

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ TERDOPING VANADIUM
DENGAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL NaCl**

SKRIPSI

Oleh:
KHAWIYATUR RIV'AH AGUSTINA
NIM. 15630102



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ TERDOPING VANADIUM
DENGAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL NaCl**

SKRIPSI

Oleh:
KHAWIYATUR RIV'AH AGUSTINA
NIM. 15630102

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

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ TERDOPING VANADIUM
DENGAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL NaCl**

SKRIPSI

Oleh:
KHAWIYATUR RIV'AH AGUSTINA
NIM. 15630102

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 22 Juni 2020

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Ahmad Abtokhi, M.Pd
NIP. 19761003 200312 1 004

Mengesahkan,
Ketua Jurusan



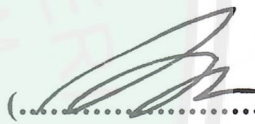

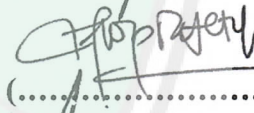

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ TERDOPING VANADIUM
DENGAN METODE LELEHAN GARAM TUNGGAL NaCl**

SKRIPSI

Oleh:
KHAWIYATUR RIV'AH AGUSTINA
NIM. 15630102

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 22 Juni 2020

Penguji Utama	: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P NIP. 19750410 200501 2 009	(..... )
Ketua Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	(..... )
Sekretaris Penguji	: Dr. Anton Prasetyo, M.Si NIP. 19770925 200604 1 003	(..... )
Anggota Penguji	: Ahmad Abtokhi, M.Pd NIP. 19761003 200312 1 004	(..... )

Mengesahkan,
Ketua Jurusan



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

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Khawiyatur Riv'ah Agustina

NIM : 15630102

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : "Sintesis dan Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping Vanadium dengan Metode Lelehan Garam Tunggal NaCl"

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

Malang, 01 Juli 2020

Yang membuat pernyataan



Khawiyatur Riv'ah Agustina
NIM. 15630102

HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

Diri saya sendiri yang telah bekerja keras sampai dititik terakhir ini

Kepada kedua orang tua Bapak Suwito dan Ibu Khalimatul Widdat yang senantiasanya memberikan do'a motivasi dan dukungan secara materi yang tiada hentinya

Kakak-kakak dan adik yang telah memberi dukungan motivasi dan do'a kakak M. Idrus Afandi beserta istrinya MbK Mila Yuni hastuti, kakak Desy Santi Rozakiyah dan adik Rosyida Maya Sabaro, Serta Keponakan yang lucu M. Silakhul Mulki

Seluruh Dosen dan Laboran Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu kepada saya

Teman-teman pendukung selama 5 tahun Laila Sukria, Fitrotul Jannah, Nende Widya Dwi Karlinda, Annazmil Fayros Latifah, Habibatun Nadhifa, dan Nurul Qomariyah yang telah memberikan masukan dikala adanya kasulitan

Team penelitian bapak Anton Prasetyo, Dwi Rahayu Novianti, Hasal Maulidaningtiyas, Aldi Dwi Prasetyo dan Nur Azzah yang memberikan masukan pada penelitian yang saya lakukan

Squad Anor Affifatur Riska Elendra, Rumaisha Eka Hardianty dan lainnya yang telah mengajarkan hal baru di lab

Teman sambat saya Dimitri Anggita Wibowo, Fitri Rokhi Indriyani, dan Laylatul Ma'rufah yang sabar mendengarkan ocehan saya dan memberikan motivasi

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur saya panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufiq dan hidayah-Nya kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi penelitian dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Bi₄Ti₃O₁₂ Terdoping Vanadium dengan Metode Lelehan Garam Tunggal NaCl”** ini. Sholawat dan salam semoga senantiasa dilimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW, keluarganya, sahabatnya dan para pengikutnya.

Skripsi ini dapat disusun dengan baik karena dukungan, motivasi serta bimbingan dari berbagai pihak. Tiada kata yang patut terucap untuk menguntai sedikit makna kebahagiaan, oleh karena itu izinkan penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Prof. Abdul Haris, M. Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M. Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku dosen pembimbing, yang selalu sabar untuk meluangkan waktu dalam memberikan bimbingan, pengarahan, dan motivasi, sehingga penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
5. Ahmad Abtokhi, M.Pd selaku dosen pembimbing agama yang selalu sabar memberikan bimbingan dan motivasi, sehingga penulisan skripsi pada bagian integrasi sains dan Al Qur'an hadist dapat terselesaikan.

6. Seluruh dosen Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan pengetahuan sebagai dasar atau pedoman bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.
7. Teman-teman yang selalu memberikan masukan, semangat, dan motivasi, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
8. Seluruh pihak yang berkontribusi dalam penulisan skripsi penelitian ini yang penulis tidak mampu menyebutkan satu per satu.

Semoga tulisan ini dapat bermanfaat dan menambah ilmu pengetahuan. Demikian skripsi penelitian ini penulis susun, semoga dapat memberikan manfaat bagi semua pihak.

Malang, 28 April 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR PERSAMAAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
مستخلص البحث	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Senyawa Bismut Titanat	6
2.2 Senyawa Bismut Titanat Sebagai Material Fotokatalis	8
2.3 Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping Vanadium	10
2.4 Karakterisasi Hasil Sintesis	11
2.4.1 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)	11
2.4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	13
2.4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)	15
2.4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Spektroskopi Raman	16
2.5 Sintesis Bismut Titanat Terdoping dengan Metode Lelehan Garam	17
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 Tahapan Penelitian	22
3.4 Prosedur Kerja	23
3.4.1 Preparasi Bahan	23
3.4.2 Sintesis Bismut Titanat dengan Metode Lelehan Garam	24

3.4.3 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan XRD	24
3.4.4 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan Spektroskopi Raman	24
3.4.5 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan SEM-EDS	24
3.4.6 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan 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

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ menggunakan Metode Lelehan Garam.....	27
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan XRD	28
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan SEM-EDS	30
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan Spektroskopi Raman	31
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan UV-Vis DRS	33
4.6 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ Berdasarkan Prespektif Islam.....	35

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran.....	39

DAFTAR PUSTAKA	40
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN.....	45
----------------------	-----------

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram alir.....	45
Lampiran 2 Perhitungan.....	47
Lampiran 3 Dokumen	53
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi XRD	54
Lampiran 5 Hasil Karakterisasi SEM-EDS.....	63
Lampiran 7 Hasil Karakterisasi UV-Vis DRS	72



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur BIT dengan bentuk ortorombik dan TiO_6 dengan bentuk oktahedral.....	7
Gambar 2.2	Mekanisme fotokatalis oleh semikonduktor.....	9
Gambar 2.3	Difraksi sinar-X pada bidang kristal.....	11
Gambar 2.4	Pola difraksi sinar-X pada $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ dengan doping (a) $x=0$, (b) $x=0,05$ dan (c) $x=0,1$	12
Gambar 2.5	Pola difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$).....	12
Gambar 2.6	Mikrograf senyawa $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ $x=0,1$ pada perbesaran: (a) 10 dan (b) $1\ \mu\text{m}$	14
Gambar 2.7	Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ pada perbesaran 6.000x untuk doping: (a) $x=0,05$, (b) $x=0,1$, (c) $x=0,15$ (b) $x=0,1$, (c) $x=0,15$, dan (d) $x=0,2$	14
Gambar 2.8	Spektra DRS pada $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ dengan doping $x=0; 0,05$ dan $0,1$	15
Gambar 2.9	Perkiraan pita energi pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan terdoping vanadium.....	16
Gambar 2.10	Spektra Raman pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$).....	17
Gambar 2.11	Mekanisme metode lelehan garam.....	18
Gambar 2.12	Pola XRD pada $(\text{Bi}_{0,985}\text{Pr}_{0,015})_4$ pada perbedaan suhu (800°C , 850°C , 900°C dan 950°C) selama 4 jam. Panel sebelah kanan perbesaran pola XRD pada $2\theta(^{\circ})=30,2$	19
Gambar 2.13	Mikrograf senyawa $(\text{Bi}_{0,985}\text{Pr}_{0,015})_4$ yang di sintesis selama 4 jam pada suhu: (a) 800 , (b) 850 , (c) 900 dan (d) 950°C	19
Gambar 2.14	Pola difraksi sinar-X sampel suhu sintering 900°C selama 8 jam dengan penambahan litium karbonat (a) 110 dan (b) 120% dengan lelehan garam NaCl	20
Gambar 2.15	Pola difraksi sinar-X sampel suhu sintering 900°C selama 8 jam dengan perbedaan penambahan litium karbonat dan lelehan garam NaCl-KCl	20
Gambar 2.16	Mikrograf SEM dengan suhu sintering 900°C selama 8 jam dengan penambahan litium karbonat: (a) 105 (b) 110 dan (c) 120%.....	21
Gambar 4.1	(a) Sampel sebelum melalui tahap pemanasan (b) Sampel setelah melalui tahap pemanasan dan (c) sampel BIT hasil sintesis metode lelehan garam dengan variasi doping vanadium ($0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,2$).....	28
Gambar 4.2	Pola difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ ($0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,2$).....	29
Gambar 4.3	Pergeseran puncak difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ ($0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,2$).....	30
Gambar 4.4	Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ pada perbesaran 10.000x untuk doping: (a) $x=0,05$, (b) $x=0,1$, (c) $x=0,15$ dan $x=0,2$	30
Gambar 4.5	Spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ (a) BIT tanpa doping (b) $x=0,05$, (c) $x=0,1$, (d) $x=0,15$ dan (e) $x=0,2$	32

Gambar 4.6	Spektra UV-Vis DRS reflektansi (%R) dan panjang gelombang dengan variasi doping vanadium $x= 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$33
Gambar 4.7	Hubungan antara $(FR*hv)^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv)34



DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Komposisi prekursor senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$).....	23
Tabel 4.1	Komposisi Penyusun $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium dengan konsentrasi dopan ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$).....	31
Tabel 4.2	Modus vibrasi khas pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,2$).....	32
Tabel 4.3	Nilai energi celah pita dan serapan sinar panjang gelombang material fotokatalis.....	34



DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1	Persamaan Kubelka-Munk.....	26
---------------	-----------------------------	----



ABSTRAK

Agustina, K.R. 2020. **Sintesis dan karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium dengan Metode Lelehan Garam Tunggal NaCl**. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
Pembimbing: Dr. Anton Prasetyo, M.Si.

Kata Kunci: $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$, dopan vanadium, lelehan garam, NaCl

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ merupakan senyawa Aurivillius lapis 3 yang tersusun dari lapis $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ dan lapis perovskit $(\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10})^{2-}$, yang berpotensi sebagai material fotokatalis sehingga dapat digunakan untuk mendegradasi limbah zat warna. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang mempunyai energi celah pita $E_g = 2,9$ eV untuk memperluas pemanfaatannya maka energi celah harus diturunkan. Salah satu usaha untuk menurunkan energi celah pita yang terlalu besar dapat dilakukan dengan metode pendopingan. Logam vanadium berpotensi digunakan sebagai doping karena mempunyai jari-jari yang mirip dengan Ti. Dalam penelitian ini akan disintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0, 0,05; 0,1; 0,15$ dan $0,2$) bertujuan untuk mengetahui struktur, morfologi, modus vibrasi raman, dan energi celah pita dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada suhu sintesis 900°C selama 8 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen teknik difraksi sinar-X (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDS), spektroskopi Raman dan UV-Vis DRS, untuk mengetahui struktur, morfologi, modus vibrasi Raman dan energi celah pita. Data XRD menunjukkan fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terbentuk dengan fasa pengotor BiNaO_3 dan $\text{NaV}_6\text{O}_{11}$. Hasil SEM-EDS menghasilkan bentuk partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ *plate-like*. Spektra Raman menghasilkan modus vibrasi khas senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan terdapat puncak pengotor pada posisi 724 cm^{-1} . Hasil UV-Vis DRS Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0, 0,05; 0,1; 0,15$ dan $0,2$) menghasilkan energi celah pita yang lebih rendah ($E_g = 1,50$ eV) dengan persen penurunan 47,7% terhadap senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tanpa doping, dan mengindikasikan dapat bekerja pada daerah sinar tampak.

ABSTRACT

Agustina, K.R. 2020. **Synthesis and Characterization of V-Doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Using Method of Single Molten Salt NaCl.** Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology Universitas Negeri Islam Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor: Dr. Anton Prasetyo, M. Si.

Keywords: $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$, doped vanadium, molten salt, NaCl

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ is a 3 layer Aurivillius compound consisting of $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ layer with $(\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10})^{2-}$ perovskite layers, having the potential as photocatalyst material usable to degrade color dye. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ has wide band gap $E_g = 2.9$ eV. In order to increase its utilization, the band gap energy must be lowered. To reduce the band gap of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, one of the commonly used strategies is doping. Vanadium has potential to be used as doping because it has ion radius that are similar to Ti. In the research $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0; 0.05; 0.1; 0.15$ and 0.2) aims to determine the structure, morphology, Raman vibrational mode, and band gap energy. were synthesized using a method of single molten salt NaCl at temperature 900°C at 8 hours. The synthesis result was characterized using X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDX), Raman spectroscopy and UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy, in order to know structure phase, morphology, Raman vibrational modes and band gap energy. Based on X-ray diffraction pattern, the crystal of all obtained $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ was successfully formed with BiNaO_3 and $\text{NaV}_6\text{O}_{11}$ at impurity phase. Scanning Electron Microscopy micrographs of $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ samples yielded plate-like crystals. The Raman spectra produced typical vibrational modes of the $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ compound with an impurity peak at position 724 cm^{-1} . The result UV-Vis DRS of $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0; 0.05; 0.1; 0.15$ and 0.2) compound showed a lower band gap energy ($E_g = 1.50$ eV) with a 47.7% reduction toward undoped the $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ compound, indicating it can work in the visible area.

مستخلص البحث

أكوستينا، ك.ر. 2020. التوليف وتوصيف $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ منشطات الفاناديوم باستخدام طريقة تدويب الملح الواحد كلوريد الصوديوم. رسالة الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج.

المشرف: (1) الدكتور أنتون فراستيو، الماجستير

الكلمات المفتاحية: $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ، منشطات الفاناديوم، تدويب الملح، كلوريد الصوديوم

أن $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ عبارة عن مركب أوريفيليون الطبقة الثالثة تتكون من طبقة $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ وطبقة البيروفسكايت $(\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10})^2$ ، التي لديها القدرة كمحفز ضوئي بحيث يمكن استخدامها لتحطيم الأصباغ. و التي لديها فجوة الفرقة $E_g = 2,9 \text{ eV}$ لتوسيع استخدامها فيجب تقليل طاقة الفجوة. واحد من العمل لتقليل طاقة فجوة الفرقة الكبيرة جدا باستخدام طريقة المنشطات. يمكن استخدام معدن الفاناديوم كمنشطات لأنه يحتوي على الأصابع تشبه Ti. في هذا البحث سيتم توليف المركب $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0, 0,05; 0,1; 0,15 \text{ dan } 0,2$) لتحديد هيكل ومورفولوجيا ووضع اهتزاز رامان وطاقة فجوة النطاق باستخدام طريقة تدويب الملح الواحد كلوريد الصوديوم في درجة حرارة التوليف 900 درجة لمدة 8 ساعات. تميزت نتائج التوليف باستخدام أدوات تقنية حيود الأشعة السينية، والمسح المجهر الإلكتروني (SEM-EDS)، رامان الطيفي و UV-Vis DRS لمعرفة الهيكل والمورفولوجيا ووضع الاهتزاز رامان وطاقة فجوة الفرقة. دلت بيانات XRD مرحلة $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ التي تتكون من مرحلة نجاسة BiNaO_3 و $\text{NaV}_6\text{O}_{11}$. انتجت نتائج SEM-EDS شكل جسيمات $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ *plate-like*. وانتجت أطياف رامان الوضع الاهتزازي النموذجي لمركبات $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ وهناك ذورة النجاسة في الموضع 724 سم⁻¹. نتائج UV-Vis DRS مركبة $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0, 0,05; 0,1; 0,15 \text{ dan } 0,2$) تنتج طاقة فجوة الفرقة أقل ($E_g = 1.50 \text{ eV}$) مع انخفاض بنسبة 47.7% في مركبات $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ غير المسطحة وتشير أن تعمل في المنطقة المرئية.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri tekstil yang pesat menyebabkan meningkatnya limbah zat warna seperti Rhodamin B, metil oranye, metilen biru dan zat warna tekstil lainnya. Beberapa metode penanganan limbah zat warna telah dikembangkan antara lain metode adsorpsi, lumpur aktif, bioremediasi, koagulasi, filtrasi membran, elektrolisis dan fotokatalisis (Cui dkk., 2016; Liu dkk., 2017; Meerbergen dkk., 2017; Xu dkk., 2018).

Sebagai makhluk hidup yang berakal kita dilarang berbuat kerusakan dimuka bumi seperti yang telah dijelaskan dalam Firman Allah SWT Al-Qur'an surat Al-A'raf ayat 56 yang berbunyi:

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

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

Allah SWT melarang perbuatan yang menimbulkan kerusakan di muka bumi. Allah melarang manusia berbuat kerusakan yang tidak diperbaiki kembali, merusak sumber kehidupan di muka bumi (melakukan pencemaran) dan berbuat maksiat, hal tersebut dapat membahayakan hamba Allah. Dan Allah memerintahkan kepada mereka untuk menyembah-Nya dan berdoa kepada-Nya serta berendah diri dan memohon belas kasihan-Nya (Ibnu Katsir, 2008). Allah menciptakan segala sesuatu dimuka bumi agar dapat dimanfaatkan sebaik-baiknya, upaya menjaga lingkungan dengan cara

mensintesis senyawa yang dapat memanfaatkan sinar matahari dan dapat diaplikasikan untuk menangani kerusakan lingkungan seperti pencemaran air yang dapat diolah menggunakan material fotokatalis.

Fotokatalisis merupakan salah satu metode yang paling banyak dikembangkan. Fotokatalisis adalah proses yang terjadi ketika material semikonduktor dikenai cahaya dimana material semikonduktor menyerap foton dengan energi yang sama atau lebih besar dari energi celah pita, sehingga elektron bebas akan mengalami eksitasi dari pita valensi ke pita konduksi, dan meninggalkan *hole* positif (h^+) pada pita valensi (Huang dkk., 2016; Liu dkk., 2017). Beberapa material semikonduktor yang bisa digunakan sebagai material fotokatalis adalah TiO_2 (Wang dkk., 2018), ZnO /sepiolit (Akkari dkk., 2018), Bi_2WO_6 (Yan dkk., 2017), BiVO_4 (Regmi dkk., 2019), CdS , dan V_2O_5 (Tong dkk., 2018) CuInSe_2 (Karthikeyan dkk., 2017), dan senyawa Aurivillius fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Chen dkk., 2016; Liu dkk., 2016; Zhao dkk., 2013).

Material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) merupakan salah satu golongan material Aurivillius lapis tiga. Material Aurivillius mempunyai rumus kimia $A_{n-1}\text{Bi}_2\text{B}_n\text{O}_{3n+3}$ di mana kation A dapat berupa ion Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} dan Bi^{3+} sedangkan kation B dapat berupa Ti^{4+} , Nb^{5+} , W^{6+} , Fe^{3+} , V^{5+} Mn^{4+} dan logam transisi lainnya (Petrovic dan Bobic, 2018). BIT terbentuk dari lapis $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ dan lapis perovskit yang memiliki rumus $(\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10})^{2-}$ yang terdiri dari 3 lapis TiO_6 dengan bentuk oktahedral dan dua lapis $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ yang berada pada sumbu c . Struktur pita BIT tersusun atas orbital $\text{Ti}^{4+} 3d$ dan $\text{Bi} 6p$ pada pita konduksi dan pada pita valensi tersusun dari orbital $\text{O} 2p$ dan $\text{Bi} 6s$ (Chen dkk., 2016; Gu dkk., 2017; Liu dkk., 2017). Material BIT dilaporkan berpotensi dalam beberapa bidang di antaranya adalah bahan feroelektrik yang mempunyai kegunaan antara lain sebagai resistivitas

elektrik (Tang dkk., 2018), teknologi sensor magnet, akuator, dan piezoelektrik transduser (Barranco dkk., 2018), dan fotokatalis sebagai pendegradasi polutan organik (Zhao dkk., 2013).

Sebagai material fotokatalis senyawa BIT mempunyai energi celah pita sebesar ($E_g = 2,95$ eV) sehingga aktifitas fotokatalis kurang efisien dan laju kombinasi tinggi. Salah satu usaha untuk memecahkan masalah tersebut adalah dengan melakukan pendopongan dengan logam, Chen dkk. (2016) melaporkan modifikasi kromium pada BIT dengan variasi doping kromium ($x = 0-0,5$), menghasilkan ukuran partikel kristal yang dihasilkan semakin kecil dengan bertambahnya doping kromium pada BIT dan pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Cr}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,5$) bentuk partikel yang dihasilkan mengalami aglomerasi. Xia dkk. (2016) melaporkan doping Fe pada senyawa BIT menghasilkan pergeseran *peak* 117 sebagai hasil dari mengganti ion Ti^{4+} (0,0605 nm) yang lebih kecil oleh ion Fe^{3+} (0,0645 nm) yang lebih besar dan hasil karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) diperoleh hasil bahwa ukuran butir lebih seragam dan padat.

