirical formula:	CaO <sub>3</sub> Ti
Chemical formula:	CaTiO <sub>3</sub>
Crystal system:	Orthorhombic
Space group:	Pbnm
Space group number:	62
a (Å):	5.4086
b (Å):	5.4553
c (Å):	7.6782
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	3.99
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	226.55
Z:	4.00
RIR:	2.83

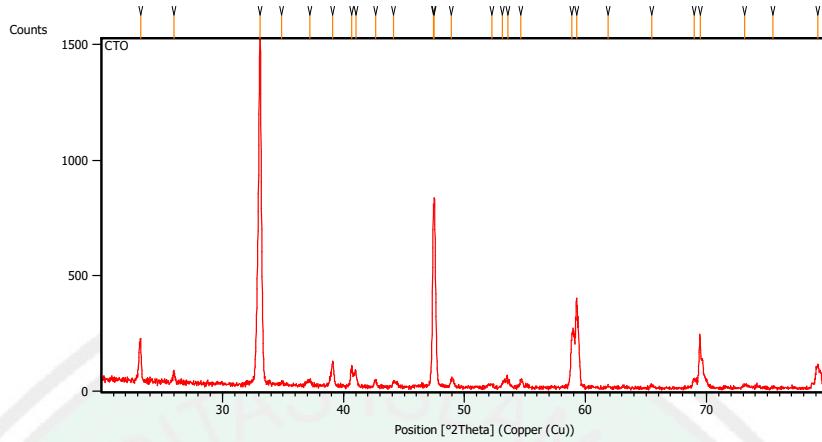
Gambar L.3.1 Standar CaTiO<sub>3</sub> JCPDS No. 82-0229.

### L.3.2 Data XRD $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0$ )

#### L.3.2.1 Measurement Conditions

Dataset Name	CTO
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2019\September\Khawiyatur\CTO\CTO.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	9/19/2019 9:42:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	20.0084
End Position [°2Th.]	79.9844
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

### L.3.2.2 Main Graphics, Analyze View



Gambar L.3.2.2 Difraktogram  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0$ ).

### L.3.2.3 Peak List:

Tabel L.3.2.3 Puncak-puncak XRD  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0$ ).

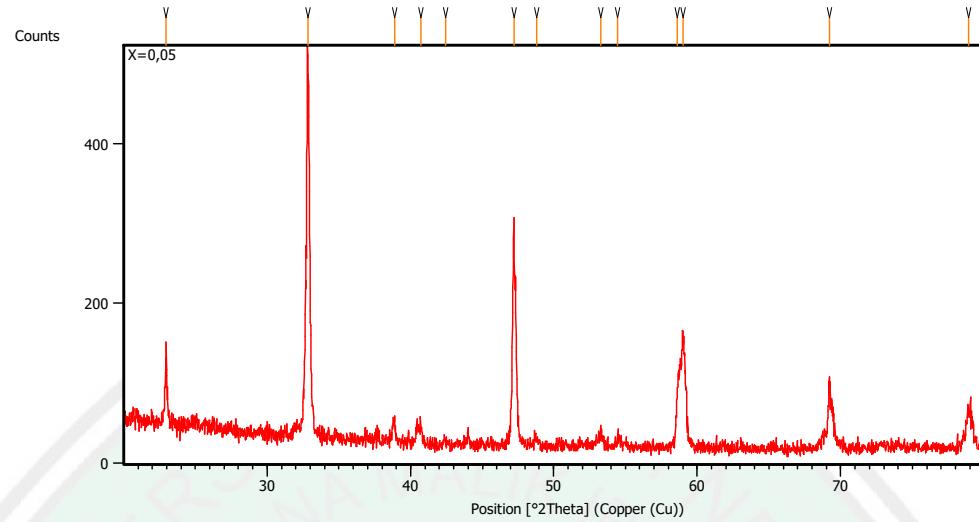
Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\mathring{A}]	Rel. Int. [%]
23.2341	185.56	0.0669	3.82847	12.38
25.9974	40.79	0.1673	3.42747	2.72
33.1081	1498.50	0.1673	2.70580	100.00
34.8797	10.19	0.4015	2.57232	0.68
37.2163	23.49	0.4015	2.41602	1.57
39.0904	102.41	0.1673	2.30440	6.83
40.6464	71.61	0.1338	2.21971	4.78
40.9981	68.92	0.1338	2.20147	4.60
42.6538	32.15	0.2342	2.11977	2.15
44.0881	18.71	0.1673	2.05409	1.25
47.4405	725.03	0.1224	1.91487	48.38
47.5135	817.67	0.1171	1.91369	54.57
48.9385	31.96	0.3011	1.86125	2.13
52.2793	11.63	0.4684	1.74990	0.78
53.1307	15.25	0.2342	1.72385	1.02
53.5828	33.65	0.2676	1.71037	2.25
54.6744	32.44	0.2676	1.67877	2.16
58.8470	197.16	0.2007	1.56930	13.16
59.2609	386.19	0.0836	1.55933	25.77
61.8516	6.51	0.4015	1.50009	0.43
65.4421	14.12	0.2676	1.42621	0.94
68.9561	36.74	0.2007	1.36186	2.45
69.4579	216.91	0.1338	1.35325	14.47
73.1479	11.99	0.4015	1.29382	0.80
75.4441	2.33	0.2676	1.26005	0.16
79.1579	100.56	0.2007	1.20999	6.71

### L.3.3 Data XRD $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,05$ )

#### L.3.3.1 Measurement Conditions

Dataset Name	X=0,05
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2019\Agustus\Dwi Rahayu\X=0,05\X=0,05.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta);
Mini	
Measurement Date / Time	9/2/2019 9:33:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	20.0084
End Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	79.9844
Step Size [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}$ C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

### L.3.3.2 Main Graphics, Analyze View:



Gambar L.3.3.2 Difraktogram  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,05$ ).

### L.3.3.3 Peak List:

Tabel L.3.3.3 Puncak-puncak XRD  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,05$ ).