Gu dkk. (2016) melaporkan BIT didoping vanadium dengan variasi doping ($x = 0; 0,05; 0,1$) menghasilkan kristalinitas yang tinggi pada doping 0,1 dan menghasilkan energi celah pita yang lebih kecil diantaranya 2,67 eV dengan doping ($x = 0,05$) dan 2,37 eV pada doping ($x = 0,1$). Dan hasil aktivitas fotokatalis V-BIT dapat meningkatkan laju degradasi zat warna Rhodamin B mencapai 95% pada 120 menit dari laju BIT murni yaitu 60% pada 120 menit.

Beberapa pihak melakukan reaksi pendopongan pada senyawa BIT dengan metode reaksi kimia padatan yang menggunakan suhu tinggi sehingga mempunyai peluang terjadi perubahan bilangan oksidasi dari logam pendoping. Sehingga

digunakan metode lelehan garam karena memiliki simetri kristalografi yang rendah dan laju pertumbuhan tinggi (Zhao dkk., 2014). Selain itu reaktan yang digunakan berupa padatan yang dapat bereaksi dengan lelehan garam, lelehan garam merupakan metode yang sederhana dan transfer masanya cepat melalui difusi (Zhou dkk., 2016).

Liu dkk. (2016) melaporkan sintesis BIT yang didoping dengan Fe^{3+} dengan variasi doping ($x = 0,02$; $0,04$; dan $0,06$), hasil karakterisasi menggunakan alat difraksi sinar-X (XRD) diperoleh hasil bahwa kristalinitas paling besar dihasilkan pada doping Fe ($x= 0,02$) pada $2\theta(^{\circ}) = 30,5$, tetapi hasil SEM menghasilkan ukuran partikel yang tidak seragam. Zhang dkk. (2018) juga melaporkan sintesis BIT terdoping Pr dengan metode lelehan garam dan variasi suhu yang digunakan 800 , 850 , 900 , dan 950°C , hasil pengukuran XRD menunjukkan bahwa ukuran partikel kristal yang kecil ditunjukkan pada suhu 800°C dengan pergeseran $2\theta(^{\circ}) = 30,2$. Hal ini menunjukkan bahwa metode lelehan garam mempunyai peluang digunakan untuk mensintesis senyawa BIT terdoping vanadium sebagai material fotokatalis.

Berdasarkan uraian di atas perlu dilakukan penelitian tentang sintesis material BIT terdoping vanadium (V^{3+}) dengan menggunakan metode lelehan garam NaCl. Untuk mengetahui pengaruh material terdoping terhadap struktur, morfologi dan perubahan energi celah pita yang akan dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD, SEM, UV-Vis DRS dan Spektroskopi Raman

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana struktur, morfologi, modus vibrasi raman dan energi celah pita dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15$ dan $0,2$) yang didoping dengan logam vanadium?

1.3 Tujuan

Mengetahui struktur, morfologi, modus vibrasi raman dan energi celah pita dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15$ dan $0,2$) yang didoping dengan logam vanadium.

1.4 Batasan Masalah

1. Dalam sintesis ini menggunakan rasio mol BIT/NaCl 1:7.
2. Suhu sintering yang digunakan 900°C .

1.5 Manfaat

Mengetahui pengaruh doping vanadium pada BIT dengan metode lelehan garam tunggal NaCl pada struktur, morfologi, perubahan lokal struktur dan energi celah pita dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

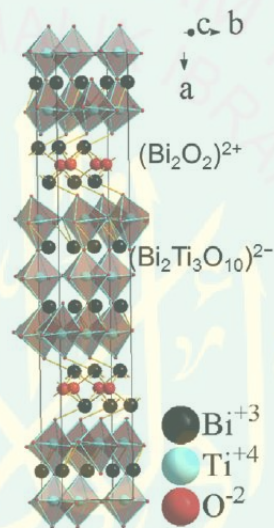
2.1 Senyawa Bismut Titanat

Senyawa Aurivillius tersusun atas lapis bismut $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ dan lapisan perovskit $(\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1})^{2-}$ dengan A adalah kation besar (dari 1,34 sampai 1,61 Å) yang memiliki bilangan koordinasi 12 seperti Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Bi^{3+} sedangkan kation B memiliki ukuran jari-jari atom sekitar 0,59-0,65 Å seperti Ti^{4+} , Nb^{5+} , Ta^{5+} , dan lainnya, n adalah jumlah lapisan oktahedral TiO_6 , Contoh senyawa Aurivillius adalah $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$, $\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$, $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$, ($n=2$) $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($n=4$) dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ($n=3$) (Petrovic dan Bobic, 2018).

BIT merupakan senyawa Aurivillius lapis tiga yang tersusun atas lapis perovskit $(\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10})^{2-}$ dan lapisan bismut oksida $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$. Senyawa BIT memiliki bentuk monoklinik di bawah suhu ruang, selain itu BIT memiliki struktur ortorombik pada suhu ruang dengan parameter kisi $a= 5,41$ Å, $b= 5,448$ Å, dan $c= 32,84$ Å, ketika suhu pemanasan dinaikkan bentuk struktur akan berubah menjadi tetragonal pada fasa paraelektrik (Jardiel dkk., 2008; Petrovic dan Bobic, 2018; Zhang dkk., 2018). Menurut Liu dkk. (2016) senyawa BIT murni memiliki grup ruang $Aba2$ dengan struktur kristal ortorombik. Chen dkk. (2016) melaporkan bahwa BIT memiliki grup ruang yaitu $Fmmm$ pada struktur kristal ortorombik, grup ruang BIT berubah setelah didoping dengan logam transisi. Struktur senyawa BIT ditampilkan pada Gambar 2.1 (Gu dkk., 2017).

BIT telah banyak dikaji mengenai sifat fisikokimia oleh beberapa peneliti karena dianggap memiliki keragaman struktural, metode sintesis yang sederhana,

stabilitas kimia yang tinggi dan kualitas optik yang tinggi. BIT memiliki sifat feroelektrik, luminesensi, dan fotoelektrik (Cui dkk., 2016). Selain itu BIT juga memiliki kemampuan fotokatalis yang digunakan sebagai pendegradasi polutan organik dan pemisahan air (Zhao dkk., 2013). Sifat feroelektrik BIT mempunyai kegunaan pada bidang sensor, perangkat optik, kapasitor dan fotokatalis (Liu dkk., 2017) resistivitas elektrik (Tang dkk., 2018), akutator dan piezoelektrik transduser (Barranco dkk., 2018).



Gambar 2.1 Struktur BIT dengan bentuk ortorombik dan TiO_6 dengan bentuk oktahedral (Gu dkk., 2017)

Allah SWT menciptakan segala sesuatu tanpa ada yang tidak memiliki manfaat, banyak peneliti yang mengembangkan dan meneliti senyawa Aurivillius yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti dalam bidang lingkungan.

Firman Allah SWT dalam Al-Qur'an surat Shad ayat 27 yang berbunyi:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ذَلِكُمْ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنْ

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

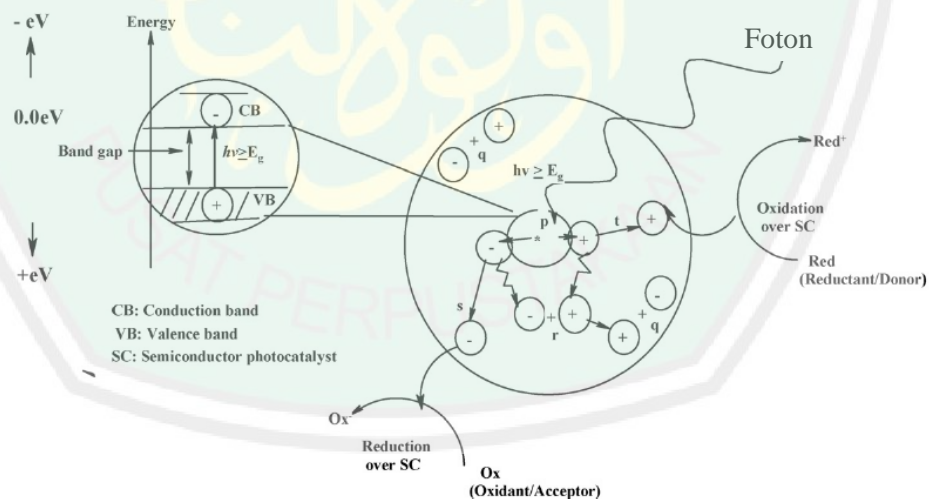
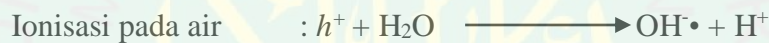
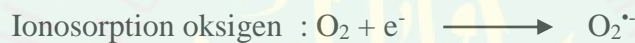
Menurut tafsir Quraish Shihab (2002) Allah tidak menciptakan langit dan bumi beserta semua yang ada di antara keduanya dengan sia-sia. Allah SWT menceritakan bahwa tidak sekali-kali Dia menciptakan makhluk-Nya dengan main-main, melainkan Dia ciptakan mereka supaya mereka menyembah-Nya dan mengesakan-Nya (Ibnu Katsir, 2008). Sebagai hamba Allah yang berakal dapat memanfaatkan ciptaan Allah dengan baik seperti membuat material fotokatalis yang dapat digunakan untuk mendegradasi limbah cair (zat warna), pemanfaatan sinar matahari yang kaya akan energi foton dapat bereaksi dengan material fotokatalis sehingga dapat meminimalisir limbah zat warna.

2.2 Senyawa Bismut Titanat Sebagai Material Fotokatalis

Reaksi fotokatalisis terbagi menjadi dua yaitu secara heterogen dan homogen, pada beberapa tahun terakhir penggunaan reaksi fotokatalisis heterogen banyak digunakan karena aplikasinya untuk lingkungan, energi dan senyawa organik (Khan dkk., 2015). Fotokatalisis merupakan metode yang menggunakan katalis dengan bantuan sinar matahari yang dapat digunakan untuk degradasi polutan organik pada limbah cair, katalis yang digunakan merupakan material semikonduktor.

Mekanisme fotokatalis ditampilkan pada Gambar 2.2 ketika foton diserap material semikonduktor dimana energi foton sama dengan atau energi yang lebih tinggi dari energi celah pita, elektron bebas akan mengalami eksitasi ke tempat kosong pada pita konduksi dan meninggalkan *hole* positif (h^+) pada pita valensi

(Huang dkk., 2016). *Hole* positif (h^+) pada pita valensi dapat bereaksi dengan air atau dengan gugus fungsi (OH^-) yang dioksidasi membentuk $\text{OH}\cdot$ dan elektron akan bereaksi dengan oksigen membentuk anion radikal superoksida $\text{O}_2^{\cdot-}$. Kedua radikal tersebut merupakan oksidator kuat sebagai pendegradasi polutan organik sehingga menghasilkan CO_2 dan H_2O (Khan dkk., 2015). Fotokatalis yang efisien *hole* positif dan elektron yang tereksitasi harus dipisahkan dan menempati permukaan masing-masing pada semikonduktor, agar terjadi reaksi reduksi dan reaksi oksidasi (Hisatomi dkk., 2015). Adapun reaksi dijelaskan pada persamaan berikut (Gaya dan Abdullah, 2008):



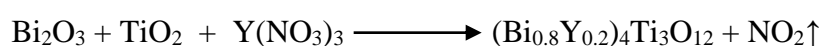
Gambar 2.2 Mekanisme fotokatalis oleh semikonduktor (Gaya dan Abdullah, 2008)

Senyawa BIT merupakan material semikonduktor yang memiliki energi celah pita yang relatif besar ($E_g = 2,91 \text{ eV}$), material semikonduktor memiliki

celah pita yang baik untuk digunakan sebagai material fotokatalis karena memiliki celah pita $E_g = \sim 3.20$ eV (Khan, 2018; Liu dkk., 2016). Namun senyawa BIT dengan celah pita $E_g = 2,91$ eV kurang efisien sebagai material fotokatalis, karena hanya dapat menyerap sinar di daerah sinar tampak. Untuk menurunkan energi celah pita yang tinggi dan meningkatkan kinerja fotokatalitik dapat digunakan beberapa metode seperti doping dengan kation atau anion, dimodifikasi dengan logam mulia, atau berkomposisi dengan semikonduktor lain (Liu dkk., 2017).

2.3 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping Vanadium

Metode doping merupakan salah satu upaya untuk menurunkan energi celah pita yang terlalu besar pada senyawa BIT dengan meningkatkan penyerapan material semikonduktor ke arah sinar tampak menggunakan metode substitusi ion logam transisi (Chen dkk., 2016). Ion logam yang dapat digunakan sebagai dopan harus memiliki ukuran ion radius yang hampir mirip dengan ion yang digantikan, untuk substitusi pada bagian kation B dengan ukuran antara $0,59 - 0,65$ Å (Petrovic dan Bobic, 2018). Logam vanadium memiliki ukuran jari-jari ion yang hampir mirip dengan ukuran jari-jari ion Ti^{4+} yaitu $0,605$ Å sedangkan V^{5+} $0,54$ Å, sehingga V^{5+} mudah disubstitusikan kedalam kisi kristal BIT (Gu dkk., 2017). Efimenko dkk. (2015) mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Yttrium dengan menggunakan metode presipitasi, dengan menggunakan prekursor Bi_2O_3 , TiO_2 , dan $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ sebagai dopan. Reaksi sebagai berikut:



Berdasarkan reaksi tersebut menyatakan bahwa Yttrium menggantikan sebagian ion Bismut pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ hal ini dikarenakan ukuran jari-jari Y^{3+} ($1,04$ Å) mirip dengan ukuran Bi^{3+} ($1,17$ Å) (Efimenko dkk., 2015).

2.4 Karakterisasi Hasil Sintesis

2.4.1 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)

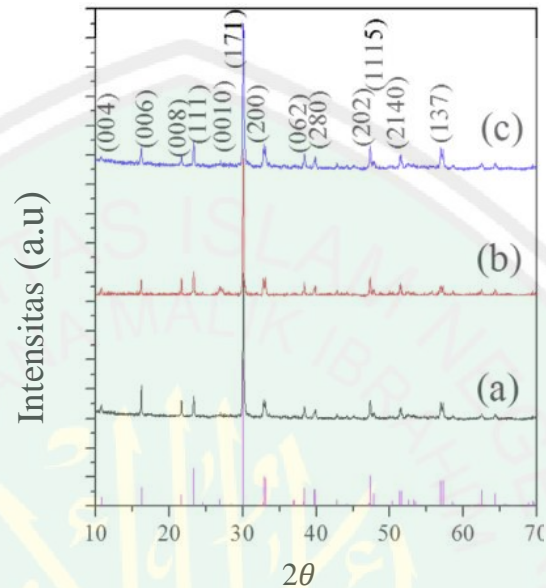
Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang antara 0,001-10 nm. Sinar-X dihasilkan dengan memanaskan filamen tungsten dalam vakum yang kemudian dipercepat dengan potensial tinggi dan diarahkan ke logam target yang kemudian menghasilkan sinar-X. Difraksi sinar-X menurut hukum Bragg menyatakan bahwa kristal terdiri dari bidang-bidang kisi kristal yang transparan dan difraksi sinar-X radiasi akan tersebar konstruktif atau destruktif, interferensi konstruktif merupakan hamburan sinar-X yang saling menguatkan sedangkan interferensi destruktif yaitu hamburan yang saling meniadakan. Sinar-X yang ditembakkan ke bidang kristal akan menghasilkan intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang, hamburan interferensi konstruktif sesuai dengan hukum Bragg (Epp, 2016):



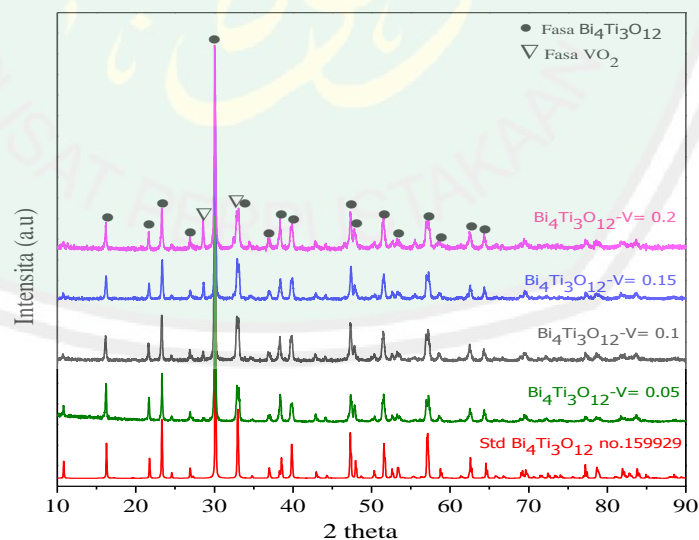
Gambar 2.3 Difraksi sinar-X pada bidang kristal (Epp, 2016)

Gu dkk. (2017) melaporkan sintesis BIT terdoping V^{5+} dengan menggunakan metode sol-gel dan hidrotermal, variasi vanadium yang digunakan yaitu ($x = 0; 0,05; 0,1$). Pola difraksi sinar-X senyawa hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 2.4 yang menunjukkan kristalinitas yang tinggi, tetapi pada variasi

doping $x = 0,05$ muncul *peak* pada puncak difraksi pada posisi $2\theta(^{\circ}) = 25$ (0010) yang merupakan pengotor. Pada doping $x = 0,1$ menghasilkan pola difraksi puncak yang tajam hal ini menunjukkan bahwa kristalin yang dihasilkan bagus.



Gambar 2.4 Pola difraksi sinar-X pada $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ dengan doping (a) $x=0$, (b) $x=0,05$, dan (c) $x=0,1$ (Gu dkk., 2017)

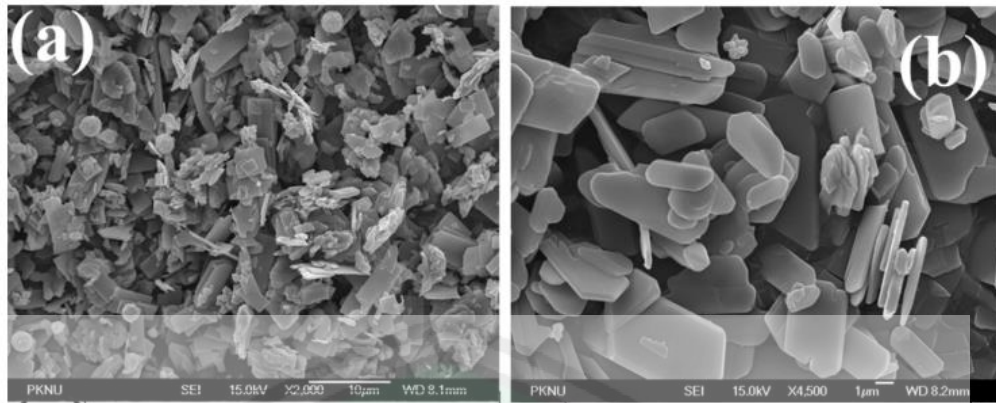


Gambar 2.5 Pola difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) (Handayani, 2018)

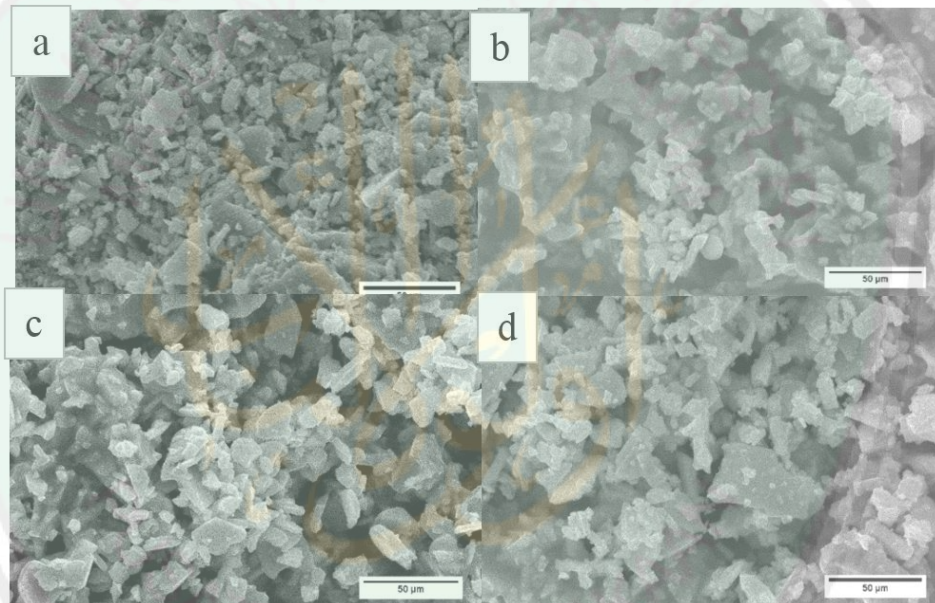
Handayani (2018) melaporkan sintesis senyawa BIT terdoping V^{5+} dengan variasi doping yang digunakan ($x= 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) dengan menggunakan metode sintesis *solid-state*. Hasil pola difraksi sinar-X ditampilkan pada Gambar 2.5 menghasilkan pola difraksi produk memiliki kemiripan dengan standar BIT dan ditemukan fasa pengotor VO_2 .

2.4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

SEM menggunakan berkas elektron terfokus yang bereaksi dengan sampel untuk menghasilkan gambar topologi dan komposisi sampel (Mutalib dkk., 2017). Ketika elektron bereaksi dengan sampel akan menghasilkan emisi sinyal yang berbeda seperti *Secondary Electron* (SE), *Backscattering Electron* (BSE), dan sinar-X yang khas yang kemudian dideteksi dengan detektor masing-masing, selain itu menghasilkan panas, sinar (UV, Vis, dan IR) dan elektron yang diserap oleh sampel. Beberapa interaksi tersebut dapat mengetahui luas area sampel dan komposisi kimia sampel (Silva and Ferri, 2017). Interaksi utama adalah SE dengan hamburan yang tidak elastis sedangkan BSE merupakan hamburan elastis. SE dihasilkan dari emisi elektron valensi dari penyusun atom, sedangkan BSE merupakan elektron berenergi tinggi, BSE mengandung informasi yang terkait dengan daerah dalam spesimen (Yoshida dkk., 2016). Hasil karakterisasi dengan menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.6 dan diperoleh hasil bahwa morfologi partikel berbentuk *plate-like* dengan ketebalan $\sim 10\text{-}50$ nm dengan panjang sisi rata-rata $1\text{-}10$ μm .



Gambar 2.6 Mikrograf senyawa $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ $x = 0,1$ pada perbesaran: (a) 10 dan (b) 1 μm (Gu dkk., 2017)

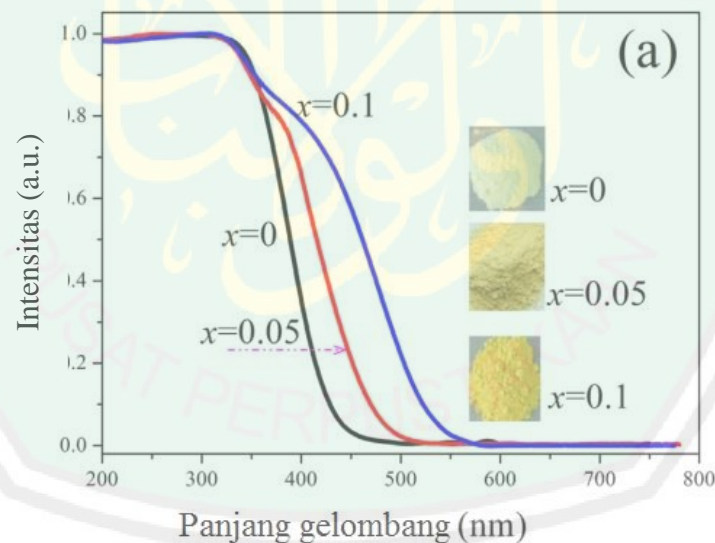


Gambar 2.7 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ pada perbesaran 6.000x untuk doping: (a) $x = 0,05$, (b) $x = 0,1$, (c) $x = 0,15$, dan (d) $x = 0,2$ (Handayani, 2018)

Handayani (2018) melaporkan sintesis senyawa BIT terdoping V^{5+} dengan variasi doping yang digunakan ($x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) dengan menggunakan metode sintesis *solid-state*. Hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan bentuk *plate-like* yang ditampilkan pada Gambar 2.7

2.4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)

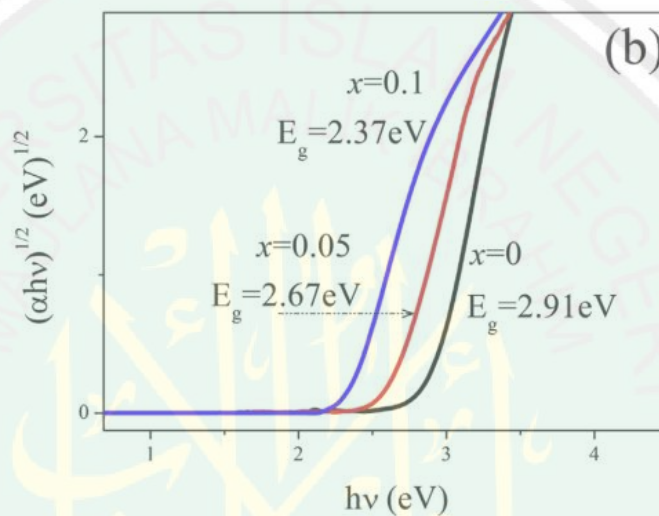
Teknik karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS digunakan untuk mengetahui sifat penyerapan suatu material, pada material semikonduktor penyerapan reflektan untuk memperkirakan energi celah pita suatu material. Metode karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS adalah interaksi antara elektromagnetik dengan sampel untuk memperoleh sifat yang menarik. Interaksi elektromagnetik dengan sampel akan menghasilkan difus reflektan, spekular reflektan, refraksi, adsorpsi, emisi dan hamburan elastis (Rayleigh). Difus reflektan merupakan sumber sinar yang berinteraksi dengan bidang yang tidak rata pada kristal (Yurdakal dkk., 2019).



Gambar 2.8 Spektra DRS pada $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ dengan doping $x = 0; 0,05$ dan $0,1$ (Gu dkk., 2017)

Hasil karakterisasi dengan menggunakan UV-Vis DRS ditampilkan pada Gambar 2.8 energi celah pita yang dihasilkan pada doping $x = 0,05$ yaitu $2,67 \text{ eV}$

dan panjang gelombang berubah dari 426 nm menjadi 450 nm, pada doping $x = 0,1$ energi celah pita yang dihasilkan 2,37 eV dengan pergeseran panjang gelombang 600 nm. Pengaruh dari substitusi V^{5+} dapat memperkecil energi celah pita yang ditampilkan pada Gambar 2.9 yang menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi dopan V^{5+} semakin kecil energi celah pita yang dihasilkan (Gu, dkk., 2017).

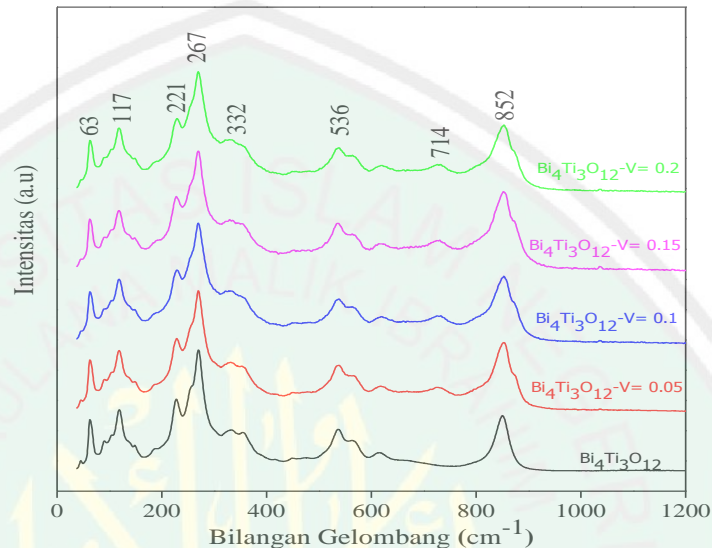


Gambar 2.9 Perkiraan pita energi pada $Bi_4Ti_3O_{12}$ dan terdoping vanadium (Gu dkk., 2017)

2.4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Spektroskopi Raman

Raman spektroskopi digunakan untuk mempelajari vibrasi atom atau beberapa atom pada molekul berdasarkan hamburan sinar. Sinar yang dihamburkan ada 2 jenis yaitu hamburan Rayleigh (elastis) dan hamburan Raman (inelatis) hamburan Raman merupakan hamburan inelastis dari sinar laser yang berinteraksi dengan sampel. Hamburan Raman terjadi ketika vibrasi molekul menghasilkan perubahan polarisasi pada molekul, hamburan Raman dapat dikategorikan sebagai anti-stokes atau stokes. Anti-stokes yaitu hamburan yang

memiliki frekuensi lebih besar dari hamburan sinar datang, sedangkan stokes yaitu hamburan yang memiliki frekuensi lebih kecil dari hamburan sinar datang (Goh dkk., 2017).



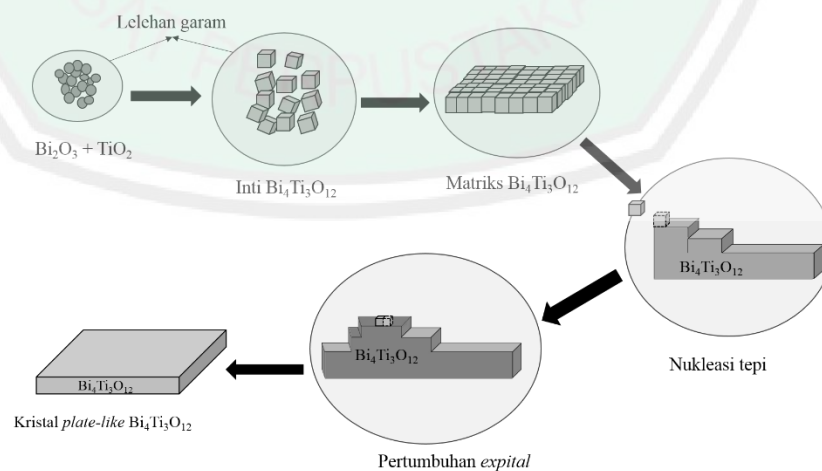
Gambar 2.10 Spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) (Handayani, 2018)

Handayani, (2018) melaporkan sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium dengan variasi doping ($x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$). Hasil spektra Raman memiliki pola yang mirip dengan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, pada spektra membuktikan bahwa dopan V^{5+} menyebabkan terbentuknya modus vibrasi baru pada bilangan gelombang 714 cm^{-1} . Hurley, dkk (2011) menyatakan bahwa modus vibrasi 714 cm^{-1} tersebut merupakan mode vibrasi khas dari senyawa VO_2 .

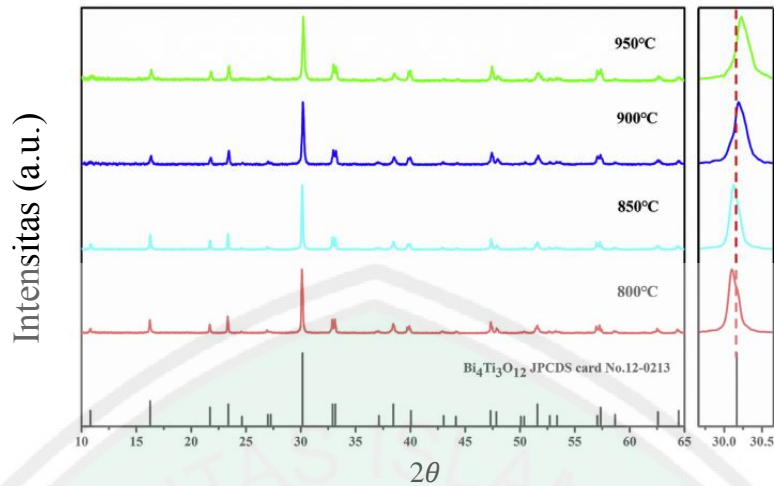
2.5 Sintesis Bismut Titanat Terdoping dengan Metode Lelehan Garam

Metode lelehan garam merupakan metode yang sederhana, serbaguna, dan ramah lingkungan yang dapat digunakan untuk sintesis kemurnian yang tinggi

dengan memperhatikan komposisi dan morfologi. Lelehan garam dapat membentuk fase cair pada suhu di atas titik leleh dari garam yang dipilih, garam tersebut bertindak sebagai pelarut yang digunakan untuk pelarutan difusi dan pengendapan (Xue dkk., 2018). Selain itu metode lelehan garam pada umumnya dapat digunakan untuk sintesis partikel anisotropik pada suhu rendah dan untuk mengurangi agregat pada partikel hasil sintesis (Zhao dkk., 2014). Menurut Ebrahimi dkk. (2003) mekanisme pembentukan *plate-like* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ melalui tahapan proses sintesis metode lelehan garam yaitu disolusi reaktan, transfer reaktan, nukleasi dan pertumbuhan produk ditampilkan pada Gambar 2.11. Metode lelehan garam dapat meningkatkan suhu karena memiliki transfer massa pada fase cair dengan cara difusi, suhu sintesis pada lelehan garam yang tinggi akan menghasilkan kualitas struktur kristal yang bagus sebagai hasil sintesis (Zhou dkk., 2016). Garam yang digunakan untuk metode lelehan garam antara lain NaCl , KCl , Na_2SO_4 dan sebagainya. Selain garam tunggal adapula garam campuran yang dapat digunakan antara lain: NaCl-KCl , NaOH-KOH , $\text{NaNO}_3\text{-KNO}_3$, $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$, $\text{Li}_2\text{SO}_4\text{-Na}_2\text{SO}_4$ (Xue dkk., 2018).

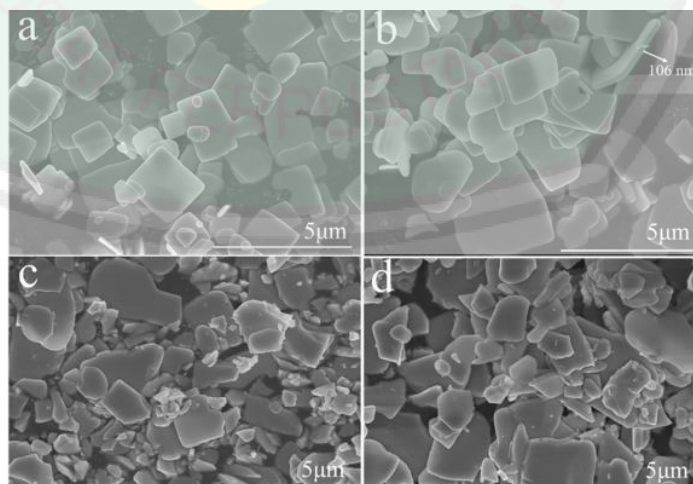


Gambar 2.11 Mekanisme metode lelehan garam (Zhao dkk., 2014)



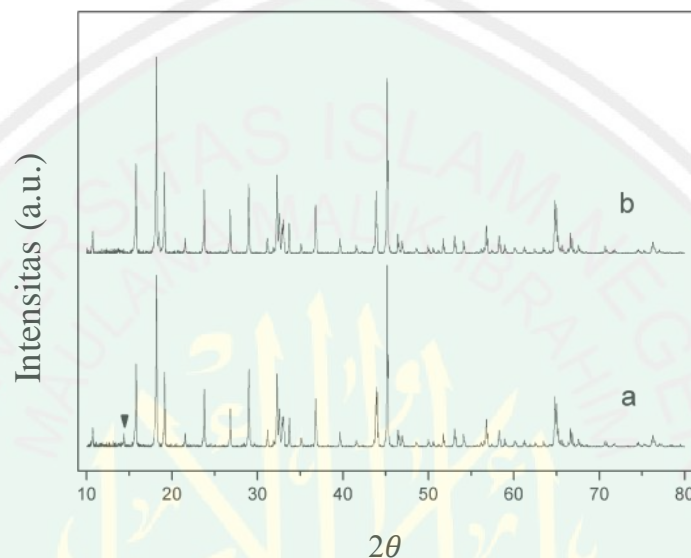
Gambar 2.12 Pola XRD pada $(\text{Bi}_{0,985}\text{Pr}_{0,015})_4$ pada perbedaan suhu (800, 850, 900 dan 950°C) selama 4 jam. Panel sebelah kanan perbesaran pola XRD pada $2\theta = 30,2^\circ$ (Zhang dkk., 2018)

Zhang dkk. (2018) mensintesis BIT terdoping Pr dengan menggunakan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl yang divariasi suhu mulai dari $800-950^\circ\text{C}$ selama 4 jam. Hasil pola difraksi sinar-X yang ditampilkan pada Gambar 2.12 diketahui bahwa BIT yang diperoleh adalah murni dengan *grup ruang* $Aba2$ dan berubah menjadi $Fm\bar{3}m$ karena pemanasan dengan parameter kisi $a = 5,41 \text{ \AA}$, $b = 5,448 \text{ \AA}$, dan $c = 32,84 \text{ \AA}$, dan tidak terdapat fase pengotor.

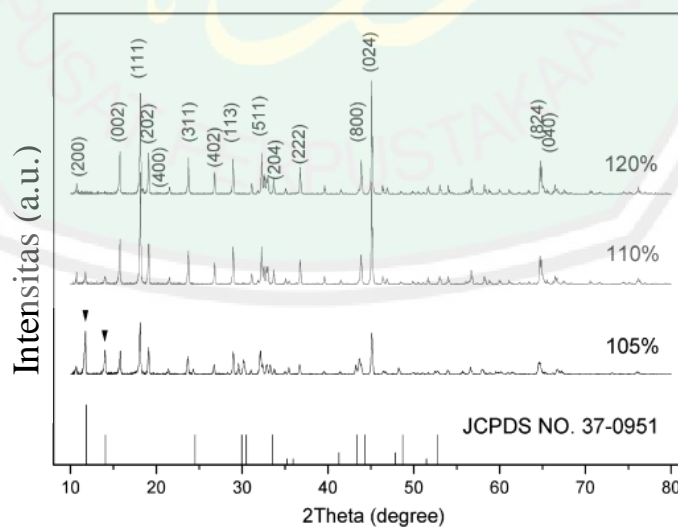


Gambar 2.13 Mikrograf senyawa $(\text{Bi}_{0,985}\text{Pr}_{0,015})_4$ yang di sintesis selama 4 jam pada suhu: (a) 800, (b) 850, (c) 900 dan (d) 950°C (Zhang dkk., 2018)

Hasil karakterisasi SEM ditampilkan pada Gambar 2.13 menunjukkan bahwa morfologi dengan pemanasan suhu 800 dan 850°C menghasilkan bentuk *plate-like*, dengan ketebalan *sheet* 106 nm dan menghasilkan bentuk yang seragam (0,5 – 2 μm). Pada suhu sintering 900 dan 950°C merubah bentuk morfologi dari *plate-like* menjadi tidak teratur dan *sheet* menjadi lebih tebal.



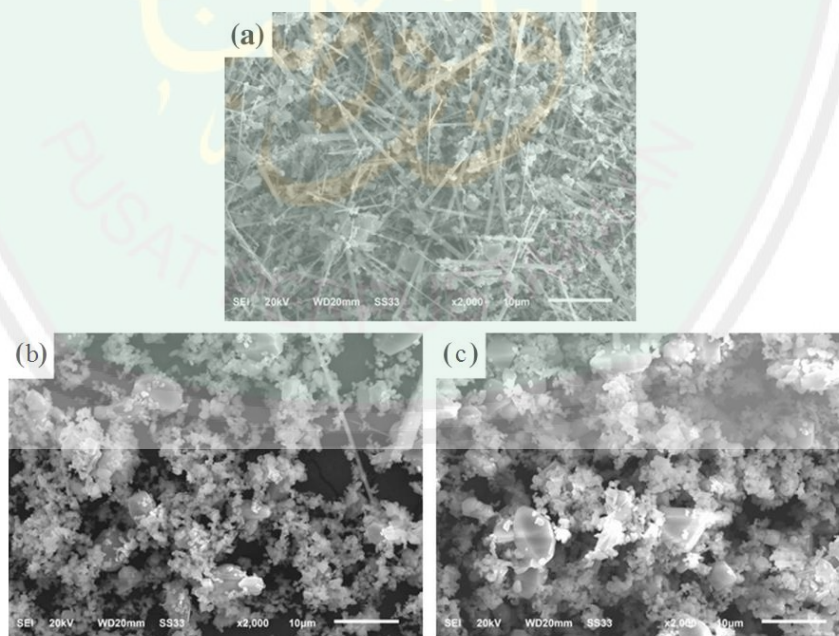
Gambar 2.14 Pola difraksi sinar-X sampel suhu sintering 900°C selama 8 jam dengan penambahan litium karbonat (a) 110 dan (b) 120% dengan lelehan garam NaCl (Yin dkk., 2015)



Gambar 2.15 Pola difraksi sinar-X sampel suhu sintering 900°C selama 8 jam dengan perbedaan penambahan litium karbonat dan lelehan garam NaCl-KCl (Yin dkk., 2015)

Yin dkk. (2016) mensintesis $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_6\text{O}_{14}$ dengan menggunakan metode lelehan garam NaCl dan lelehan garam campuran NaCl-KCl , dan penambahan litium karbonat 105, 110, dan 120% dengan pemanasan pada suhu 900°C selama 8 jam. Pola difraksi sinar-X senyawa produk ditampilkan pada Gambar 2.14 dan diketahui bahwa produk utama $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_6\text{O}_{14}$ dapat diperoleh tetapi pada penambahan litium karbonat 110% terbentuk fasa pengotor. Pola difraksi sinar-X senyawa yang disintesis dengan garam campuran NaCl-KCl yang ditampilkan pada Gambar 2.15 diperoleh produk utama $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_6\text{O}_{14}$ tetapi pada penambahan litium karbonat 105 dan 110% terdapat fasa pengotor $\text{Na}_2\text{Ti}_6\text{O}_{13}$.

Hasil karakterisasi SEM ditampilkan pada Gambar 2.16 menunjukkan morfologi senyawa $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_6\text{O}_{14}$ menghasilkan bentuk *whisker* dengan ukuran diameter $0,5 \mu\text{m}$ dan panjang yang beragam, bentuk *whisker* berkurang dengan besarnya penambahan litium karbonat.



Gambar 2.16 Mikrograf senyawa $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_6\text{O}_{14}$ dengan suhu sintering 900°C selama 8 jam dengan penambahan litium karbonat: (a) 105 (b) 110 dan (c) 120% (Yin dkk., 2015)

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Juni - Desember 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 UV-Vis DRS.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain Bi₂O₃ (Aldrich, 99,9% serbuk), TiO₂ (Aldrich, 99,9% serbuk), V₂O₃ (Sigma Aldrich), NaCl (Aldrich, 99,5% serbuk), aseton, AgNO₃ dan akuades.