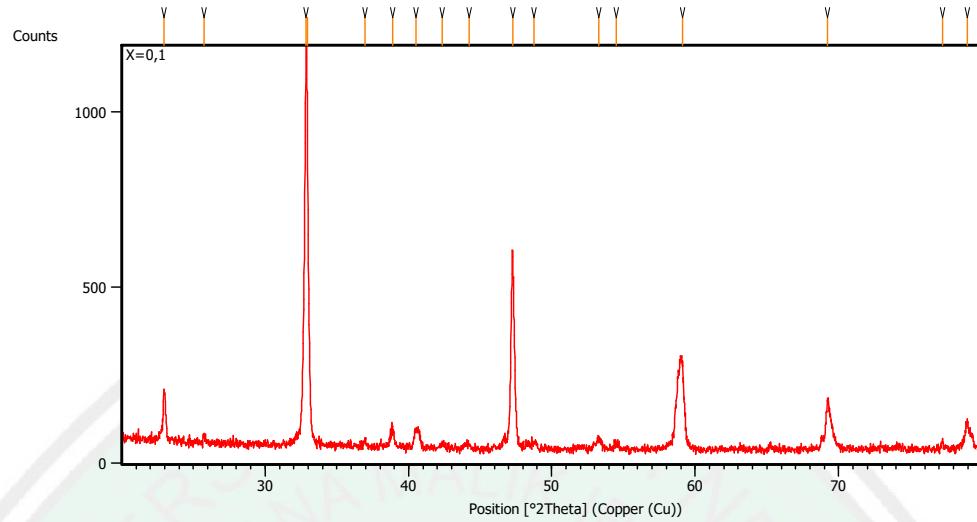
Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.9555	75.83	0.1338	3.87430	15.78
32.8225	480.63	0.1171	2.72870	100.00
38.8630	26.87	0.2007	2.31735	5.59
40.6930	22.88	0.4684	2.21727	4.76
42.4145	4.65	0.4015	2.13118	0.97
47.2405	285.02	0.1506	1.92411	59.30
48.8073	9.41	0.4015	1.86594	1.96
53.2944	16.92	0.2676	1.71894	3.52
54.4696	10.26	0.5353	1.68460	2.14
58.6402	74.53	0.2007	1.57434	15.51
59.0109	138.24	0.2007	1.56533	28.76
69.2000	82.07	0.1338	1.35766	17.08
78.9094	48.70	0.3346	1.21318	10.13

### L.3.4 Data XRD $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,10$ )

#### L.3.4.1 Measurement Conditions

Dataset Name	X=0,1
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2019\Agustus\Dwi Rahayu\X=0,1\X=0,1.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta);
Mini	
Measurement Date / Time	9/2/2019 9:12:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	20.0084
End Position [°2Th.]	79.9844
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

### L.3.4.2 Main Graphics, Analyze View



Gambar L.3.4.2 Difraktogram  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,10$ ).

### L.3.4.3 Peak List

Tabel L.3.4.3 Puncak-puncak XRD  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,10$ ).

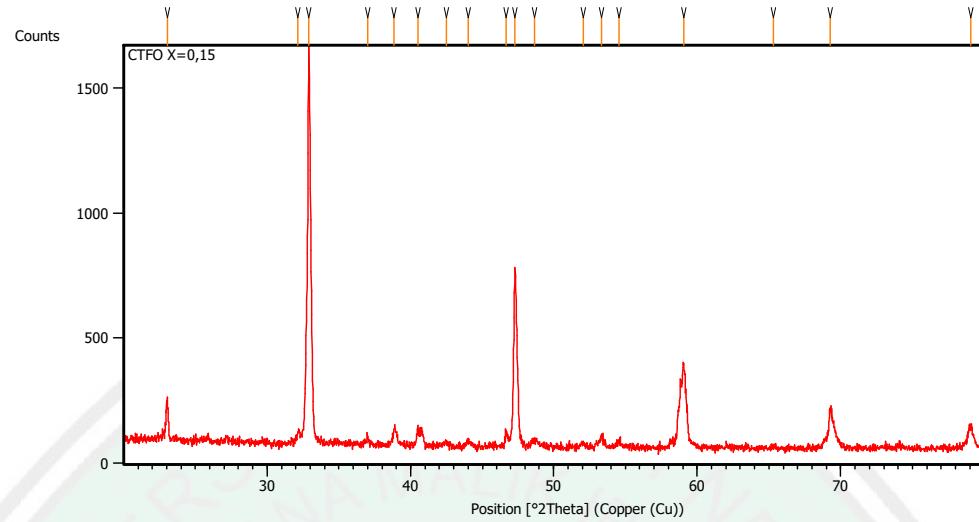
Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.9690	137.71	0.1673	3.87206	12.11
25.7578	18.93	0.2007	3.45881	1.66
32.8559	1137.40	0.1428	2.72374	100.00
32.9233	1015.59	0.0612	2.72507	89.29
36.9669	20.79	0.2448	2.42973	1.83
38.8669	55.23	0.2448	2.31522	4.86
40.5046	51.81	0.4896	2.22530	4.55
42.3346	11.16	0.4896	2.13325	0.98
44.1904	12.61	0.5712	2.04787	1.11
47.2875	566.64	0.1224	1.92071	49.82
48.7809	18.21	0.6528	1.86535	1.60
53.2966	36.11	0.2448	1.71745	3.17
54.5158	14.74	0.4080	1.68189	1.30
59.1197	244.37	0.3672	1.56142	21.48
69.2363	140.52	0.2040	1.35591	12.35
77.2187	25.87	0.2040	1.23444	2.27
78.9380	76.88	0.2040	1.21181	6.76

### L.3.5 Data XRD $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,15$ )

#### L.3.5.1 Measurement Conditions

Dataset Name	CTFO X=0,15
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
	2019\Oktober\Riv'ah\CTFO X=0,15\CTFO X=0,15.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	10/14/2019 10:01:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	20.0084
End Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	79.9844
Step Size [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}$ C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

### L.3.5.2 Main Graphics, Analyze View



Gambar L.3.5.2 Difraktogram  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,15$ ).

### L.3.5.3 Peak List

Tabel L.3.5.3 Puncak-puncak XRD  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,15$ ).