3.3 Tahapan 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 bismut titanat terdoping V³⁺ dengan metode lelehan garam

Proses ini mencakup sintesis dengan metode lelehan garam pada suhu 900°C dengan garam tunggal 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 senyawa/fasa yang terbentuk, karakterisasi perubahan lokal struktur dan identifikasi modus vibrasi dengan spektroskopi Raman, analisa morfologi, komposisi, dan ukuran partikel produk sintesis dengan SEM-EDS, dan mengetahui energi celah pita produk sintesis menggunakan UV-Vis DRS.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Bahan

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) dilakukan dengan cara mencampur prekursor secara stoikiometri, dengan banyaknya jumlah prekursor Bi_2O_3 , TiO_2 , dan V_2O_3 yang digunakan disesuaikan dengan perhitungan stoikiometri ditampilkan pada Tabel 3.1. Prekursor dihomogenkan dengan cara digerus menggunakan *mortar agate* selama 1 jam dan ditambahkan dengan aseton untuk menghomogenkan sampel. Sampel kemudian dikalsinasi pada suhu 700°C selama 6 jam, kemudian sampel didinginkan pada suhu ruang (Marella, 2017).

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

Target Senyawa	Massa Target (gram)	Massa pereaksi (gram)			
		Bi_2O_3	TiO_2	V_2O_3	NaCl
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	4	3,1823	0,8187	-	1,3967
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	4	3,1820	0,8053	0,0128	1,3966
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	4	3,1815	0,7913	0,0256	1,3965
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12}$	4	3,1811	0,7773	0,0384	1,3963
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{V}_{0,2}\text{O}_{12}$	4	3,1806	0,7639	0,0512	1,3961

3.4.2 Sintesis Bismut Titanat dengan Metode Lelehan Garam

Campuran sampel yang telah halus dicampurkan dengan garam NaCl dengan perbandingan mol 1:7. Campuran tersebut dihomogenkan dengan digerus dalam *mortar agate* selama 1 jam. Dikalsinasi pada suhu 900°C selama 8 jam. Hasil produk dikeluarkan dari tanur dan diletakkan di atas kertas saring dan disaring menggunakan corong *Buchner*. Sampel dicuci beberapa kali menggunakan aquades panas untuk menghilangkan garam alkali dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 75°C sampai kering (Marella, 2017; Zhao dkk., 2014).

3.4.3 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ 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 $K\alpha$ pada 40 kV dan 30 mA pada rentang 2θ ($^\circ$) = 10-90 (Ranieri dkk., 2013).

3.4.4 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan Spektroskopi Raman

Karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi Raman khas produk sintesis. Karakterisasi menggunakan sumber sinar laser hijau dengan panjang gelombang 532 nm pada rentang bilangan gelombang 50-1200 cm^{-1} (Ranieri dkk., 2013).

3.4.5 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi, ukuran partikel dan komposisi unsur penyusun produk sintesis.

Pengukuran dengan menggunakan SEM-EDS akan dilakukan pada perbesaran 3.000, 10.000, dan 30.000 kali.

3.4.6 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ 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 (Gu dkk., 2017; Zhang dkk., 2018).

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 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ yang terdapat pada database *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD). 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 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ hasil sintesis (Ranieri dkk., 2013).

3.5.2 Analisis Data Spektroskopi Raman

Hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ yang dikarakterisasi dengan spektroskopi Raman berupa spektra yang merupakan modus vibrasi Ramannya. Dari spektra yang diperoleh akan diidentifikasi jenis modus vibrasinya dan akan dibandingkan dengan literatur (Ranieri dkk., 2013).

3.5.3 Analisis Data SEM-EDS

Hasil karakterisasi SEM-EDS berupa gambar yang berisi morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur-unsur penyusun senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$. Gambar hasil karakterisasi diolah menggunakan piranti lunak *image-J* (Handayani, 2018).

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 (Gu dkk., 2017; Yurdakal dkk., 2019).

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

dengan $F(R)$ adalah faktor Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorpsi molar, S adalah koefisien *scattering*, dan R adalah nilai reflektan yang diukur. Nilai energi celah pita ditentukan dari membuat plot 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 Planck. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai x ($h\nu =$ energi celah pita) ketika $y = 0$ (Gu dkk., 2017; Yurdakal dkk., 2019).

BAB IV

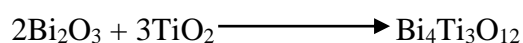
HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) dengan menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl, pada suhu pemanasan 900°C selama 8 jam, dengan rasio mol senyawa BIT dengan garam NaCl 1:7. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan (a) XRD untuk identifikasi fasa senyawa yang terbentuk, (b) SEM-EDS untuk mengetahui morfologi partikel, (c) spektroskopi Raman untuk identifikasi modus vibrasi Raman, dan (d) UV-Vis DRS untuk menghitung energi celah pita.

4.1 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ menggunakan Metode Lelehan Garam

Sintesis senyawa BIT menggunakan prekursor Bi_2O_3 , TiO_2 dan V_2O_3 , dengan metode lelehan garam tunggal NaCl. Tahap awal dilakukan dengan mencampurkan semua prekursor Bi_2O_3 , TiO_2 dan V_2O_3 dengan digerus menggunakan mortar kemudian dipanaskan pada suhu 700°C selama 6 jam tanpa menggunakan garam yang bertujuan untuk mencegah penguapan bismut oksida, hal ini karena titik leleh bismut oksida adalah 817°C .

Pada proses penggerusan ditambahkan dengan aseton untuk membuat campuran antar prekursor menjadi homogen. Pada tahap berikutnya ditambahkan garam NaCl sebagai media reaksi dan dipanaskan pada suhu 900°C , suhu ini sudah di atas titik leleh dari NaCl sehingga diharapkan NaCl akan meleleh dan menjadi media reaksi antar prekursor. Reaksi prekursor yang diharapkan sebagai berikut:





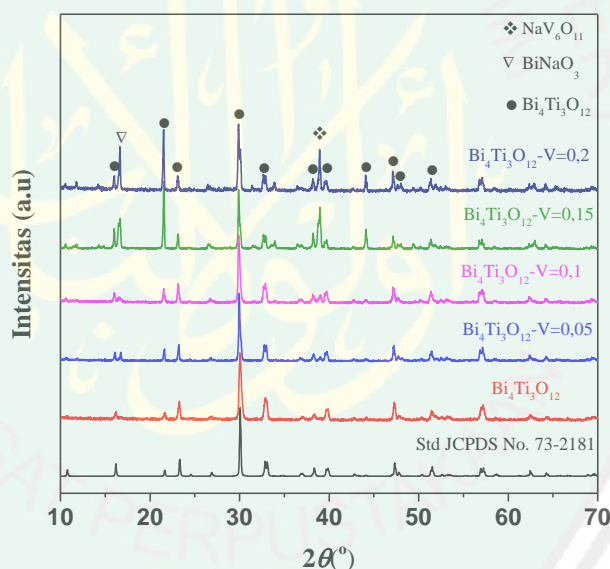
Gambar 4.1 (a) sampel sebelum melalui tahap pemanasan (b) Sampel setelah melalui tahap pemanasan dan (c) Sampel BIT hasil sintesis metode lelehan garam dengan variasi doping vanadium (0,05; 0,1; 0,15 dan 0,2)

Gambar 4.1 (a) menunjukkan perubahan warna sampel setelah penambahan logam vanadium, senyawa BIT tanpa didoping menghasilkan warna kuning muda, sedangkan sampel yang didoping dengan vanadium menghasilkan warna kuning tua dan kuning kemerahan dengan meningkatnya doping vanadium. Hal ini disebabkan karena adanya vanadium yang tersubstitusi ke dalam kisi BIT.

4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan XRD

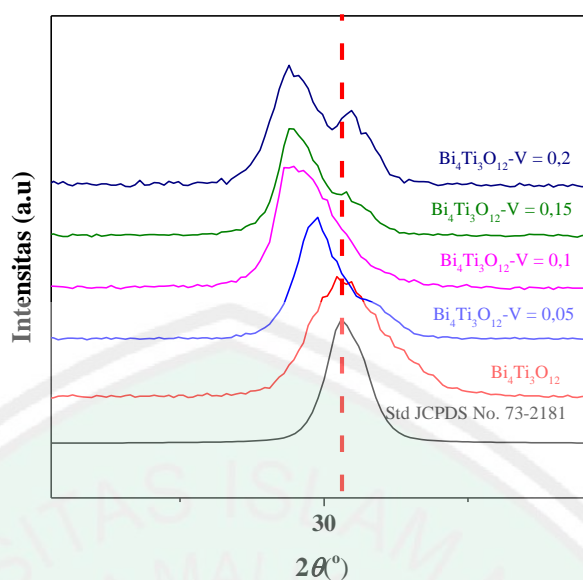
Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa dan sistem kristal dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$). Pola difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) ditampilkan pada Gambar 4.2. Dari data yang diperoleh kemudian dicocokkan dengan data standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ pada *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) No. 73-2181, diperoleh senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang mirip dengan standar, akan tetapi terdapat

fasa pengotor. Fasa pengotor yang terbentuk adalah senyawa $\text{NaV}_6\text{O}_{11}$ dan BiNaO_3 , fasa pengotor yang terbentuk dapat disebabkan karena reaksi antara prekursor Bi_2O_3 , V_2O_5 dengan NaCl . Menurut Rorvik, dkk. (2008) pembentukan pengotor dapat disebabkan karena NaCl yang dapat bereaksi dengan prekursor membentuk senyawa baru. Komponen oksida $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ akan bereaksi dengan LiCl membentuk senyawa intermediet dan akan kembali terurai menjadi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan LiCl (Hayashi, dkk., 1986) hal ini menyatakan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium kembali terurai tetapi masih terdapat senyawa intermediet yang merupakan pengotor. Reaksi ini bisa terjadi dikarenakan pemakaian suhu yang tinggi (900°C).



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

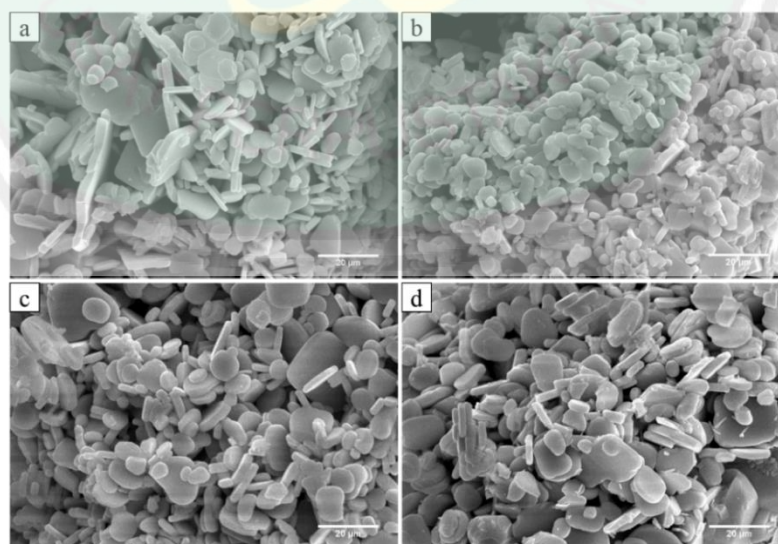
Pergeseran puncak difraksi sinar-X pada $2\theta(^\circ) = 30,1$ yang ditampilkan pada Gambar 4.3 dan dapat diketahui terjadi pergeseran posisi puncak yang menunjukkan bahwa doping V^{3+} berhasil tersubstitusi ke dalam kisi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggantikan atom Ti^{4+} , atom V^{3+} ($0,64 \text{ \AA}$) dapat menggantikan atom Ti^{4+} ($0,605 \text{ \AA}$) karena memiliki perbedaan jari-jari ion kurang dari 15%.



Gambar 4.3 Pergeseran puncak difraksi sinar-X Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ (x : 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2)

4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ dengan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan partikel dan komposisi penyusun BIT murni dan BIT terdoping vanadium. Hasil uji SEM ditampilkan pada Gambar 4.4 dan diketahui bahwa morfologi partikel sintesis produk berbentuk *plate-like* atau lempengan seperti pelat dan terbentuk aglomerasi.



Gambar 4.4 Mikrograf SEM Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ pada perbesaran 10.000x untuk doping: (a) $x=0,05$, (b) $x=0,1$, (c) $x=0,15$, dan (d) $x=0,2$

Morfologi partikel yang berbentuk *plate-like* sama dengan hasil sintesis BIT terdoping Pr^{3+} yang memiliki ukuran partikel 0,5-2 μm dengan ketebalan 106 nm, selain itu meningkatnya suhu menyebabkan ukuran partikel tumbuh lebih tebal dan terbentuk aglomerasi (Zhang, dkk., 2018). Selain penggunaan suhu yang dapat menyebabkan pembentukan aglomerasi, aglomerasi juga dapat disebabkan oleh doping karena terabsorb berlebih pada permukaan partikel, sehingga partikel-partikel bergabung membentuk gumpalan besar (Chen, dkk., 2016) hal ini menyatakan bahwa suhu yang terlalu tinggi menyebabkan energi pertumbuhan kristal yang semakin besar.

Tabel 4.1 Komposisi penyusun $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium dengan konsentrasi dopan ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$)

Senyawa	Kadar Bi (%)	Kadar Ti (%)	Kadar V (%)	Kadar O (%)
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	78,91	12,59	0,00	8,51
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05$)	79,35	12,43	0,20	8,02
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,1$)	78,36	11,83	0,00	9,82
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,15$)	80,21	11,09	0,00	8,71
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,2$)	77,99	11,56	0,56	9,89

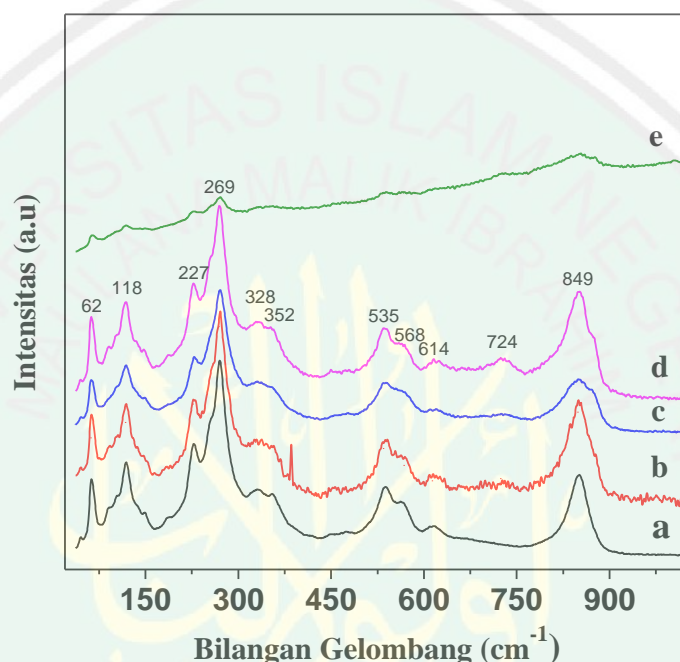
Hasil analisis EDS penyusun BIT murni dan terdoping vanadium ditampilkan pada Tabel 4.1. Didapatkan bahwa presentase logam vanadium tidak terdeteksi pada doping ($x= 0,1$ dan $0,15$) hal ini mengindikasikan bahwa kandungan vanadium pada senyawa BIT tidak merata.

4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan Spektroskopi Raman

Tujuan karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman untuk mengetahui modus vibrasi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$), spektra Raman senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) ditampilkan pada Gambar 4.5.

Tabel 4.2 Modus vibrasi khas pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) (Golda, dkk., 2011; Ranieri, dkk., 2013)

Modus vibrasi (cm^{-1})	Jenis modus vibrasi Raman
62	<i>RL mode</i>
118	Pergeseran kation A
227	<i>Bending O-Ti-O</i>
269 dan 614	<i>Bending TiO₆</i>
328 dan 352	<i>Bending-stretching TiO₆</i>
535, 568 dan 849	<i>Sretching TiO₆</i>



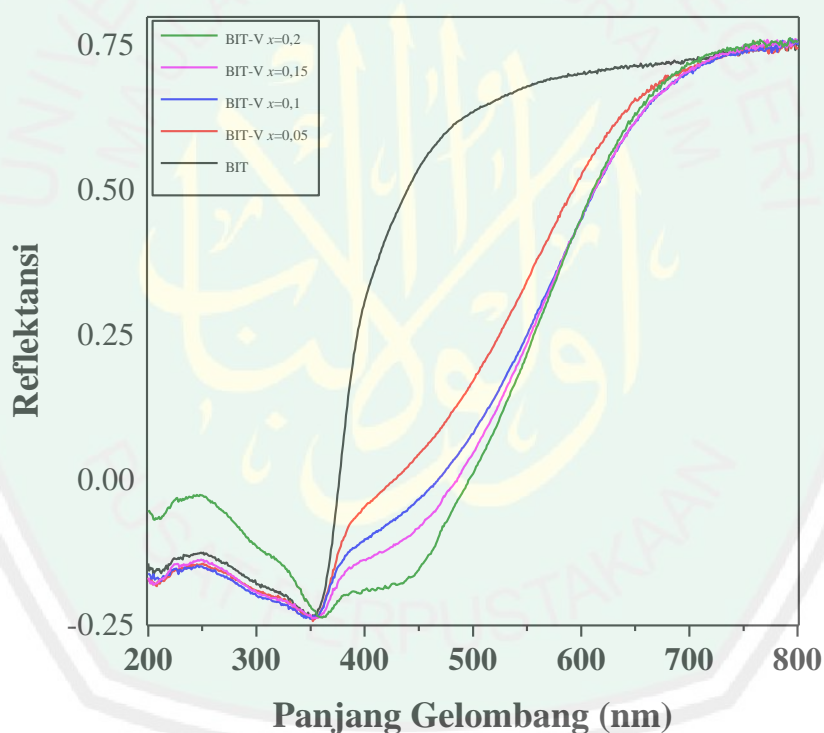
Gambar 4.5 Spektra Raman Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ (a) BIT tanpa doping (b) 0,05; (c) 0,1; (d) 0,15; dan (e) 0,2

Identifikasi jenis modus vibrasi Raman dirangkum pada Tabel 4.2. Dari hasil identifikasi tersebut diketahui bahwa senyawa hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) mempunyai modus vibrasi khas dari senyawa Aurivillius yaitu (a) modus vibrasi pada 60 cm^{-1} yang merupakan modus *RL mode* yaitu pergeseran lapis Bi_2O_2 pada lapis perovskit (b) modus vibrasi pada posisi 112 cm^{-1} yang merupakan pergeseran kation A (c) modus vibrasi internal dari lapis oktahedra TiO_6 yaitu 227, 269, 328, 352, 535, 568, 614 dan 849 cm^{-1} . Tidak adanya puncak vanadium oksidasi tunggal pada doping 0,05 dan 0,1 menandakan bahwa logam doping menempati posisi substitusi pada kisi BIT,

sedangkan pada doping 0,15 muncul puncak vibrasi pada posisi 724 cm^{-1} merupakan modus vibrasi V_2O_3 (Hurley, dkk., 2011)

4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan UV-Vis DRS

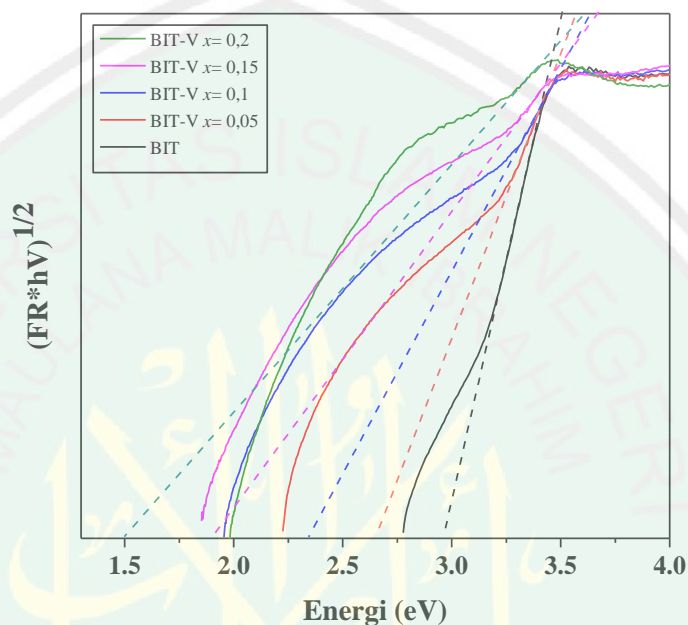
Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui intensitas cahaya yang diserap baik UV maupun sinar tampak dan besarnya celah pita material semikonduktor BIT terdoping vanadium, spektra UV-Vis DRS hasil plot persen reflektansi dengan panjang gelombang ditampilkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Spektra UV-Vis DRS reflektansi (%R) dengan panjang gelombang dengan variasi doping vanadium 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2

Selanjutnya dilakukan analisis dengan metode Kubelka-Munk yang grafiknya ditampilkan pada Gambar 4.7. (analisis data dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk dirangkum pada Tabel 4.3) Gambar 4.6 menunjukkan

bahwa persen reflektansi mengalami penurunan dengan seiring bertambahnya doping vanadium hal ini mengindikasikan bahwa material BIT terdoping vanadium mampu menyerap sinar tampak yang lebih besar sehingga efektif bekerja pada daerah sinar tampak.



Gambar 4.7 Hubungan antara $(FR*hv)^{1/2}$ dengan energi celah pita ($h\nu$)

Tabel 4.3 Nilai energi celah pita dan serapan sinar panjang gelombang material fotokalis

Senyawa	Energi celah pita (eV)	Panjang gelombang (nm)	Persen Penurunan (%)
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	2,87	432	
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05$)	2,53	491	11,8
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,1$)	2,02	614	29,6
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,15$)	1,98	627	31
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,2$)	1,50	827	47,7

Grafik hubungan energi celah pita ditampilkan pada Gambar 4.7 yang diplotkan pada grafik hubungan antara $(FR*hv)^{1/2}$ dengan energi foton ($h\nu$), sedangkan nilai energi celah pita ditampilkan pada Tabel 4.3. Nilai energi celah pita

senyawa BIT tanpa didoping vanadium sebesar 2,91 eV yang dapat menyerap cahaya pada panjang gelombang 427 nm. Senyawa BIT terdoping logam vanadium menghasilkan energi celah pita yang lebih kecil dari senyawa BIT murni yaitu 2,53; 2,02; 1,98; dan 1,50 eV, hal ini disebabkan karena adanya pembentukan pita baru yang terbentuk di bawah pita konduksi dan berasal dari komponen elektronik V 3d, sehingga transisi elektron yang terjadi dari orbital Bi 6s + O 2p ke V 3d. Pembentukan pita baru menghasilkan laju rekombasi yang lemah sehingga dapat meningkatkan efisiensi degradasi fotokatalis (Gu, dkk., 2017). Selain itu energi celah pita turun dengan bertambahnya konsentrasi dopan dikarenakan adanya oksigen vakansi yang terbentuk di bawah pita konduksi sehingga mudah mengikat elektron yang mengalami eksitasi (Zhang, dkk., 2011). Takle, dkk., (2018) juga melaporkan efek doping vanadium pada TiO₂ yang mempengaruhi nilai energi celah pita senyawa semikonduktor, seiring bertambahnya konsentrasi doping dapat menggeser pita serapan ke arah sinar tampak sehingga energi celah pita yang dihasilkan lebih rendah dibandingkan dengan senyawa tanpa doping.

4.6 Sintesis Senyawa Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ (x = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2) Berdasarkan Perpektif Islam

Zaman yang semakin pesat manusia berlomba-lomba untuk menciptakan inovasi baru demi pemikiran yang maju. Teknologi yang semakin canggih mengakibatkan banyak pabrik baru yang berdiri, tanpa disadari menghasilkan banyak dampak negatif yang ditimbulkan. Seperti halnya pembuangan limbah ke lingkungan dapat merusak biota, air, tanah dan lainnya, padahal Allah SWT telah memperingatkan dalam Al quran surat Al Imran Ayat 63 yang berbunyi:

فَإِنْ تَوَلَّوْا فَإِنَّ اللَّهَ عَلِيمٌ بِالْمُفْسِدِينَ ﴿٦٣﴾

Artinya: “Kemudian jika mereka berpaling (dari kebenaran), maka sesungguhnya Allah Maha Mengetahui orang-orang yang berbuat kerusakan”.

Menurut tafsir Quraish Shihab (2003) Jika mereka menolak ajakanmu dan tetap tidak meninggalkan kesesatan mereka setelah kebenaran tampak jelas, berarti mereka adalah orang-orang perusak. Allah Maha mengetahui ihwal mereka. Sedangkan menurut tafsir Muyassar mengatakan Allah Maha mengetahui mereka dan akan membalas mereka atas itu. Berdasarkan tafsir tersebut Allah akan membalas perbuatan manusia yang telah diperbuat seperti terjadinya bencana alam akibat dari tangan manusia, sebagai manusia berakal harus sadar akan keadaan bumi yang perlu dijaga dan semakin menua. Allah SWT telah berfirman dalam Al quran surat Ar Rad ayat 11 yang berbunyi:

لَهُ مُعَقِّبَاتٌ مِّنْ بَيْنِ يَدَيْهِ وَمِنْ خَلْفِهِ يَحْفَظُونَهُ مِنْ أَمْرِ اللَّهِ إِنَّ اللَّهَ لَا يُغَيِّرُ مَا بِقَوْمٍ حَتَّىٰ يُغَيِّرُوا مَا بِأَنْفُسِهِمْ وَإِذَا أَرَادَ اللَّهُ بِقَوْمٍ سُوءًا فَلَا مَرَدَّ لَهُ وَمَا لَهُمْ مِنْ دُونِهِ مِنْ وَالٍ ﴿١١﴾

Artinya: “Bagi manusia ada malaikat-malaikat yang selalu mengikutinya bergiliran, di muka dan di belakangnya, mereka menjaganya atas perintah Allah. Sesungguhnya Allah tidak merubah keadaan sesuatu kaum sehingga mereka merubah keadaan yang ada pada diri mereka sendiri. Dan apabila Allah menghendaki keburukan terhadap sesuatu kaum, maka tak ada yang dapat menolaknya; dan sekali-kali tak ada pelindung bagi mereka selain Dia”.

Sesungguhnya Allahlah yang memelihara kalian, Allah tidak akan mengubah nasib suatu bangsa sebelum mereka mengubah apa yang ada pada diri mereka sesuai dengan keadaan yang akan mereka jalani (Al Mishbah, 2003). Berdasarkan tafsir tersebut sebagai manusia yang dijaga oleh Allah hendaknya kita juga menjaga ciptaan Allah dengan cara memelihara lingkungan dan tidak merusaknya. Mempelajari ciptaan Allah SWT yang terdapat di alam seperti unsur-unsur kimia, Bi, Ti, O, dan V, yang dapat dimanfaatkan dengan cara mensintesis

unsur tersebut menjadi suatu senyawa Aurivillius lapis 3 ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) merupakan salah satu dari bentuk memikirkan kebesaran Allah SWT, sebagaimana firman Allah SWT dalam Al-qur'an surat Al Imran ayat 190-191 yang berbunyi:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَوَعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾ .

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal (Q.S, 3:190). (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka (Q.S, 3:191)”*”.

Dalam tafsir Quraish Shihab (2003) menjelaskan bahwa tanda-tanda kekuasaan Allah SWT ada pada ciptaan-Nya berupa segala sesuatu yang ada di langit dan bumi. Dalam Tafsir Al-Wasith menyebutkan bahwa *ulul albab* adalah mereka yang memiliki akal jernih dan logika yang benar, manusia dapat menggunakan akal dan logikanya untuk mengetahui keagungan-Nya, kekuasaan-Nya melalui ciptaan-ciptaan-Nya. Ayat tersebut menjelaskan bahwa ciptaan Allah membuat orang-orang berfikir bahwa Allah menciptakan segala sesuatu tanpa ada yang sia-sia.

Berdasarkan hal tersebut sebagai seorang muslim yang berakal kita dapat belajar dari ayat tersebut bagaimana memahami fenomena kerusakan lingkungan disekitar. Upaya memperbaiki lingkungan banyak dikembangkan oleh ilmuwan dunia, salah satunya menggunakan metode fotokatalis yang merupakan teknologi ramah lingkungan. Allah menciptakan segala sesuatu memiliki tujuan dan tanpa ada hikmanya. Penelitian senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium merupakan salah satu upaya mendekatkan diri kepada Allah. Oleh sebab itu sebagai ilmuan muslim kita

dapat mengembangkan teknologi ramah lingkungan menggunakan material semikonduktor, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ merupakan material semikonduktor yang dapat bekerja pada daerah sinar ultraviolet kita mengembangkannya dengan didoping menggunakan unsur vanadium sehingga dapat bekerja di bawah sinar matahari dan efektif sebagai material pendegradasi limbah. Sinar matahari dapat memberikan manfaat yang besar bagi kehidupan di bumi dan itu atas kehendak Allah SWT sebagai kekuasaan-Nya. Firman Allah dalam al-qur'an ayat 16:

وَجَعَلَ الْقَمَرَ فِيهِنَّ نُورًا وَجَعَلَ الشَّمْسَ سِرَاجًا ﴿١٦﴾

Artinya: “Dan Allah menciptakan padanya bulan sebagai cahaya dan menjadikan matahari sebagai pelita?”

Berdasarkan ayat di atas Allah menciptakan matahari bersinar dan bulan bercahaya yang bermanfaat bagi semua makhluk hidup di muka bumi, dan Allah menerangkan tanda-tanda kekuasaan-Nya kepada orang-orang yang beriman. Sinar matahari yang kaya akan foton dapat digunakan sebagai sumber elektron untuk reaksi fotokatalis, sehingga mampu menurunkan energi celah pita dan dapat menggeser serapan material pada daerah sinar tampak. Serapan material bekerja pada daerah sinar tampak karena cahaya matahari di bumi mengandung sinar tampak lebih besar dari sinar UV yang hanya terdapat 3% di muka bumi, sehingga degradasi limbah zat warna lebih efektif.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian di atas dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode lelehan garam NaCl. Pola difraksi sinar-X sampel menunjukkan bahwa BIT telah terdoping vanadium akan tetapi masih ditemukan senyawa pengotor berupa $\text{NaV}_6\text{O}_{11}$ dan BiNaO_3 .
2. Hasil morfologi SEM-EDS menunjukkan bahwa partikel berbentuk *plate-like* dan terbentuk aglomerasi, sedangkan data analisis EDS menunjukkan bahwa seluruh sampel mengandung logam vanadium.
3. Spektra Raman BIT terdoping vanadium menunjukkan modus vibrasi khas senyawa BIT dan ditemukan puncak vibrasi senyawa pengotor V_2O_3 pada posisi 724 cm^{-1} .
4. Hasil analisis UV-Vis DRS menghasilkan energi celah pita senyawa BIT terdoping vanadium lebih kecil dibandingkan dengan senyawa BIT tanpa doping.

5.2 Saran

Hasil penelitian di atas disarankan untuk menambahkan karakterisasi menggunakan instrumen XPS agar dapat mengetahui perubahan valensi pada senyawa setelah didoping dengan logam vanadium.

DAFTAR PUSTAKA

- Akkari, M., Aranda, P., Belver, C., Bedia, J., Ben, H. J. A., dan Ruiz, H. E. 2018. Reprint of ZnO/sepiolite Heterostructured Materials for Solar Photocatalytic Degradation of Pharmaceuticals in Wastewater. *Applied Clay Science* **160**, 3–8.
- Barranco, P.A., Guerra, J., de los S., González A, Y., dan Reis, I. C. 2018. *Perovskite Layer Structured Ferroelectrics*, in: *Magnetic, Ferroelectric, and Multiferroic Metal Oxides*. Elsevier, pp. 71–92.
- Chen, Z., Jiang, H., Jin, W., dan Shi, C. 2016. Enhanced Photocatalytic Performance Over $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheets with Controllable Size and Exposed {001} Facets for Rhodamine B Degradation. *Applied Catalysis B: Environmental* **180**, 698–706.
- Chen, Z., Jiang, X., Zhu, C., dan Shi, C. 2016. Chromium-modified $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Photocatalyst: Application for Hydrogen Evolution and Pollutant Degradation. *Applied Catalysis B: Environmental* **199**, 241–251.
- Cui, Z. M., Yang, H., Zhang, M., Zhang, H. M., Su, J. Y., dan Li, R. S. 2016. Adsorption and Photocatalysis Performance of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanoparticles Synthesized Via a Polyacrylamide Gel Route. *MATERIALS TRANSACTIONS* **57**, 1766–1770.
- Du, Y. L., Chen, G., dan Zhang, M. S. 2004. Grain Size Effects in $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanocrystals Investigated by Raman Spectroscopy. *Solid State Communications* **132**, 175–179.
- Ebrahimi, M. E., Allahverdi, M., dan Safari, A. 2003. Synthesis of High Aspect Ratio Platelet SrTiO_3 . *Journal American Ceramic Society* **88**. 2129-2132.
- Efimenko, L. P., Afanas'ev, V. P., dan Baryshnikov, V. G. 2015. Synthesis of Ferroelectric Powders of Bismuth Titanate Doped with Yttrium. *Glass Physics and Chemistry* **41**, 437–439.
- Epp, J. 2016. *X-ray Diffraction (XRD) Techniques for Materials Characterization*, in: *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. Elsevier, pp. 81–124.

- Gaya, U. I., dan Abdullah, A. H. 2008. Heterogeneous Photocatalytic Degradation of Organic Contaminants Over Titanium Dioxide: A Review of Fundamentals, Progress and Problems. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews* **9**, 1–12.
- Goh, P. S., Ismail, A. F., dan Ng, B. C. 2017. *Raman Spectroscopy*, in: *Membrane Characterization*. Elsevier, pp. 31–46.
- Golda, R. A., Marikani, A., Padiyan, D. P. 2011. Mechanical Synthesis and Characterization of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanopowders. *Ceramics International* **37**, 3731–3735.
- Gu, D., Qin, Y., Wen, Y., Li, T., Qin, L., dan Seo, H. J. 2017. Electronic Structure and Optical Properties of V-doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds* **695**, 2224–2231.
- Handayani, R. 2018. Sintesis dan Identifikasi Struktur Lokal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping V^{5+} dengan Spektroskopi Raman. *Skripsi*. Jurusan Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Hisatomi, T., Takanabe, K., dan Domen, K. 2015. Photocatalytic Water-Splitting Reaction from Catalytic and Kinetic Perspectives. *Catalysis Letters* **145**, 95–108.
- Huang, X., Yan, X., Wu, H., Fang, Y., Min, Y., Li, W., Wang, S., dan Wu, Z., 2016. Preparation of Zr-doped CaTiO_3 with Enhanced Charge Separation Efficiency and Photocatalytic Activity. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* **26**, 464–471.
- Hurley, B. L., Qiu, S., Buchheit, R. G. 2011. Raman Spectroscopy Characterization of Aqueous Vanadate Species Interaction with Aluminum Alloy 2024-T3 Surfaces. *J. Electrochem. Soc.* **158**, C125.
- Jardiel, T., Caballero, A.C., dan Villegas, M. 2008. Aurivillius Ceramics: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -based Piezoelectrics. *Journal of the Ceramic Society of Japan* **116**, 511–518.
- Karthikeyan, N., Sivaranjani, T., Dhanavel, S., Gupta, V. K., Narayanan, V., dan Stephen, A. 2017. Visible Light Degradation of Textile Effluent by Electrodeposited Multiphase CuInSe_2 Semiconductor Photocatalysts. *Journal of Molecular Liquids* **227**, 194–201.

- Khan, M. M. 2018. *Metal Oxide Powder Photocatalysts, in: Multifunctional Photocatalytic Materials for Energy*. Elsevier, pp. 5–18.
- Khan, M. M., Adil, S. F., dan Al-Mayouf, A. 2015. Metal Oxides as Photocatalysts. *Journal of Saudi Chemical Society* **19**, 462–464.
- Liu, Y., Zhu, G., Gao, J., Hojamberdiev, M., Lu, H., Zhu, R., Wei, X., dan Liu, P. 2016. A Novel CeO₂/Bi₄Ti₃O₁₂ Composite Heterojunction Structure with an Enhanced Photocatalytic Activity for Bisphenol A. *Journal of Alloys and Compounds* **688**, 487–496.
- Liu, Y., Zhu, G., Gao, J., Hojamberdiev, M., Zhu, R., Wei, X., Guo, Q., dan Liu, P. 2017. Enhanced Photocatalytic Activity of Bi₄Ti₃O₁₂ Nanosheets by Fe³⁺-doping and The Addition of Au Nanoparticles: Photodegradation of Phenol and Bisphenol A. *Applied Catalysis B: Environmental* **200**, 72–82.
- Liu, Y., Zhu, G., Peng, J., Gao, J., Wang, C., dan Liu, P., 2017. One-Step Molten-Salt Method Fabricated Bi₂Ti₂O₇/Bi₄Ti₃O₁₂ Composites with Enhanced Photocatalytic Activity. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* **28**, 2172–2182.
- Meerbergen, K., Crauwels, S., Willems, K. A., Dewil, R., Van Impe, J., Appels, L., dan Lievens, B. 2017. Decolorization of Reactive Azo Dyes Using a Sequential Chemical and Activated Sludge Treatment. *Journal of Bioscience and Bioengineering* **124**, 668–673.
- Mutalib, A. M., Rahman, M. A., Othman, M. H. D., Ismail, A. F., dan Jaafar, J. 2017. *Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy-Dispersive X-Ray (EDX) Spectroscopy, in: Membrane Characterization*. Elsevier, pp. 161–179.
- Petrovic, M. M. V., dan Bobic, J. D. 2018. *Perovskite and Aurivillius, in: Magnetic, Ferroelectric, and Multiferroic Metal Oxides*. Elsevier, pp. 35–49.
- Ranieri, M. G. A., Aguiar, E. C., Cilense, M., Simões, A. Z., dan Varela, J. A. 2013. Syntheses of Bismuth Titanate Templates Obtained by The Molten Salt Method. *Ceramics International* **39**, 7291–7296.
- Regmi, C., Kshetri, Y. K., Pandey, R. P., Kim, T. H., Gyawali, G., dan Lee, S. W. 2019. Understanding The Multifunctionality in Cu-doped BiVO₄

Semiconductor Photocatalyst. *Journal of Environmental Sciences* **75**, 84–97.

Silva P, M.A., dan Ferri, F.A., n.d. 1 - Scanning Electron Microscopy 35.

Tang, Y., Shen, Z. Y., Du, Q., Zhao, X., Wang, F., Qin, X., Wang, T., Shi, W., Sun, D., Zhou, Z., dan Zhang, S. 2018. Enhanced Pyroelectric and Piezoelectric Responses in W/Mn-codoped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Aurivillius Ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* **38**, 5348–5353.

Tong, H., Zhan, X., Tian, X., Li, J., Qian, D., dan Wu, D. 2018. Understanding The Energy Level Matching Relationships Between Semiconductor Photocatalysts and Organic Pollutants for Effective Photocatalytic Degradations. *Journal of Colloid and Interface Science* **526**, 384–391.

Takle, S. P., Naik, S. D., Khore, Supriya, K., Ohwal, S. A., Bhujbal, N. M., Landge, S. L., Kale, B. B., Sonawane, R. S. 2018. Photodegradation of Spent Wash, a Sugar Industry Waste, Using Vanadium-Doped TiO_2 Nanoparticles. *RSC Adv.* **8**, 20394–20405

Wang, L., Zhao, J., Liu, H., dan Huang, J. 2018. Design, Modification and Application of Semiconductor Photocatalysts. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* **93**, 590–602.

Xia, A., Tan, G., dan Ren, H. 2016. Effect of Fe Substitution on Microstructure and Properties of Bismuth Titanate Thin Films. *Ceramics International* **42**, 1267–1271.

Xu, H. M., Sun, X. F., Wang, S. Y., Song, C., and Wang, S. G. 2018. Development of Laccase/Graphene Oxide Membrane for Enhanced Synthetic Dyes Separation and Degradation. *Separation and Purification Technology* **204**, 255–260.

Xue, P., Wu, H., Lu, Y., and Zhu, X. 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**, 914–930.

Yan, L., Wang, Y., Shen, H., Zhang, Y., Li, J., and Wang, D. 2017. Photocatalytic Activity of $\text{Bi}_2\text{WO}_6/\text{Bi}_2\text{S}_3$ Heterojunctions: The Facilitation of Exposed Facets of Bi_2WO_6 Substrate. *Applied Surface Science* **393**, 496–503.