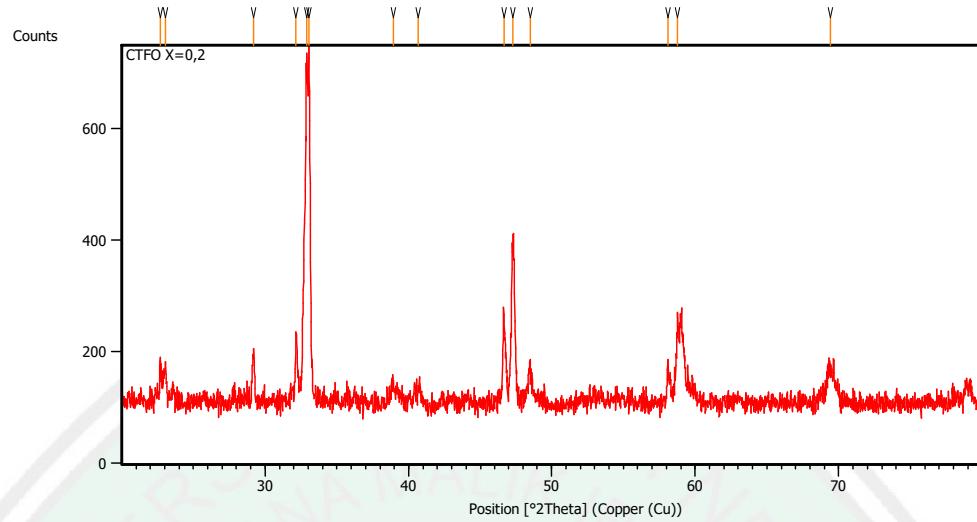
Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
23.0347	155.96	0.1673	3.86115	10.55
32.1541	50.14	0.2007	2.78387	3.39
32.8804	1478.91	0.1171	2.72402	100.00
36.9854	25.78	0.2007	2.43057	1.74
38.8556	72.40	0.1004	2.31778	4.90
40.4805	70.04	0.1004	2.22842	4.74
42.5087	14.53	0.5353	2.12667	0.98
44.0058	22.59	0.4015	2.05773	1.53
46.6504	58.24	0.1004	1.94706	3.94
47.2988	669.22	0.1506	1.92187	45.25
48.6943	26.32	0.5353	1.87001	1.78
52.0597	14.78	0.4015	1.75676	1.00
53.3437	44.51	0.2676	1.71747	3.01
54.5809	20.57	0.2676	1.68143	1.39
59.0627	332.89	0.2342	1.56409	22.51
65.3357	7.82	0.4015	1.42828	0.53
69.2735	159.93	0.1673	1.35640	10.81
79.0404	86.31	0.3346	1.21150	5.84

### L.3.6 Data XRD $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,20$ )

#### L.3.6.1 Measurement Conditions

Dataset Name	CTFO X=0,2
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
	2019\Oktober\Riv'ah\CTFO X=0,2\CTFO X=0,2.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	10/14/2019 9:52:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	20.0084
End Position [ $^{\circ}$ 2Th.]	79.9844
Step Size [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}$ C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

### L.3.6.2 Main Graphics, Analyze View



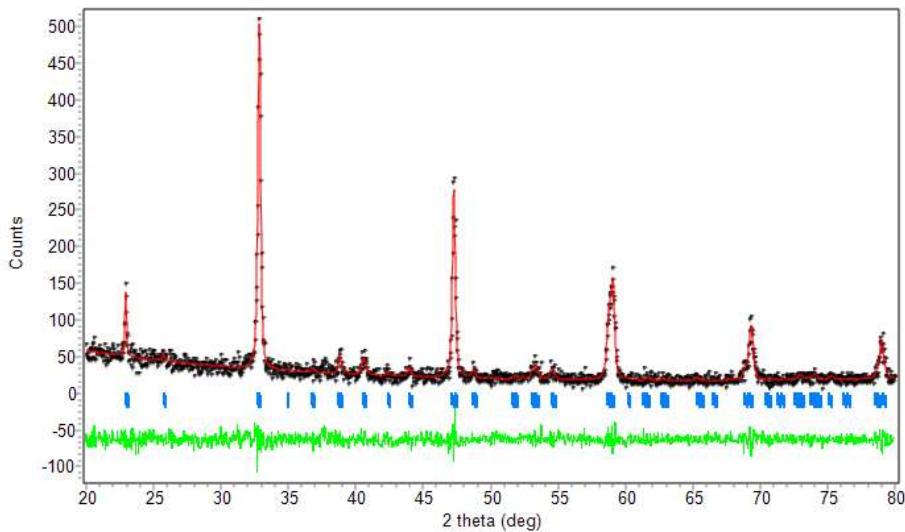
Gambar L.3.6.2 Difraktogram  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,20$ ).

### L.3.6.3 Peak List

Tabel L.3.6.3 Puncak-puncak XRD  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,20$ ).

Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
22.6986	72.26	0.1004	3.91757	11.99
23.0694	66.08	0.1338	3.85542	10.96
29.1853	81.49	0.1673	3.05994	13.52
32.1470	124.52	0.0836	2.78447	20.66
32.8898	602.83	0.0669	2.72327	100.00
33.0592	596.21	0.0669	2.70969	98.90
38.9286	33.49	0.6691	2.31360	5.56
40.6591	29.44	0.5353	2.21904	4.88
46.6203	175.37	0.1004	1.94825	29.09
47.3133	291.68	0.2342	1.92132	48.39
48.5045	64.36	0.2676	1.87688	10.68
58.0943	75.95	0.0836	1.58783	12.60
58.7718	145.25	0.1004	1.57113	24.09
69.4443	59.67	0.5353	1.35348	9.90