- Yin, S. Y., Feng, C. Q., Wu, S. J., Liu, H. L., Ke, B. Q., Zhang, K. L., dan Chen, D. H. 2015. Molten Salt Synthesis of Sodium Lithium Titanium Oxide Anode Material For Lithium Ion Batteries. *Journal of Alloys and Compounds* **642**, 1–6.
- Yoshida, A., Kaburagi, Y., dan Hishiyama, Y. 2016. *Scanning Electron Microscopy, in: Materials Science and Engineering of Carbon*. Elsevier, pp. 71–93.
- Yurdakal, S., Garlisi, C., Özcan, L., Bellardita, M., dan Palmisano, G. 2019. *(Photo)catalyst Characterization Techniques, in: Heterogeneous Photocatalysis*. Elsevier, pp. 87–152.
- Zhang, H., Liang, Y., Zhu, Y., Liu, S., Li, K., Yang, J., dan Lei, W. 2018. Tuning Photoluminescence in Layered Pr doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheets Via Molten Salt Process. *Journal of Alloys and Compounds* **767**, 1030–1040.
- Zhang, Z., Wang, W., Gao, E., dan Shang, M., Xu, J. 2011. Enhanced Photocatalytic Activity of Bi_2WO_6 with Oxygen Vacancies by Zirconium Doping. *Journal of Hazardous Materials* **196**, 255–262.
- Zhao, W., Jia, Z., Lei, E., Wang, L., Li, Z., dan Dai, Y. 2013. Photocatalytic Degradation Efficacy of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Micro-scale Platelets Over Methylene Blue Under Visible Light. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* **74**, 1604–1607.
- Zhao, Z., Li, X., Ji, H., dan Deng, M. 2014. Formation Mechanism of Plate-like $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Particles in Molten Salt Fluxes. *Integrated Ferroelectrics* **154**, 154–158.
- Zhou, L., Jin, C., Yu, Y., Chi, F., Ran, S., dan Lv, Y. 2016. Molten Salt Synthesis of Bi_2WO_6 Powders with Enhanced Visible Light Induced Photocatalytic Activities. *Journal of Alloys and Compounds* **680**, 301–308.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

L.1.1 Preparasi Bahan

Prekursor

- ditimbang sesuai perhitungan stokiometri yang dirangkum pada Tabel 3.1
- dihomogenkan dengan cara digerus menggunakan *mortar agate* selama 1 jam dan ditambahkan dengan aseton
- dipanaskan pada suhu 700°C selama 6 jam
- didinginkan pada suhu ruang

Hasil

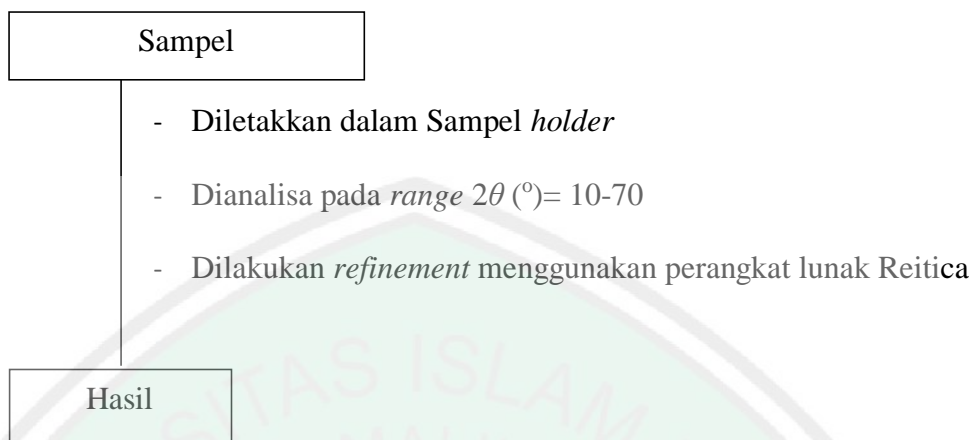
L.1.2 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Vanadium dengan Metode Lelehan Garam

Sampel

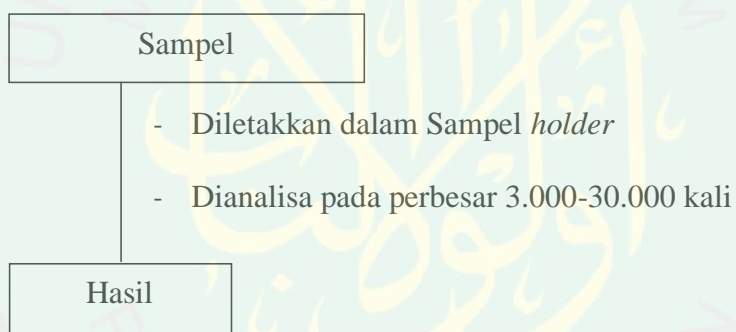
- Dicampurkan garam NaCl dengan perbandingan mol 1:7
- Dihomogenkan dengan digerus dalam *mortar agate* selama 1 jam
- Dipanaskan dalam tanur pada suhu 900°C selama 8 jam
- Dikeluarkan dari tanur dan diletakkan diatas kertas saring dan Disaring menggunakan corong *Buchner*
- Dicuci beberapa kali menggunakan air suling panas
- Dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C sampai kering

Hasil Sintesis

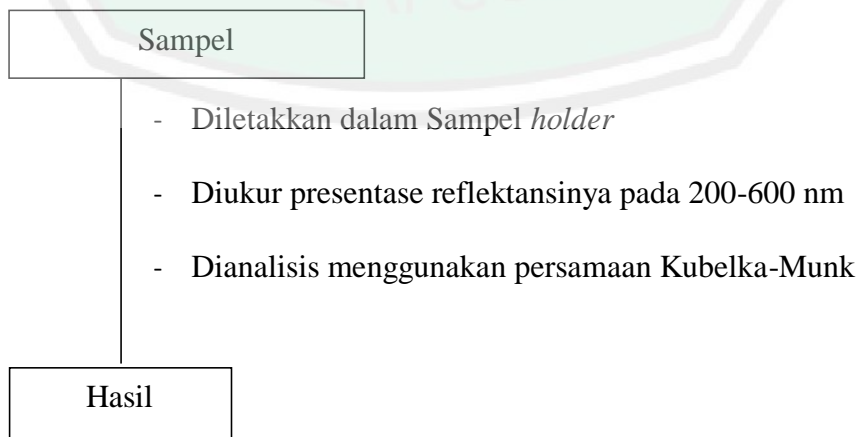
L.1.3 Karakterisasi dan Analisis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Vanadium menggunakan Instrumen XRD



L.1.4 Karakterisasi dan Analisis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Vanadium menggunakan Instrumen SEM-EDS



L.1.5. Karakterisasi dan Analisis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Vanadium menggunakan Instrumen UV-Vis DRS



Lampiran 2. Perhitungan

Perhitungan $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dengan variasi doping vanadium ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$ dan $0,2$).

Diketahui:

- Target massa produk adalah 4 gram
- Perbandingan mol prekursor $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12} : \text{NaCl}$ adalah 1:7
- Variasi doping vanadium adalah 0; 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2

$$\text{Mr Bi}_2\text{O}_3 = 465,96 \text{ g/mol}$$

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

$$\text{Mr V}_2\text{O}_3 = 149,883 \text{ g/mol}$$

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

$$\text{Ar Bi} = 208,98 \text{ g/mol}$$

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

$$\text{Ar V} = 50,9415 \text{ g/mol}$$

1. Konsentrasi Vanadium (V) $x = 0$



Diketahui:

$$\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 1171,521 \text{ g/mol}$$

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

$$\begin{aligned} \text{Mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} &= \frac{\text{massa Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}} \\ &= \frac{4 \text{ gram}}{1171,521 \text{ g/mol}} \end{aligned}$$

$$= 0,00341436 \text{ mol}$$

$$\text{Massa Bi}_2\text{O}_3 = \frac{(\text{Ar Bi} \times 4)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Bi}_2\text{O}_3}{(\text{Ar Bi} \times 2)} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{1171,521 \text{ g/mol}} \times \frac{465,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram}$$

$$= 3,1823 \text{ gram}$$

$$\text{Massa TiO}_2 = \frac{(\text{Ar Ti} \times 3)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{143,601 \text{ g/mol}}{1171,521 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram}$$

$$= 0,8187 \text{ gram}$$

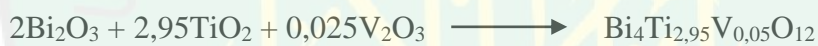
$$\text{Mol NaCl} = 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$$

$$= 7 \times 0,00341436 \text{ mol} = 0,02390052 \text{ mol}$$

$$\text{Massa NaCl} = \text{Mr} \times \text{mol NaCl}$$

$$= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,0239 \text{ mol} = 1,3967 \text{ gram}$$

2. Konsentrasi Vanadium (V) $x = 0,05$



$$\text{Mol Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{\text{massa Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}}$$

$$= \frac{4 \text{ gram}}{1171,674 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,00341392 \text{ mol}$$

$$\text{Massa Bi}_2\text{O}_3 = \frac{(\text{Ar Bi} \times 4)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Bi}_2\text{O}_3}{(\text{Ar Bi} \times 2)} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{1171,675 \text{ g/mol}} \times \frac{465,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram}$$

$$= 3,1820 \text{ gram}$$

$$\text{Massa TiO}_2 = \frac{(\text{Ar Ti} \times 2,95)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{(47,867 \times 2,95) \text{ g/mol}}{1171,674 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram}$$

$$= 0,8053 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } V_2O_3 &= \frac{(\text{Ar } V \times 0,05)}{\text{Mr } Bi_4Ti_{2,95}V_{0,05}O_{12}} \times \frac{\text{Mr } V_2O_3}{(\text{Ar } V \times 2)} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{(50,9415 \times 0,05) \text{ g/mol}}{1171,675 \text{ g/mol}} \times \frac{149,883 \text{ g/mol}}{(50,9415 \times 2) \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 0,0128 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol } Bi_4Ti_{2,95}V_{0,05}O_{12} \\ &= 7 \times 0,00341391 \text{ mol} = 0,023898 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaCl} &= \text{Mr} \times \text{mol NaCl} \\ &= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,02389 \text{ mol} = 1,3966 \text{ gram} \end{aligned}$$

3. Konsentrasi Vanadium (V) $x = 0,1$



$$\begin{aligned} \text{Mol } Bi_4Ti_{2,9}V_{0,1}O_{12} &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{\text{massa } Bi_4Ti_{2,9}V_{0,1}O_{12}}{\text{Mr } Bi_4Ti_{2,95}V_{0,1}O_{12}} \\ &= \frac{4 \text{ gram}}{1171,828 \text{ g/mol}} \\ &= 0,003413471 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } Bi_2O_3 &= \frac{(\text{Ar } Bi \times 4)}{\text{Mr } Bi_4Ti_{2,9}V_{0,1}O_{12}} \times \frac{\text{Mr } Bi_2O_3}{(\text{Ar } Bi \times 2)} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{1171,828 \text{ g/mol}} \times \frac{465,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 3,1815 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } TiO_2 &= \frac{(\text{Ar } Ti \times 2,9)}{\text{Mr } Bi_4Ti_{2,9}V_{0,1}O_{12}} \times \frac{\text{Mr } TiO_2}{\text{Ar } Ti} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{(47,867 \times 2,9) \text{ g/mol}}{1171,828 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 0,7913 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa V}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar V} \times 0,1)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr V}_2\text{O}_3}{(\text{Ar V} \times 2)} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{(50,9415 \times 0,1) \text{ g/mol}}{1171,828 \text{ g/mol}} \times \frac{149,883 \text{ g/mol}}{(50,9415 \times 2) \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 0,0256 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12} \\ &= 7 \times 0,00341347 \text{ mol} = 0,023896 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaCl} &= \text{Mr} \times \text{mol NaCl} \\ &= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,023896 \text{ mol} = 1,3965 \text{ gram} \end{aligned}$$

4. Konsentrasi Vanadium (V) $x = 0,15$



$$\begin{aligned} \text{Mol Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12} &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{\text{massa Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12}} \\ &= \frac{4 \text{ gram}}{1171,9822 \text{ g/mol}} \\ &= 0,003413021 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Bi} \times 4)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Bi}_2\text{O}_3}{(\text{Ar Bi} \times 2)} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{1171,982 \text{ g/mol}} \times \frac{465,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 3,1811 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{(\text{Ar Ti} \times 2,85)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{(47,867 \times 2,85) \text{ g/mol}}{1171,9822 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 0,7773 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Massa V}_2\text{O}_3 = \frac{(\text{Ar V} \times 0,15)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr V}_2\text{O}_3}{(\text{Ar V} \times 2)} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{(50,9415 \times 0,15) \text{ g/mol}}{1171,9822 \text{ g/mol}} \times \frac{149,883 \text{ g/mol}}{(50,9415 \times 2) \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram}$$

$$= 0,0384 \text{ gram}$$

$$\text{Mol NaCl} = 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$$

$$= 7 \times 0,00341347 \text{ mol} = 0,023892 \text{ mol}$$

$$\text{Massa NaCl} = \text{Mr} \times \text{mol NaCl}$$

$$= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,02389 \text{ mol} = 1,3963 \text{ gram}$$

5. Konsentrasi Vanadium (V) $x = 0,2$



$$\text{Mol Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{V}_{0,2}\text{O}_{12} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{\text{massa Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{V}_{0,2}\text{O}_{12}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{V}_{0,2}\text{O}_{12}}$$

$$= \frac{4 \text{ gram}}{1172,1359 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,003412574 \text{ mol}$$

$$\text{Massa Bi}_2\text{O}_3 = \frac{(\text{Ar Bi} \times 4)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{V}_{0,2}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Bi}_2\text{O}_3}{(\text{Ar Bi} \times 2)} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{1172,1359 \text{ g/mol}} \times \frac{465,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram}$$

$$= 3,1806 \text{ gram}$$

$$\text{Massa TiO}_2 = \frac{(\text{Ar Ti} \times 2,8)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{V}_{0,2}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{(47,867 \times 2,8 \text{ g/mol})}{1172,1359 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram}$$

$$= 0,7639 \text{ gram}$$

$$\text{Massa V}_2\text{O}_3 = \frac{(\text{Ar V} \times 0,2)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{V}_{0,2}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr V}_2\text{O}_3}{(\text{Ar V} \times 2)} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{(50,9415 \times 0,2) \text{ g/mol}}{1172,1359 \text{ g/mol}} \times \frac{149,883 \text{ g/mol}}{(50,9415 \times 2) \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram}$$

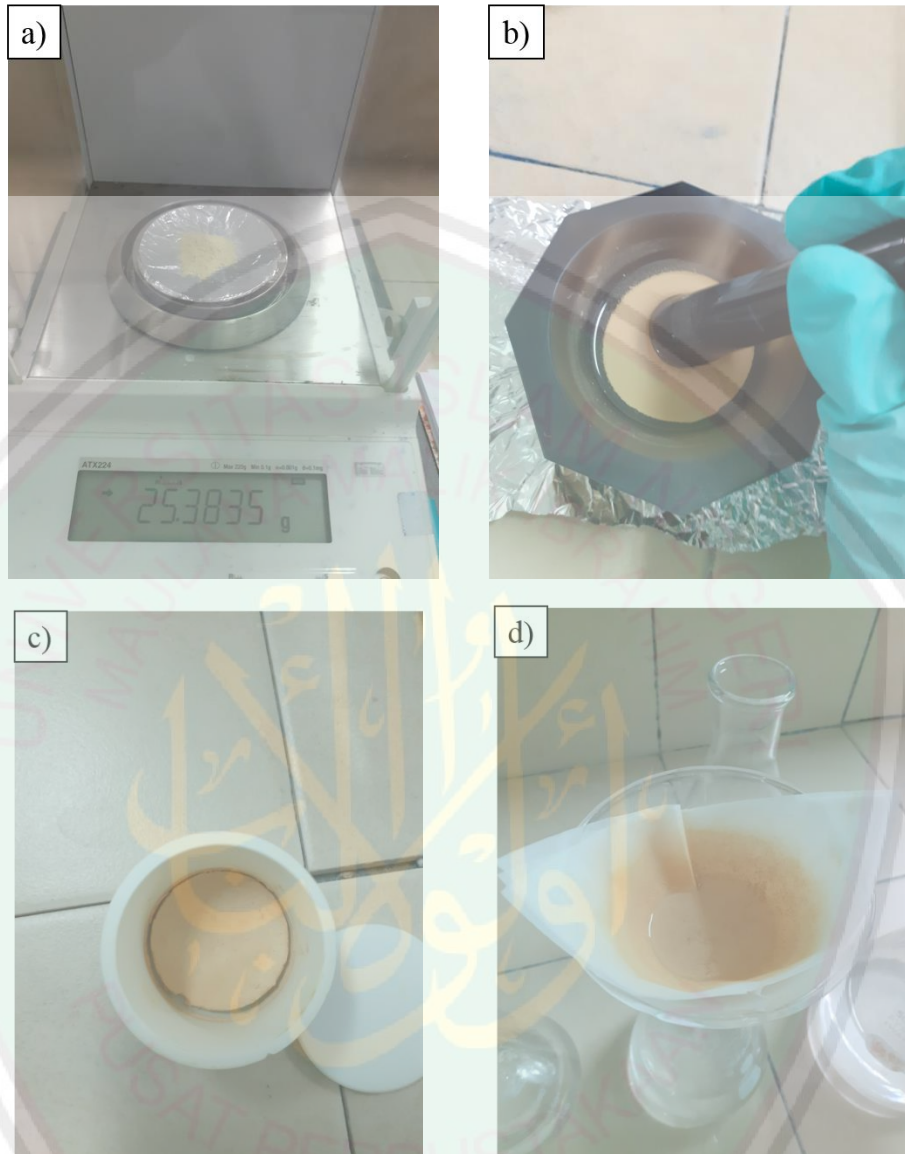
$$= 0,0512 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12} \\ &= 7 \times 0,003412576 \text{ mol} = 0,023890 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa NaCl} &= M_r \times \text{mol NaCl} \\ &= 58,34 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,023890 \text{ mol} = 1,3961 \text{ gram}\end{aligned}$$



Lampiran 3. Dokumentasi Penelitian



Gambar L.4.1 (a) Penimbangan sampel, (b) Penggerusan sampel, (c) Hasil kalsinasi sampel dan (d) Penyaringan sampel

Lampiran 4. Data Standar XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

L.4.1 Standar JCPDS No. 732-181

Name and formula

Reference code	01-73-2181
ICSD Name	Bismuth Titanium Oxide
Empirical formula	$\text{Bi}_4\text{O}_{12}\text{Ti}_3$
Chemical formula	$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

Crystallographic parameters

Crystal system	Orthorhombic
Space group	Fmmm
Space group number	69

a[Å]:	5.4100
b[Å]:	5.4480
c[Å]:	32.8400
Alpha (°)	90.0000
Beta (°)	90.0000
Gamma (°)	90.0000

Calculated density (g/cm^3)	8.04
Measured density (g/cm^3)	7.85
Volume of cell (10^6 pm^3)	967.92
Z:	4.00

Lampiran 4.2 Hasil Karakterisasi menggunakan XRD

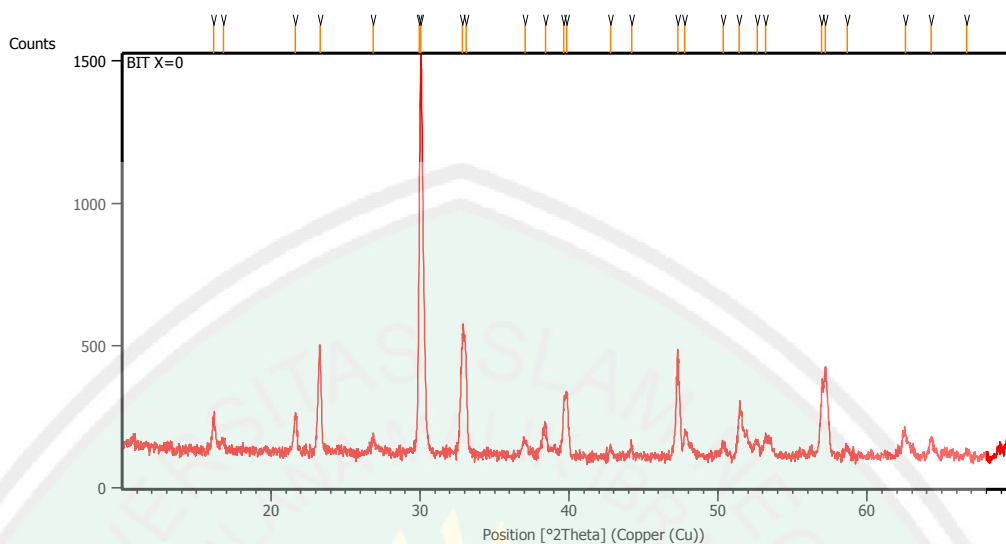
Karakterisasi XRD dilakukan di jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya (ITS).

Spesifikasi instrumen XRD ditampilkan pada Tabel L.4.2

Spesifikasi	
Anode Material	Cu
K-Alpha 1 [\AA]	1.54060
K-Alpha 2 [\AA]	1.54443
K-Beta [\AA]	1.39225
K-A2/K-A1 Ratio	0,50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Start Position [$^{\circ}2\theta$.]	10,0084
End Position [$^{\circ}2\theta$.]	69.9844
Sampel	$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15$ dan 0,2)

L.4.2 Difraktogram Hasil Karakterisasi menggunakan XRD

L.4.2.1. Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$



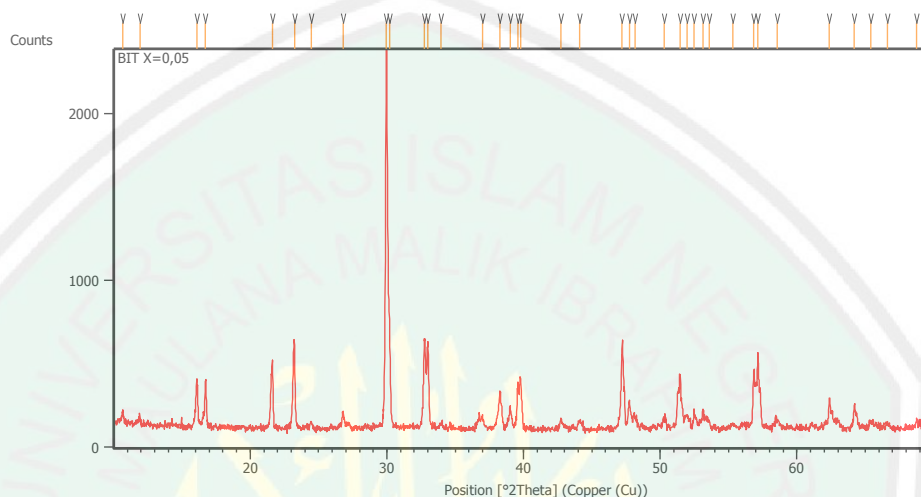
Gambar L.4.2.1 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$

Tabel L 4.2.1 Data XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
16.1386	110.66	0.2007	5.49215	8.11
16.8014	32.24	0.2007	5.27694	2.36
21.6508	129.13	0.2007	4.10473	9.47
23.2829	373.79	0.1004	3.82055	27.41
26.8479	51.49	0.1338	3.32079	3.78
29.9680	985.74	0.0816	2.97931	72.28
30.0661	1363.86	0.1171	2.97227	100.00
32.8410	394.89	0.2676	2.72720	28.95
33.0682	357.49	0.1004	2.70898	26.21
37.0488	52.03	0.2676	2.42656	3.81
38.4003	115.06	0.1338	2.34421	8.44
39.6607	191.85	0.1632	2.27069	14.07
39.8641	219.62	0.1338	2.26144	16.10
42.7926	32.19	0.2676	2.11322	2.36
44.1969	34.88	0.1338	2.04928	2.56
47.2783	371.59	0.0836	1.92266	27.25
47.7727	91.38	0.1338	1.90391	6.70
50.3548	44.04	0.2007	1.81217	3.23
51.4271	164.53	0.2007	1.77688	12.06
52.6026	53.86	0.2676	1.73991	3.95
53.2049	67.70	0.3346	1.72162	4.96
56.9555	248.76	0.2040	1.61550	18.24

57.2047	299.56	0.2007	1.61039	21.96
58.6383	30.64	0.2676	1.57439	2.25
62.5447	94.92	0.2342	1.48512	6.96
64.2886	60.72	0.2342	1.44898	4.45
66.6940	16.19	0.3346	1.40245	1.19

L.4.2.2. Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x = 0,05$



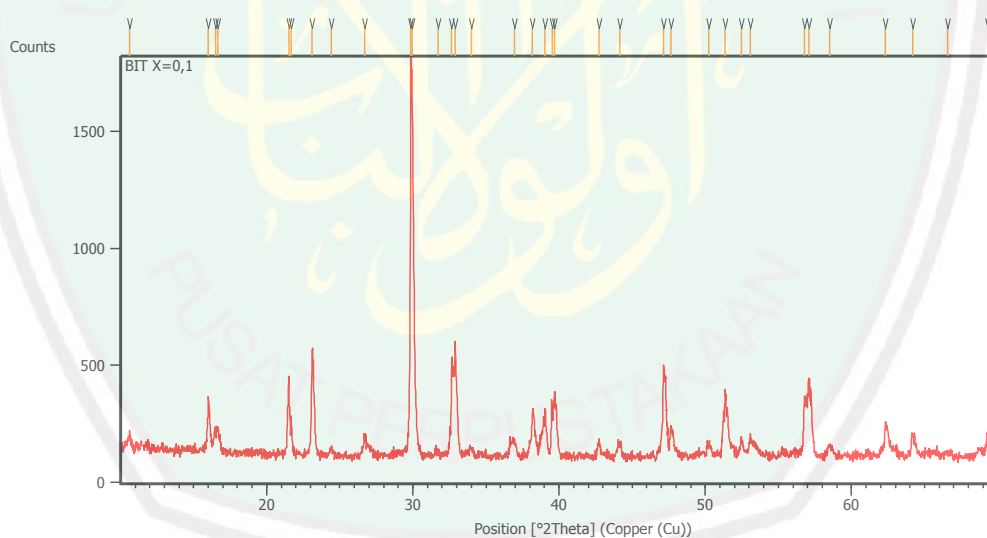
Gambar L.4.2.2 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x = 0,05$

Tabel L 4.2.2 Data XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x = 0,05$

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.6620	82.82	0.1004	8.29773	3.66
11.9136	55.64	0.1004	7.42867	2.46
16.0986	260.44	0.1338	5.50569	11.52
16.7292	280.29	0.1171	5.29955	12.40
21.6209	402.21	0.1673	4.11035	17.79
23.2322	508.16	0.1338	3.82878	22.48
24.4513	42.79	0.1338	3.64057	1.89
26.7768	94.12	0.1004	3.32945	4.16
29.9622	2260.94	0.1171	2.98235	100.00
30.1803	681.02	0.0836	2.96129	30.12
32.7422	542.11	0.1004	2.73520	23.98
32.9932	522.37	0.1171	2.71496	23.10
33.9751	28.66	0.2007	2.63872	1.27
36.9868	70.93	0.4684	2.43048	3.14
38.2761	212.77	0.0836	2.35152	9.41
39.0245	133.00	0.1338	2.30814	5.88
39.5753	244.60	0.1224	2.27539	10.82
39.7769	301.43	0.1004	2.26620	13.33
42.7187	61.30	0.1004	2.11670	2.71

44.0867	48.29	0.2676	2.05415	2.14
47.2084	489.54	0.1171	1.92534	21.65
47.7309	173.60	0.1338	1.90548	7.68
48.1620	70.82	0.2007	1.88942	3.13
50.3095	64.86	0.2007	1.81369	2.87
51.4524	303.57	0.0836	1.77606	13.43
51.9656	84.21	0.2007	1.75972	3.72
52.4899	97.40	0.1004	1.74338	4.31
53.1255	110.96	0.1004	1.72401	4.91
53.5882	42.96	0.2342	1.71021	1.90
55.3161	27.91	0.3346	1.66081	1.23
56.8445	344.06	0.1020	1.61839	15.22
57.1426	412.62	0.0816	1.61066	18.25
58.5353	47.89	0.3346	1.57691	2.12
62.3851	176.54	0.0836	1.48854	7.81
64.1911	128.22	0.1004	1.45095	5.67
65.4223	38.72	0.2007	1.42659	1.71
66.6368	25.21	0.4015	1.40351	1.11
68.7545	38.19	0.2007	1.36536	1.69

L.4.2.3. Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$



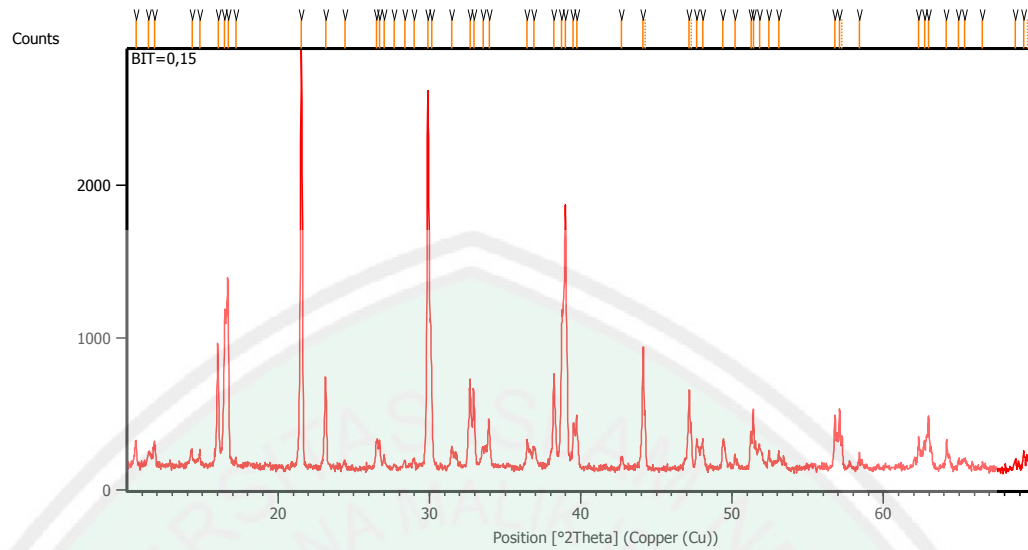
Gambar L.4.2.3 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$

Tabel L 4.2.3 Data XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
10.6334	50.21	0.2676	8.31999	2.93
16.0217	212.25	0.1004	5.53196	12.37
16.4786	99.60	0.1004	5.37958	5.80
16.6714	86.44	0.2676	5.31782	5.04

21.5150	334.03	0.0669	4.13032	19.47
21.6822	140.98	0.0669	4.09885	8.22
23.1100	439.80	0.0836	3.84876	25.63
24.4244	34.14	0.2676	3.64452	1.99
26.7108	70.03	0.1338	3.33753	4.08
29.8651	1715.96	0.1020	2.98934	100.00
29.9468	1594.16	0.0836	2.98385	92.90
31.7083	15.74	0.4015	2.82198	0.92
32.6595	388.03	0.0502	2.74194	22.61
32.8939	493.13	0.0502	2.72293	28.74
34.0094	27.89	0.3346	2.63613	1.63
36.9385	63.38	0.4684	2.43355	3.69
38.1840	190.49	0.1004	2.35699	11.10
39.0457	206.28	0.0502	2.30693	12.02
39.5100	240.32	0.0816	2.27900	14.00
39.6893	272.33	0.2007	2.27100	15.87
42.7473	62.67	0.2007	2.11535	3.65
44.1334	52.95	0.3346	2.05208	3.09
47.1275	356.44	0.0669	1.92845	20.77
47.6374	132.54	0.1673	1.90900	7.72
50.2476	54.43	0.2007	1.81578	3.17
51.3781	253.96	0.0669	1.77846	14.80
52.4733	66.22	0.1673	1.74389	3.86
53.0553	75.80	0.1338	1.72612	4.42
56.7848	247.25	0.1020	1.61995	14.41
57.0772	324.65	0.1338	1.61368	18.92
58.5058	45.88	0.4015	1.57764	2.67
62.3345	142.29	0.1338	1.48962	8.29
64.2083	78.31	0.3346	1.45060	4.56
66.5958	16.62	0.4015	1.40428	0.97
69.3056	100.75	0.1004	1.35585	5.87

L.4.2.4. Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x = 0,15$



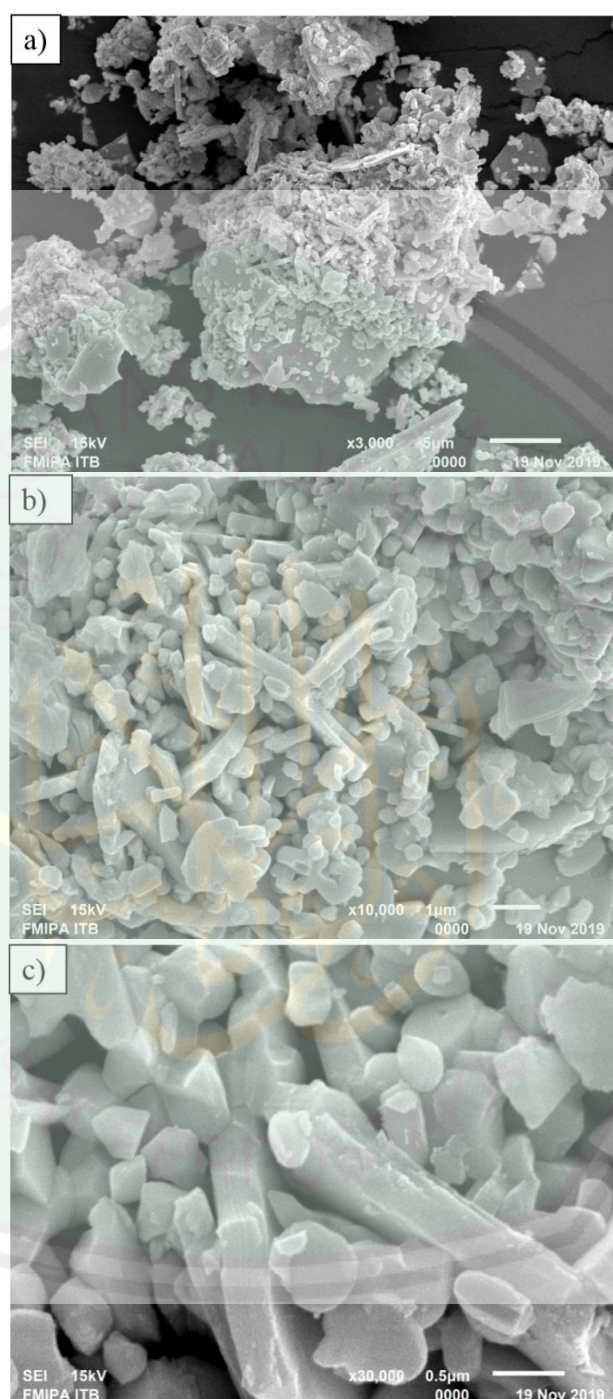
Gambar L.4.2.4 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x = 0,15$

Tabel L 4.2.4 Data XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x = 0,15$

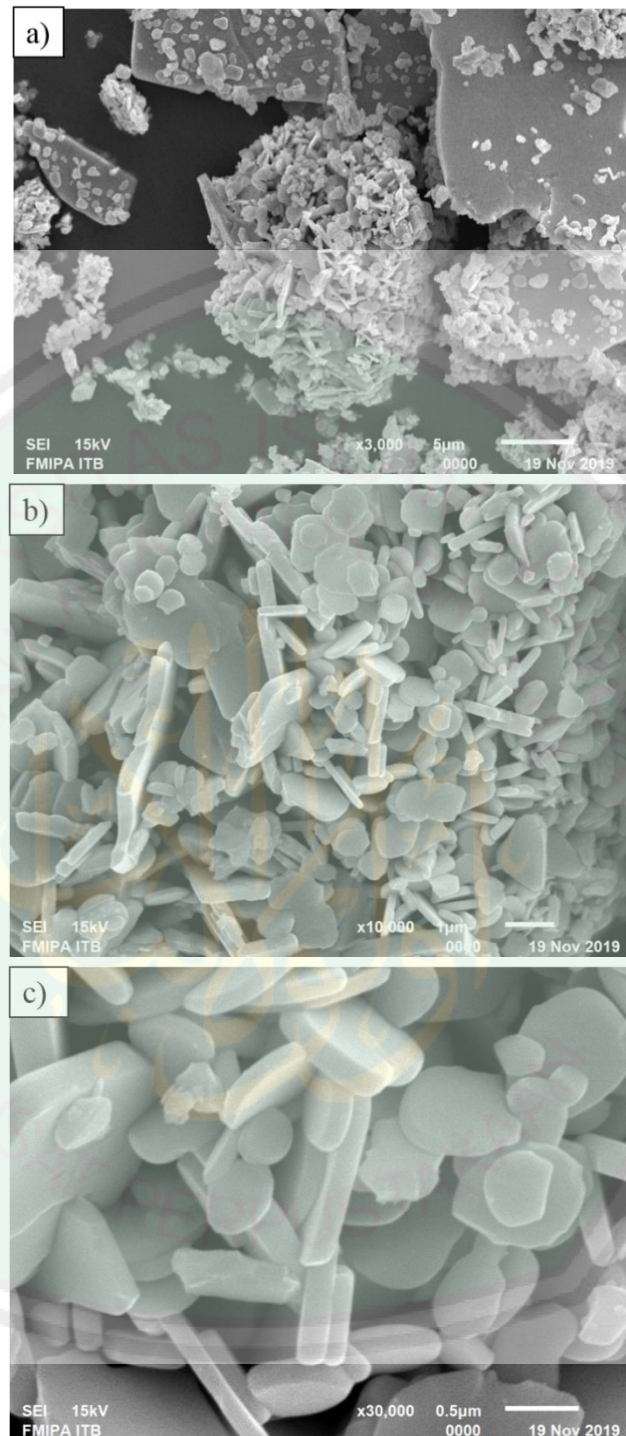
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.6100	170.96	0.0836	8.33830	6.13
11.4405	99.22	0.1338	7.73476	3.56
11.8431	149.48	0.1171	7.47274	5.36
14.3044	122.79	0.1004	6.19197	4.40
14.8148	83.01	0.1004	5.97981	2.98
16.0242	734.73	0.0836	5.53108	26.35
16.4733	976.68	0.1004	5.38130	35.03
16.6876	1217.22	0.1004	5.31269	43.66
17.2137	56.74	0.1004	5.15147	2.04
21.5409	2787.82	0.1171	4.12542	100.00
23.1242	603.10	0.1338	3.84642	21.63
24.3990	57.95	0.1338	3.64826	2.08
26.5164	183.53	0.1338	3.36155	6.58
26.7071	190.68	0.0502	3.33798	6.84
27.0180	83.97	0.1004	3.30027	3.01
27.6655	28.77	0.1673	3.22448	1.03
28.3503	54.20	0.1004	3.14814	1.94
28.9705	71.26	0.1004	3.08214	2.56
29.8798	2469.38	0.1171	2.99038	88.58
30.1295	700.75	0.0669	2.96617	25.14
31.4703	131.03	0.1338	2.84278	4.70
32.6730	505.90	0.0669	2.74084	18.15
32.9213	510.65	0.0669	2.72073	18.32
33.5329	138.49	0.2007	2.67249	4.97
33.9317	330.06	0.1004	2.64199	11.84

Tabel L 4.2.5 Data XRD Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ untuk x= 0,2

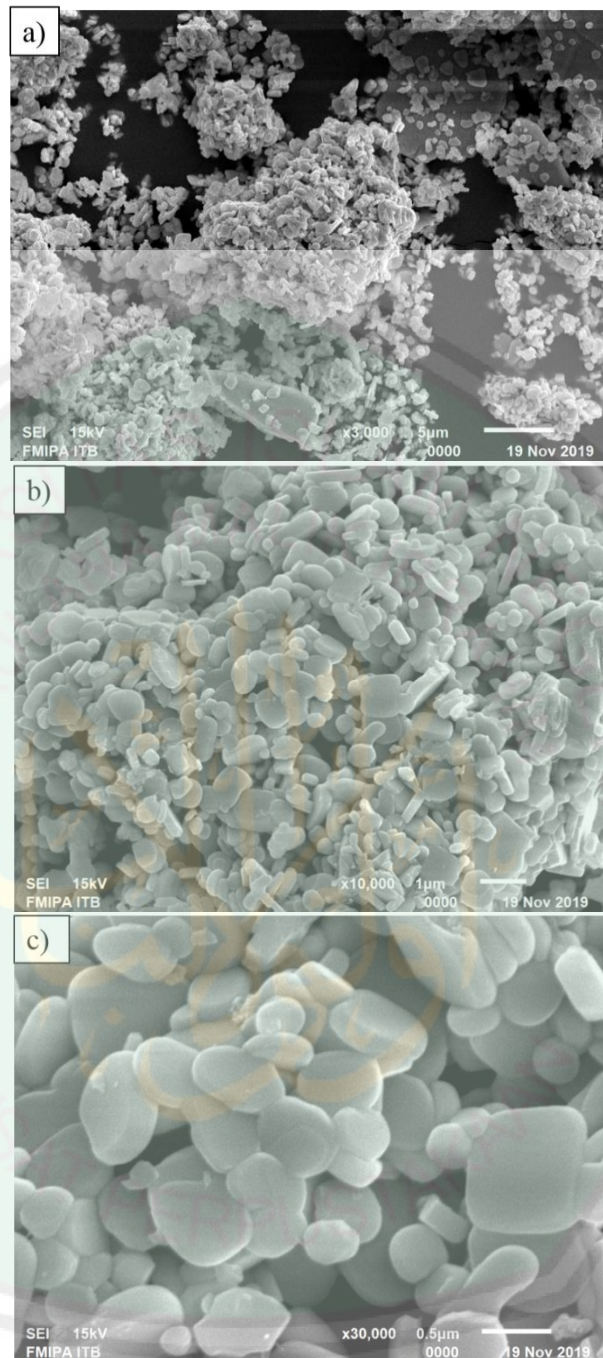
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.5586	72.07	0.1004	8.37879	8.04
11.8152	96.16	0.1338	7.49033	10.72
14.2702	49.31	0.2007	6.20675	5.50
16.0096	192.18	0.1004	5.53611	21.43
16.6584	570.55	0.0669	5.32191	63.61
21.5138	859.95	0.1171	4.13055	95.88
23.0648	139.89	0.0836	3.85619	15.60
26.4388	68.01	0.0836	3.37124	7.58
27.6600	30.93	0.1338	3.22512	3.45
28.3016	39.01	0.1338	3.15344	4.35
29.8679	896.92	0.1506	2.99154	100.00
30.0892	579.53	0.0836	2.97004	64.61
31.3985	50.09	0.1004	2.84912	5.58
32.6803	202.58	0.1338	2.74024	22.59
32.9224	207.77	0.1004	2.72064	23.16
33.9184	102.43	0.1673	2.64299	11.42
36.4649	46.38	0.1338	2.46406	5.17
38.1856	165.76	0.0669	2.35689	18.48
38.9418	587.94	0.0669	2.31285	65.55
39.5097	121.05	0.1004	2.28090	13.50
39.7193	126.07	0.1338	2.26935	14.06
42.6849	33.09	0.2007	2.11830	3.69
44.0815	216.91	0.0612	2.05267	24.18
47.0959	256.80	0.0669	1.92968	28.63
47.6388	78.52	0.1004	1.90894	8.75
48.0216	94.00	0.1338	1.89462	10.48
49.4107	30.50	0.2676	1.84456	3.40
50.2089	29.31	0.2007	1.81709	3.27
51.2174	108.75	0.1428	1.78218	12.12
51.3833	173.27	0.0612	1.78123	19.32
51.8948	70.33	0.2448	1.76050	7.84
52.4426	40.05	0.2448	1.74339	4.47
53.1606	32.19	0.4896	1.72153	3.59
56.7769	147.48	0.1428	1.62016	16.44
57.0772	179.10	0.1224	1.61234	19.97
58.4401	28.47	0.3264	1.57795	3.17
60.1881	20.00	0.2448	1.53623	2.23
62.3432	96.37	0.1020	1.48820	10.74
62.9328	90.33	0.1632	1.47567	10.07
64.1459	69.63	0.1224	1.45066	7.76
65.3649	38.57	0.4080	1.42652	4.30
69.2710	50.47	0.1632	1.35532	5.63

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi menggunakan Instrumen SEM**L.5.1 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$** 