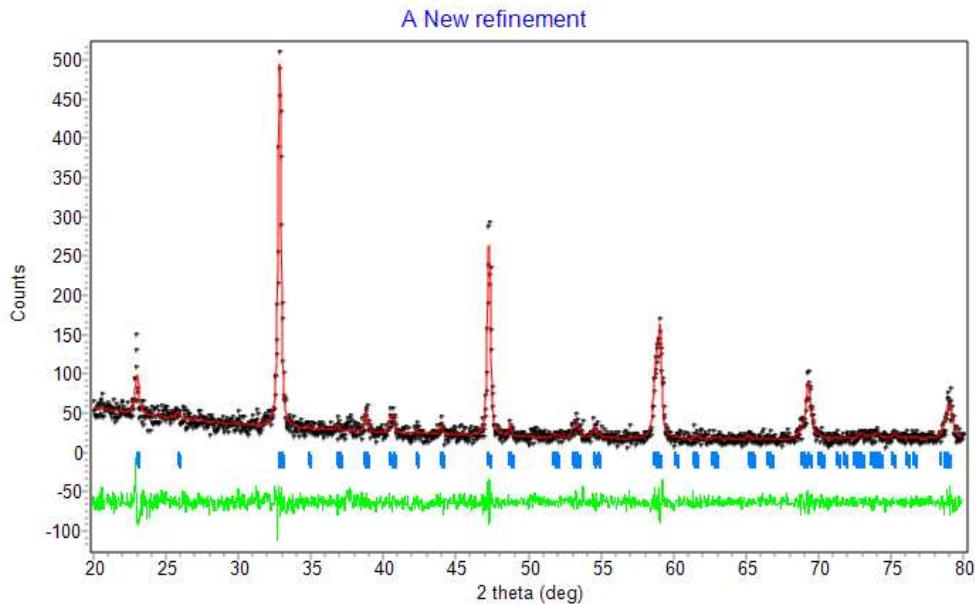
**L.3.7 Hasil Refinement**  
**L.3.7.1 CaTi<sub>x-1</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> (x=0)**



CELL PARAMETERS	=	5.395333	0.000015	0.000081			
		5.433599	0.000000	0.000000			
		7.644506	0.000025	0.000209			
		90.000008	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
RECIPROCAL CELL	=	0.185	0.184	0.131	90.000	90.000	90.000
CELL VOLUME	=	224.106918					0.006983

+	-----	-----	+			
R <sub>p</sub>		R <sub>wp</sub>		GOF		+
+	-----	-----	+			
	13.45		8.51		0.7348E-01	

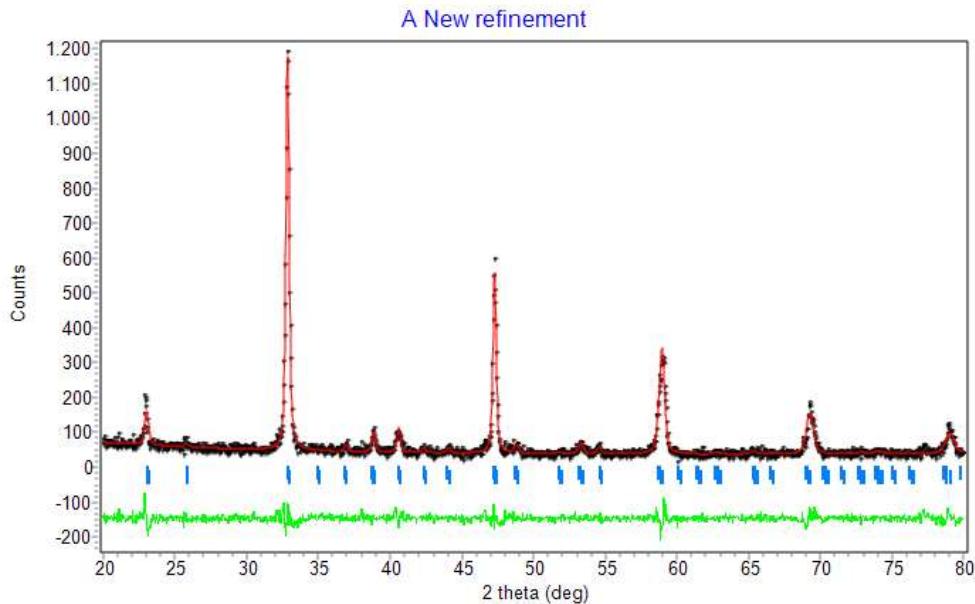
### L.3.7.2 $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0.05$ )



CELL PARAMETERS	=	5.416700	0.000000	0.000000			
		5.455000	0.000000	0.000000			
		7.686600	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
RECIPROCAL CELL	=	0.185	0.183	0.130	90.000	90.000	90.000
CELL VOLUME	=	227.124420					0.000000

+			
	R <sub>p</sub>	R <sub>wp</sub>   GOF	
+			
	14.27	13.84   0.3936E-01	

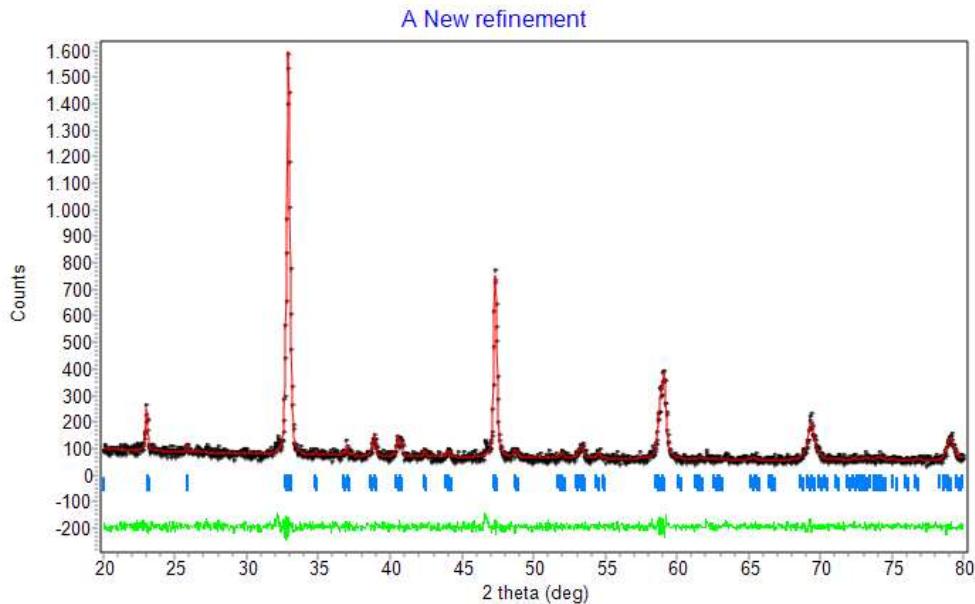
### L.3.7.3 CaTi<sub>x-1</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> (x=0,10)