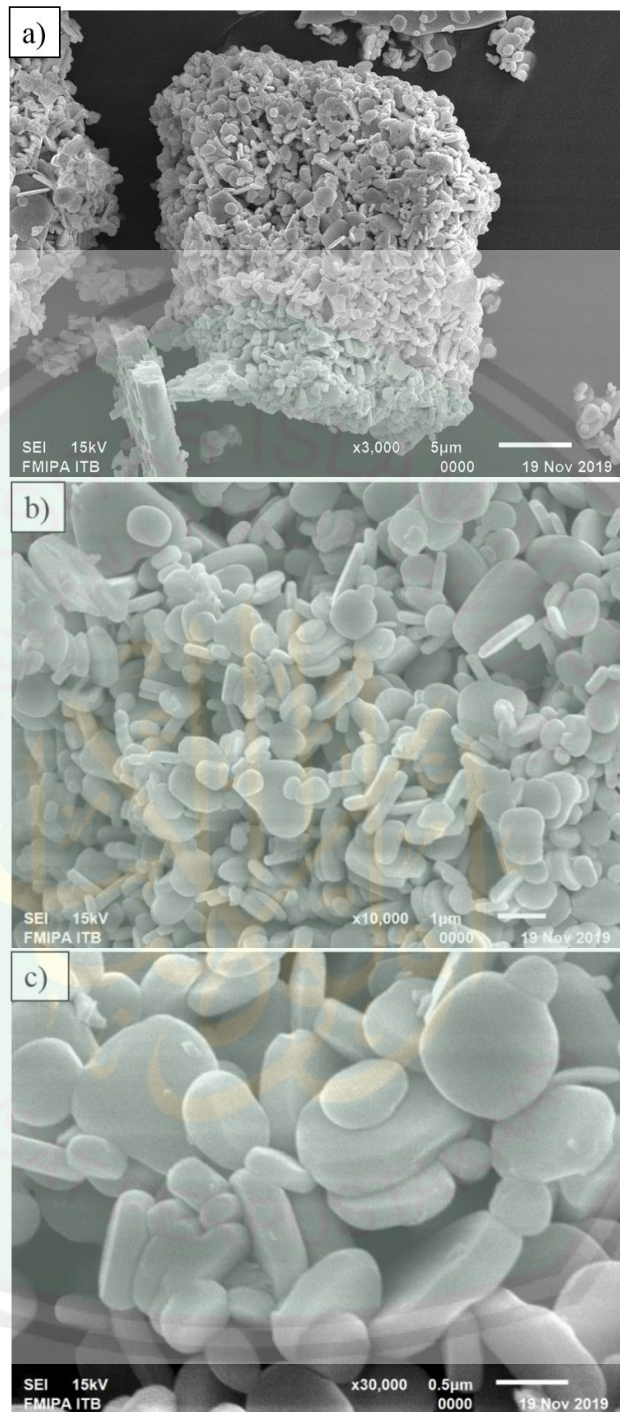
Gambar L.5.1 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$ pada perbesaran: (a) 3.000 (b) 10.000 dan (c) 30.000 kali

L.5.2 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$ 

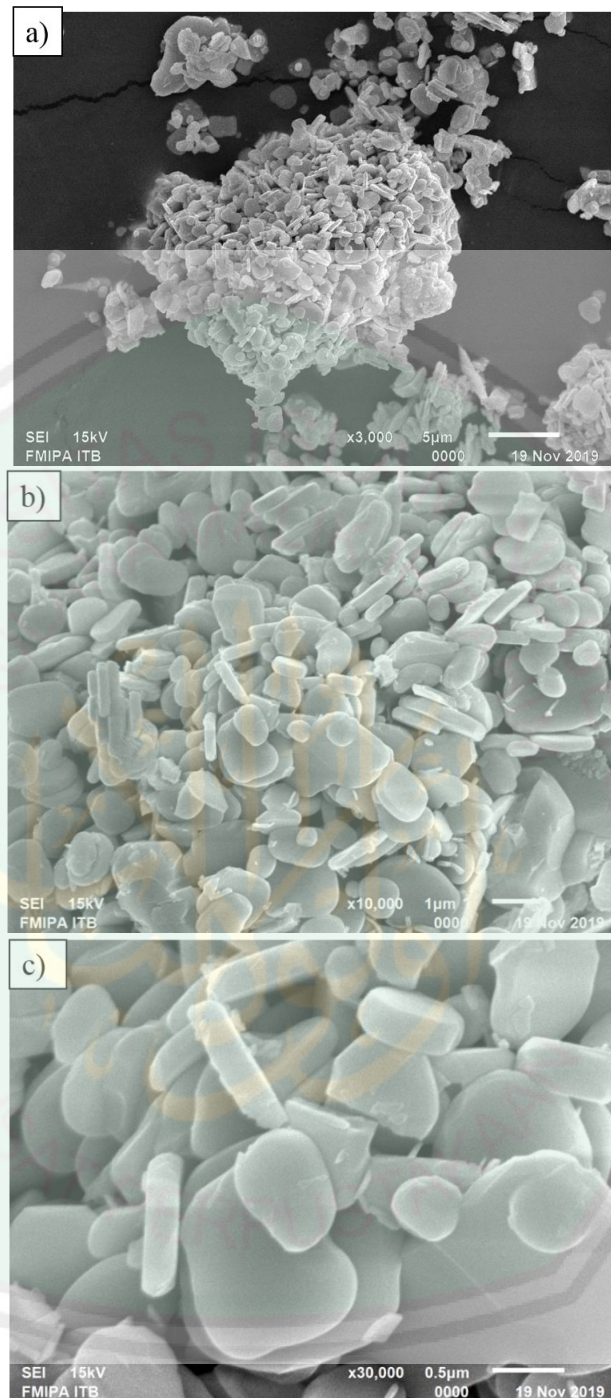
Gambar L.5.2 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$ pada perbesaran:
(a) 3.000 (b) 10.000 dan (c) 30.000 kali

L.5.3 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$ 

Gambar L.5.3 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$ pada perbesaran:
(a) 3.000 (b) 10.000 dan (c) 30.000 kali

L.5.4 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$ 

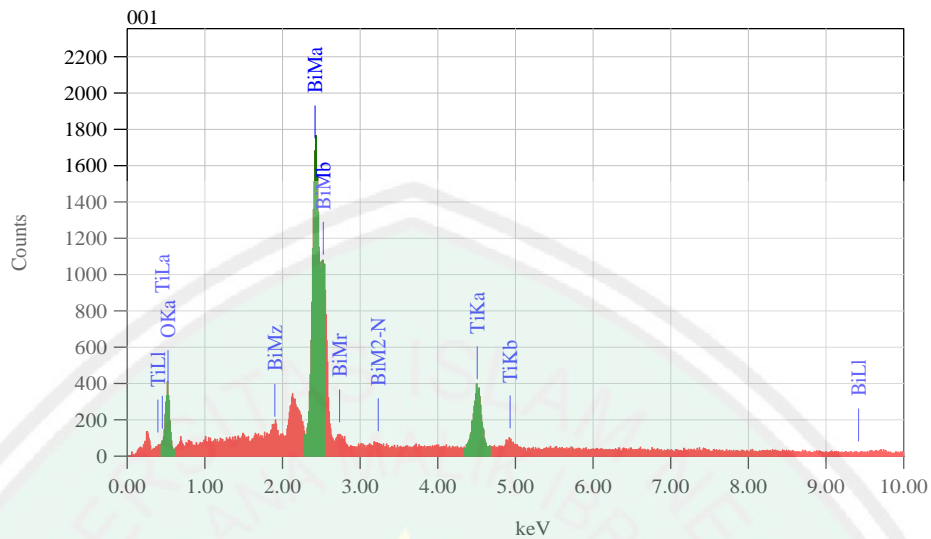
Gambar L.5.4 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$ pada perbesaran:
(a) 3.000 (b) 10.000 dan (c) 30.000 kali

L.5.5 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,2$ 

Gambar L.5.5 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,2$ pada perbesaran: (a) 3.000 (b) 10.000 dan (c) 30.000 kali

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi menggunakan EDS

L.6.1 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$

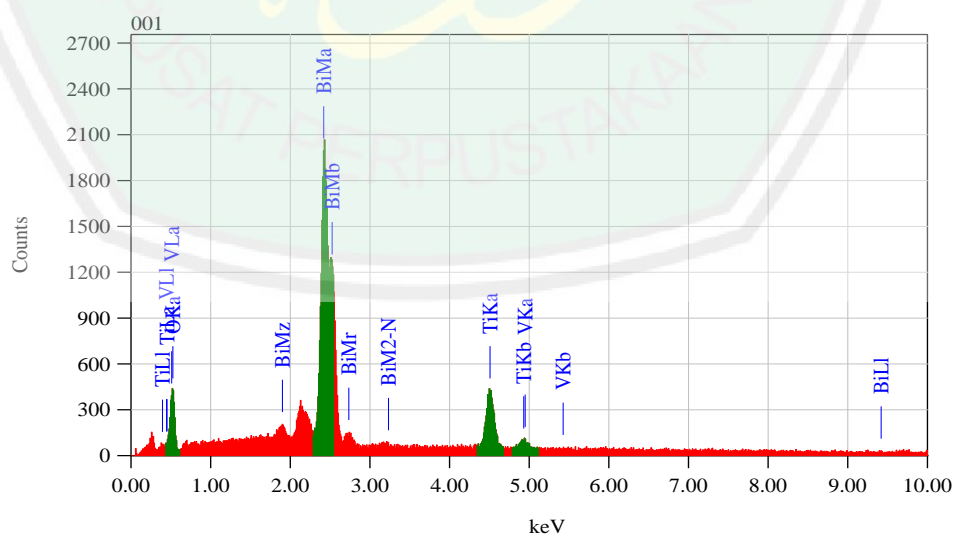


Gambar L.6.1 Data EDS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$

Tabel L.6.1 Presentase unsur yang terkandung dalam $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$

Unsur	Massa%	Atom%
O	8,51	45,37
Ti	12,59	22,42
Bi	78,91	32,22
Total	100	100

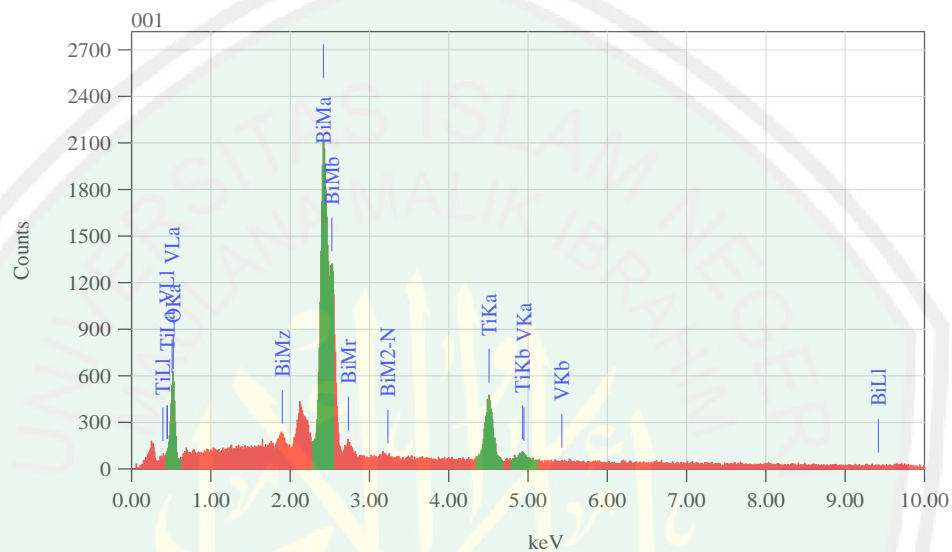
L.6.2 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$



Gambar L.6.2 Data EDS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$

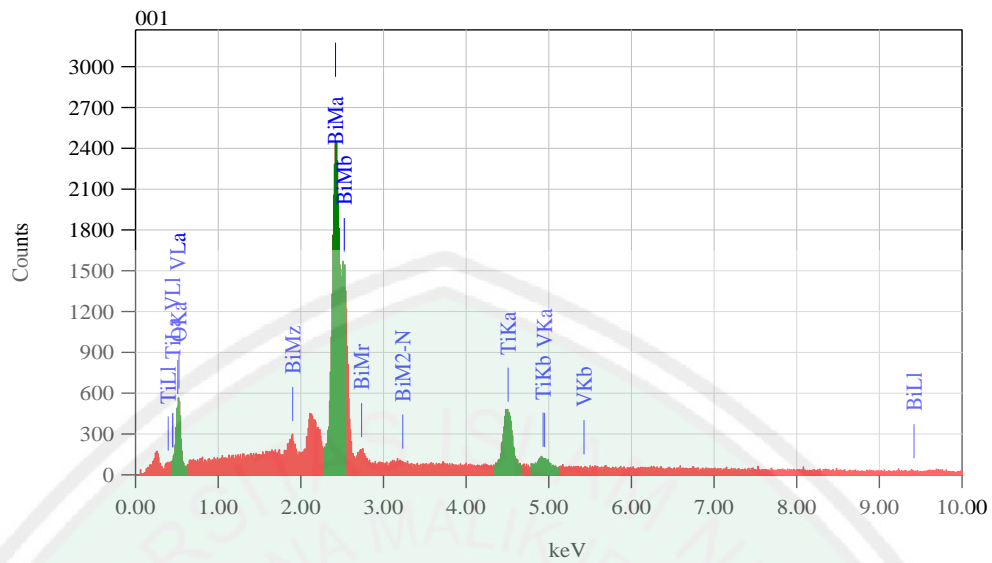
Tabel L.6.2 Presentase unsur yang terkandung dalam $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x= 0,05$

Unsur	Massa%	Atom%
O	8,02	43,79
Ti	12,43	22,67
Bi	79,35	33,19
V	0,20	0,35
Total	100	100

L.6.3 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x= 0,1$ Gambar L.6.3 Data EDS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x= 0,1$ Tabel L.6.3 Presentase unsur yang terkandung dalam $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x= 0,1$

Unsur	Massa%	Atom%
O	9,82	49,67
Ti	11,83	19,98
V		
Bi	78,36	30,35
Total	100	100

L.6.4 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$

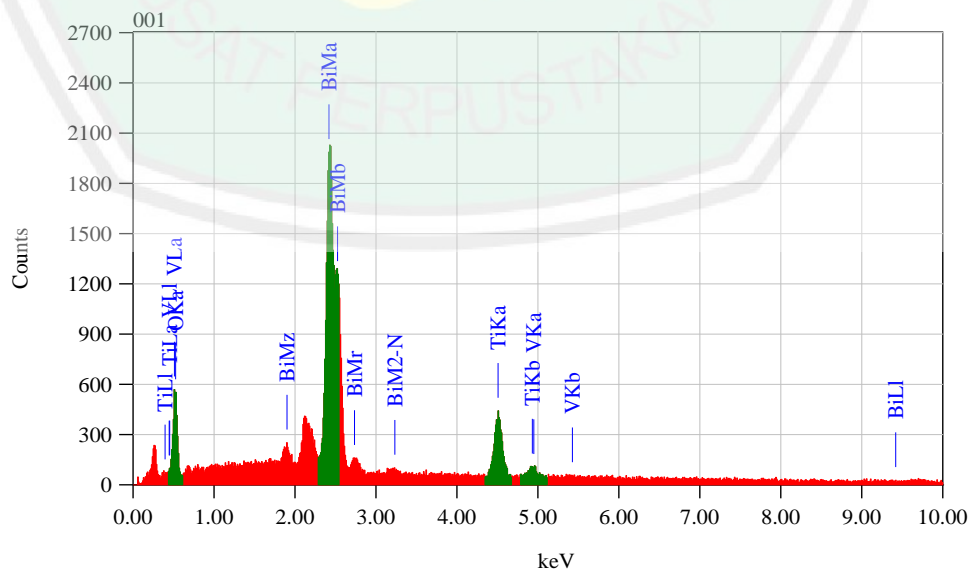


Gambar L.6.4 Data EDS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$

Tabel L.6.4 Presentase unsur yang terkandung dalam $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$

Unsur	Massa%	Atom%
O	8,71	46,94
Ti	11,09	19,96
V		
Bi	80,21	33,10
Total	100	100

L.6.5 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,2$



Gambar L.6.5 Data EDS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,2$

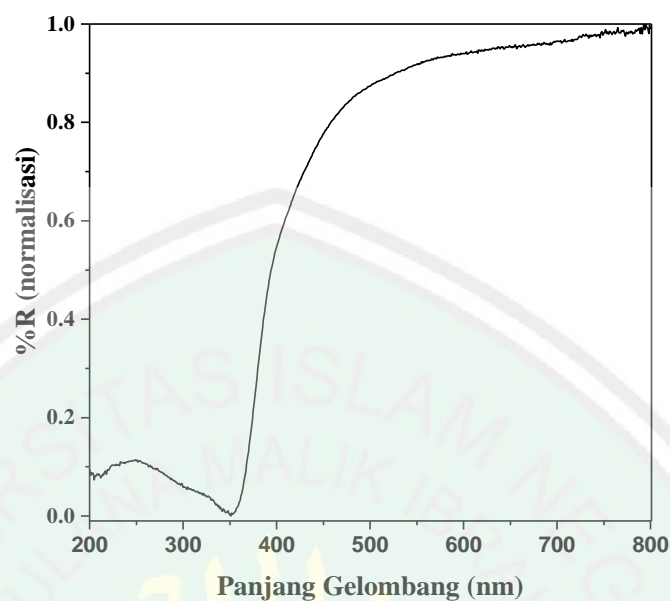
Tabel L.6.5 Presentase unsur yang terkandung dalam $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,2$

Unsur	Massa%	Atom%
O	9,89	49,70
Ti	11,56	19,41
V	0,56	0,88
Bi	77,99	30,01
Total	100	100



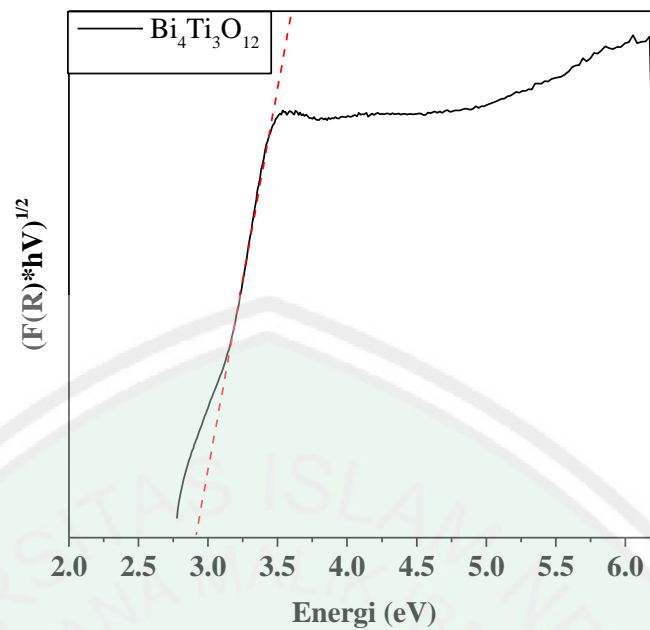
Lampiran 7. Hasil Karakterisasi UV-Vis DRS

L.7.1 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$



Gambar L.7.1.1 Spektra DRS hubungan % reflektan dengan panjang gelombang senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tanpa doping

Dari pengukuran dengan UV-Vis DRS diperoleh grafik hubungan antara %reflektansi dengan panjang gelombang yang ditampilkan pada Gambar L.7.1.1. Selanjutnya data tersebut dianalisis dengan menggunakan Persamaan Kubelka-Munk (Persamaan 3.1) dan diolah menjadi grafik hubungan $(F(R).hv)^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv) yang ditampilkan pada Gambar L.7.1.2 Energi celah pita dihitung dengan menarik garis lurus pada bagian kurva yang menurun sampai pada nilai $y=0$ dan nilai x pada $y=0$ adalah energi celah pita yang diperoleh untuk senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ (pada $y=0$ maka nilai x adalah 2,87 eV (nilai energi celah pita)



Gambar L.7.1.2 Spektra DRS hubungan $(F(R).hv)^{1/2}$ dengan energi (hv) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tanpa doping

Data energi celah pita dapat dikonversi menjadi nilai panjang gelombang dengan menggunakan hukum Planck ($E = hc/\lambda$) seperti di bawah ini

Diketahui :

$$E_g = 2,87 \text{ eV}$$

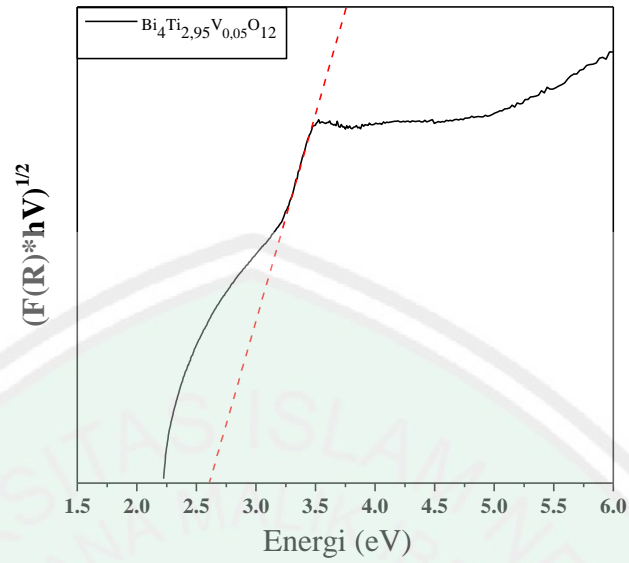
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai energi celah pita pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17}}{2,87 \text{ eV}} = 432 \text{ nm}$$

Langkah yang sama digunakan untuk menghitung energi celah pita sampel yang lain. Perhitungan singkat sampel yang lain ditampilkan pada L.7.2-L.7.5.

L.7.2 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$



Gambar L.7.2 Spektra DRS hubungan $(F(R).hv)^{1/2}$ dengan energi (hv) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$

Diketahui :