CELL PARAMETERS	=	5.437900	0.000000	0.000000			
		5.438800	0.000000	0.000000			
		7.670100	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
RECIPROCAL CELL	=	0.184	0.184	0.130	90.000	90.000	90.000
CELL VOLUME	=	226.848175					0.000000

+			
	R <sub>p</sub>	R <sub>wp</sub>   GOF	
+			
	11.41	9.96   0.7757E-01	

### L.3.7.4 CaTi<sub>x-1</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> (x=0,15)



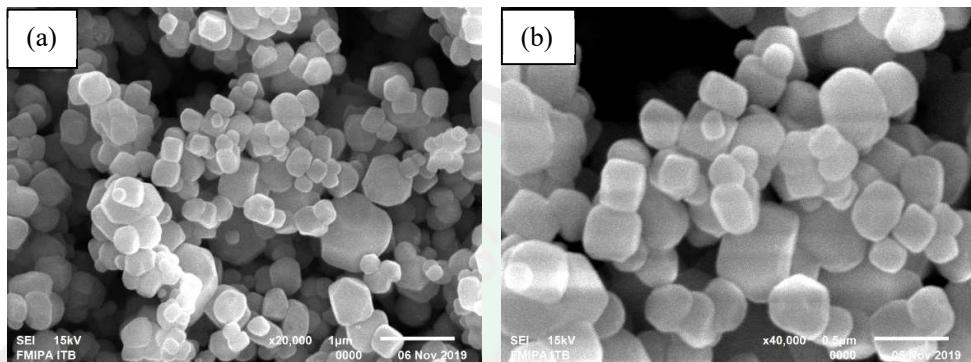
CELL PARAMETERS	=	5.408600	0.000000	0.000000			
		5.463876	0.000004	0.000302			
		7.669099	-0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
RECIPROCAL CELL	=	0.185	0.183	0.130	90.000	90.000	90.000
CELL VOLUME	=	226.636612					0.012532

+				+
	R <sub>p</sub>	R <sub>wp</sub>	GOF	
+				+
	8.87	7.41	0.7738E-01	

#### Lampiran 4. Data Analisis SEM-EDS

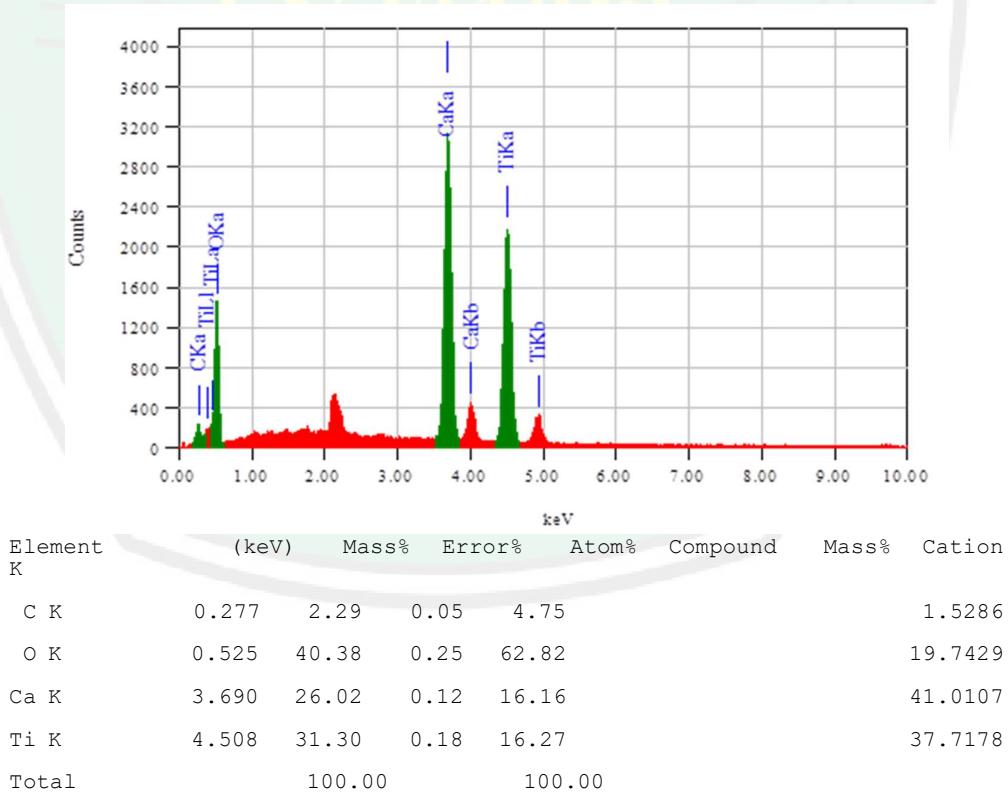
##### L.4.1 Data SEM -EDX $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0$ )

###### L.4.1.1 Data SEM



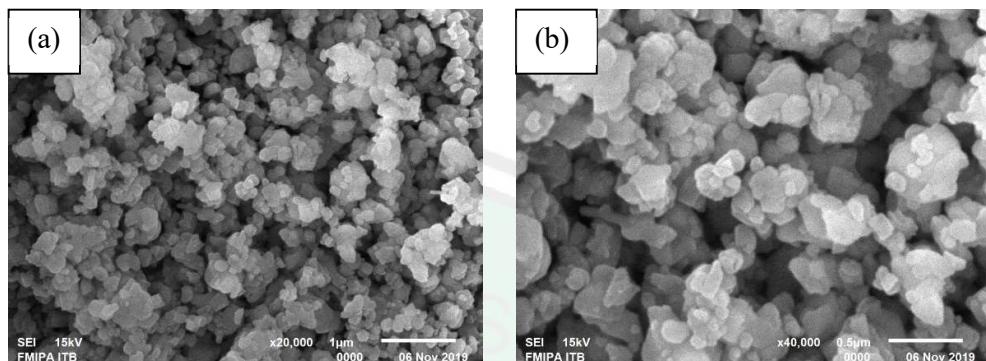
Gambar L.4.1.1 Morfologi  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada perbesaran (a) 20.000x dan (b) 40.000x.

###### L.4.1.2 Data EDX



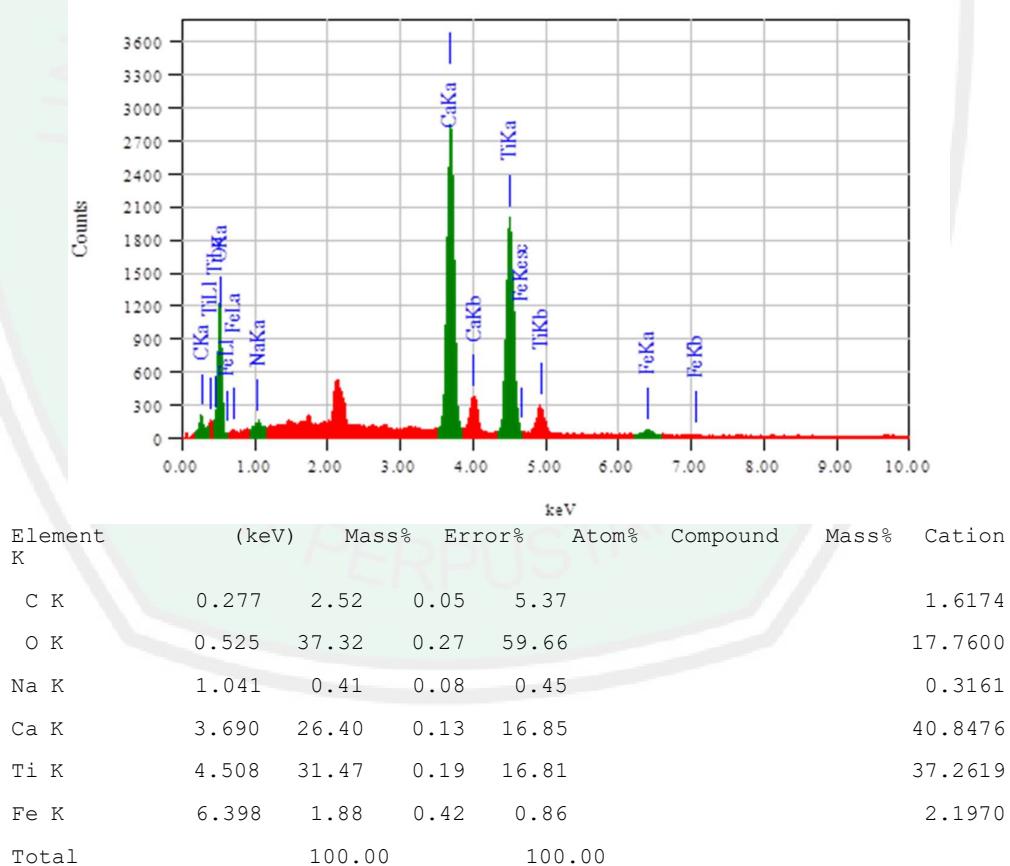
### L.4.2 Data SEM -EDX $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,05$ )

#### L.4.2.1 Data SEM



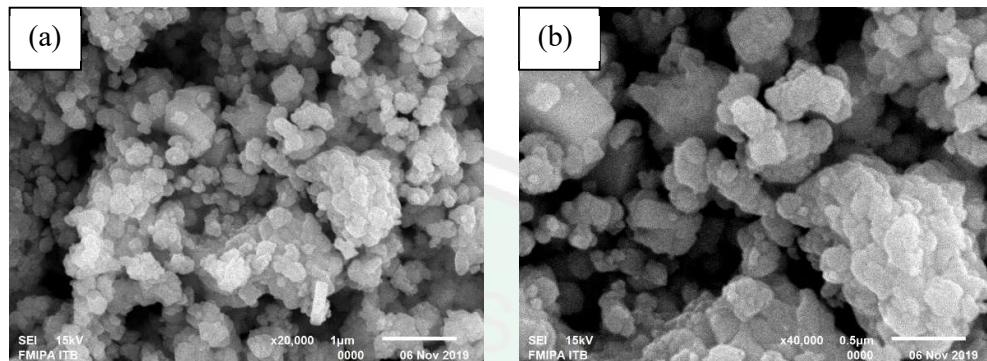
Gambar L.4.2.1 Morfologi  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,05$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada perbesaran (a) 20.000x dan (b) 40.000x.

#### L.4.2.2 Data EDX



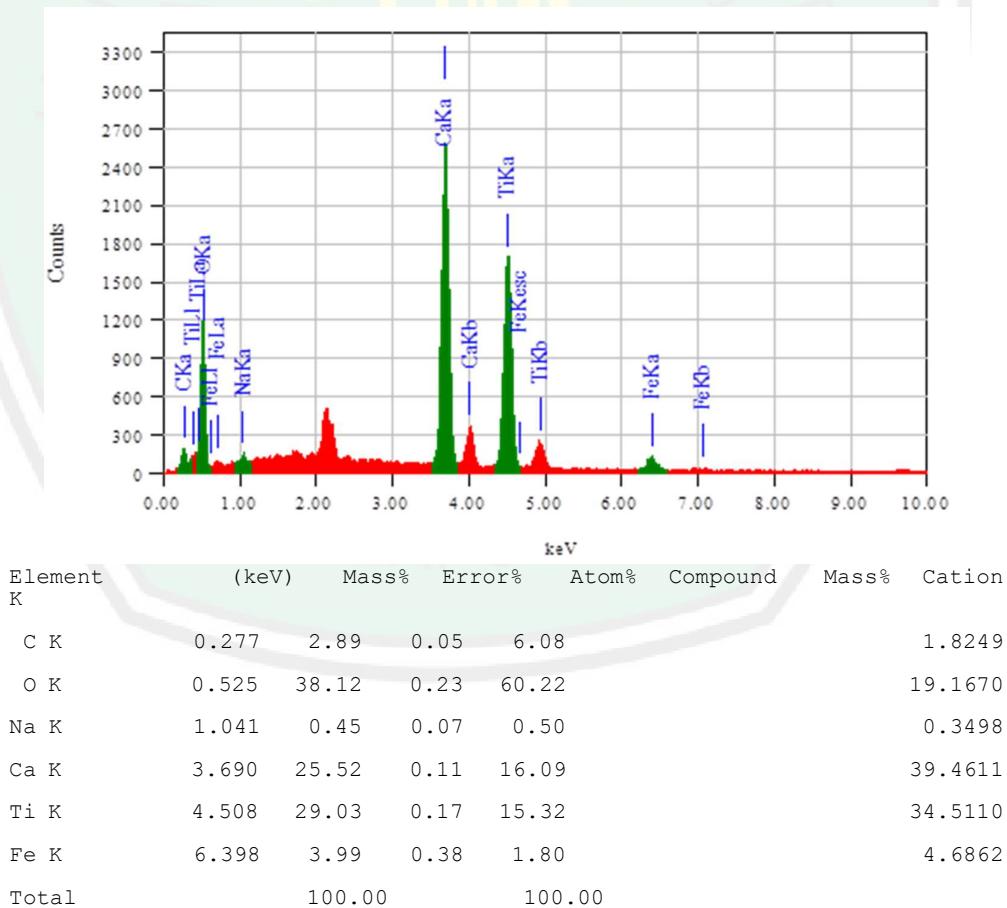
### L.4.3 Data SEM -EDX $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,10$ )

#### L.4.3.1 Data SEM



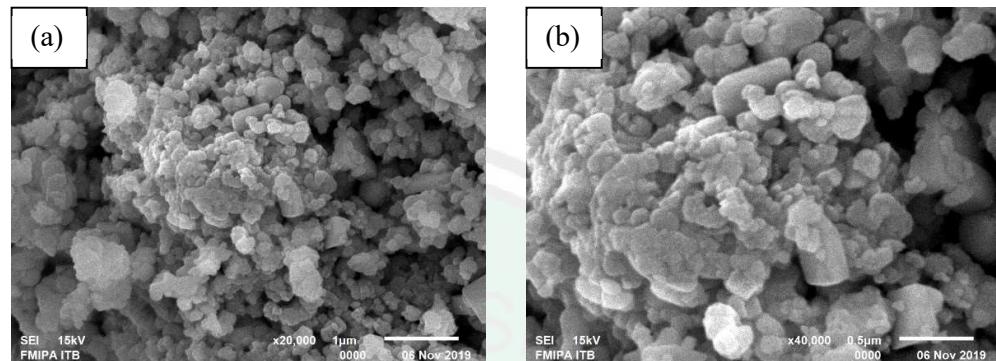
Gambar L.4.3.1 Morfologi  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,10$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada perbesaran (a) 20.000x dan (b) 40.000x.

#### L.4.3.2 Data EDX



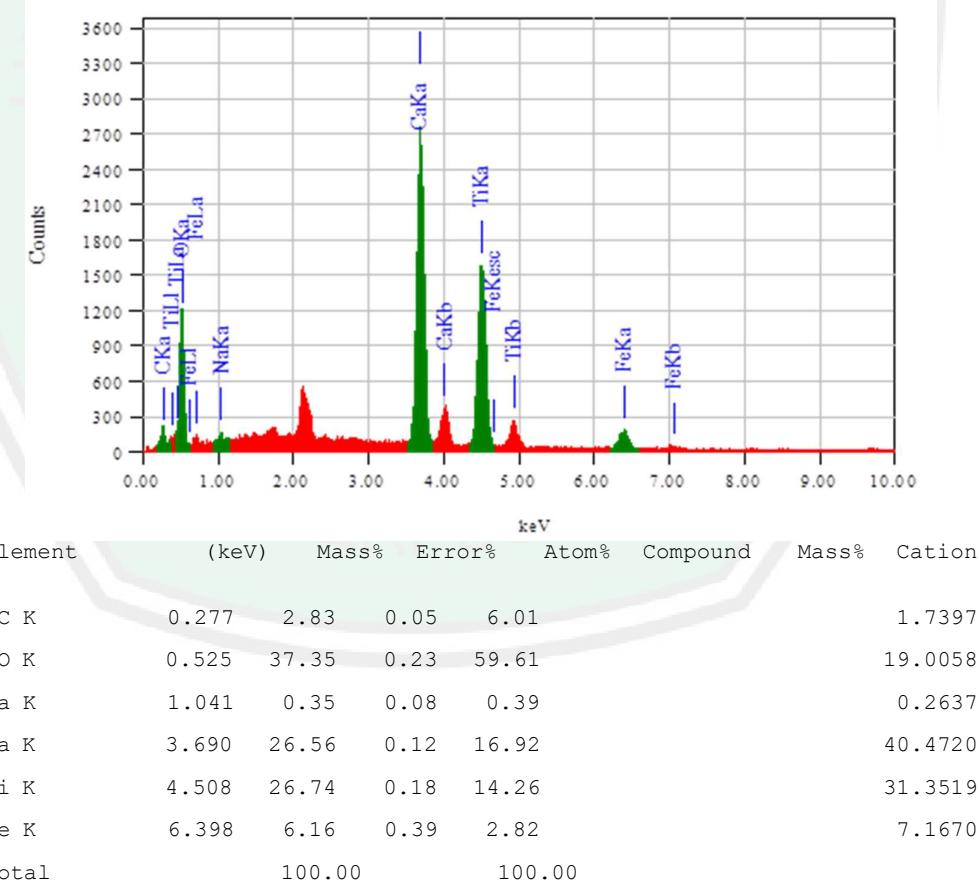
#### L.4.4 Data SEM -EDX $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,15$ )

##### L.4.4.1 Data SEM



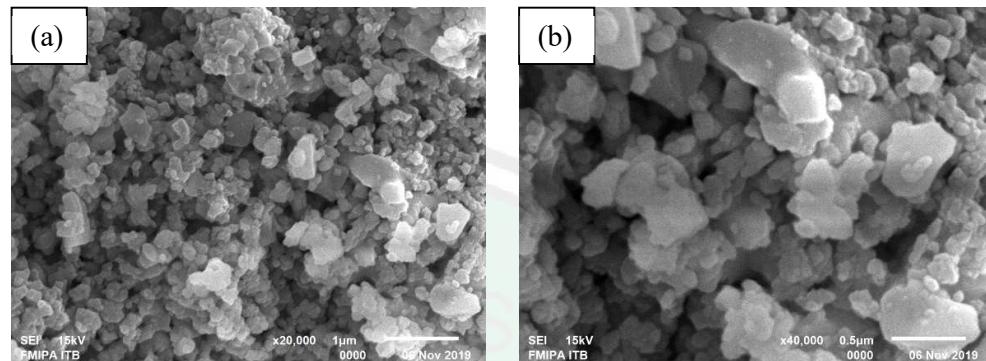
Gambar L.4.4.1 Morfologi  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,15$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada perbesaran (a) 20.000x dan (b) 40.000x.

##### L.4.4.2 Data EDX



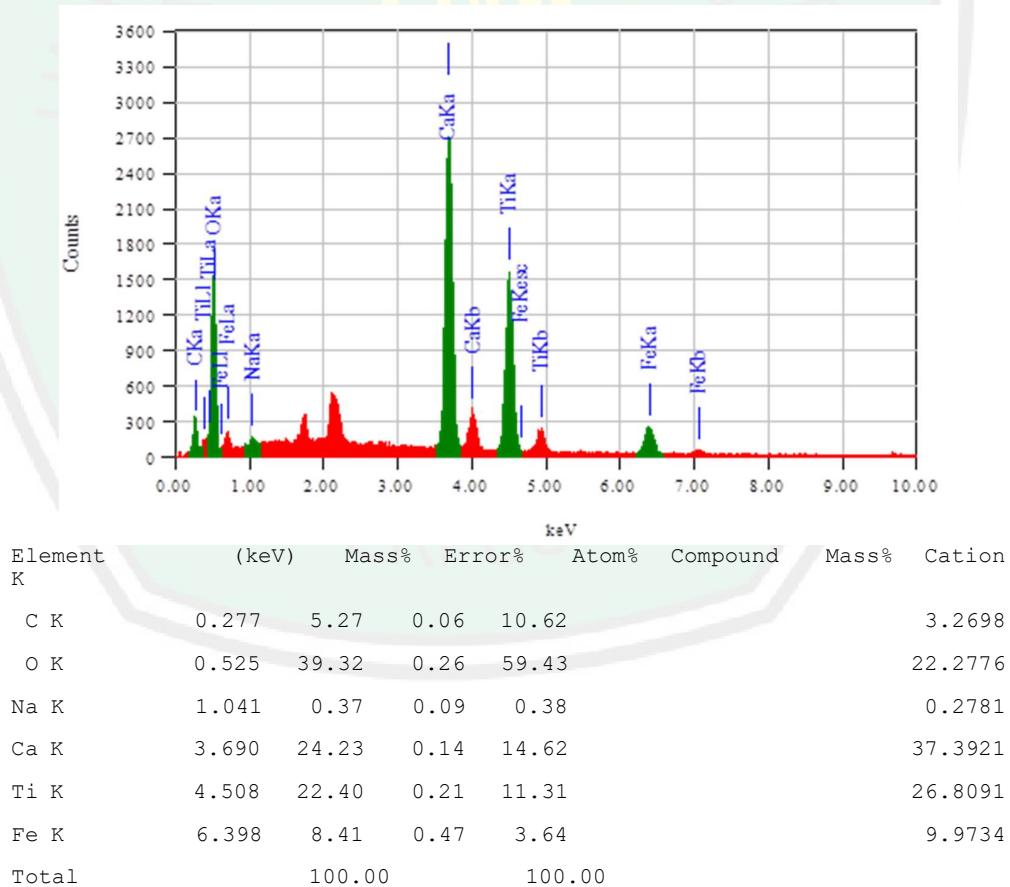
#### L.4.5 Data SEM -EDX $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ( $x=0,2$ )

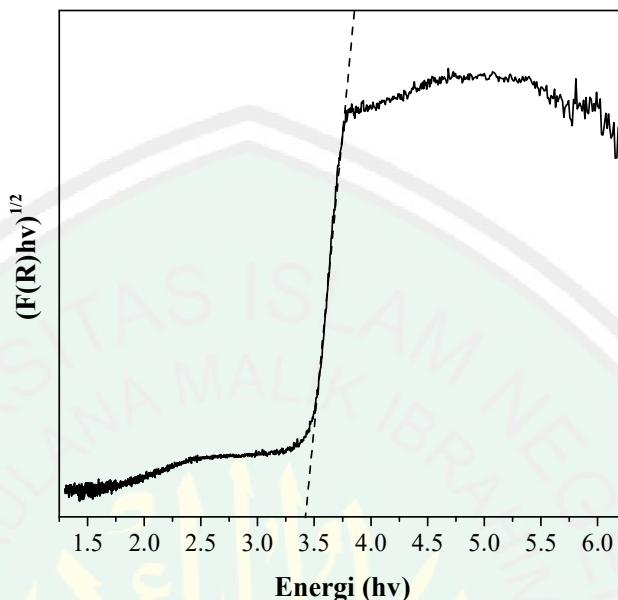
##### L.4.5.1 Data SEM



Gambar L.4.5.1 Morfologi  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0,15$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada perbesaran (a) 20.000x dan (b) 40.000x.

##### L.4.5.2 Data EDX



**Lampiran 5. Hasil Analisa DRS****L.5.1 Grafik perhitungan *band gap* CaTiO<sub>3</sub>**

Gambar L.5.1 Spektra DRS *band gap* senyawa CaTiO<sub>3</sub>.

$$3,43 \text{ eV} = \frac{4,135 \times 10^{-15} \text{ eV.s}}{\lambda} \cdot 3 \cdot 10^8 \text{ m/s}$$
$$\lambda = 3,89 \times 10^{-7} \text{ m} = 361 \text{ nm}$$

**Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian**

Gambar L.6.1 Proses penimbangan sampel.



Gambar L.6.2 Penggerusan sampel.



Gambar L.6.3 Sampel sebelum kalsinasi.



Gambar L.6.4 Sampel setelah kalsinasi.



Gambar L.6.5 Produk hasil sintesis  $\text{CaTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$  ( $x=0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ).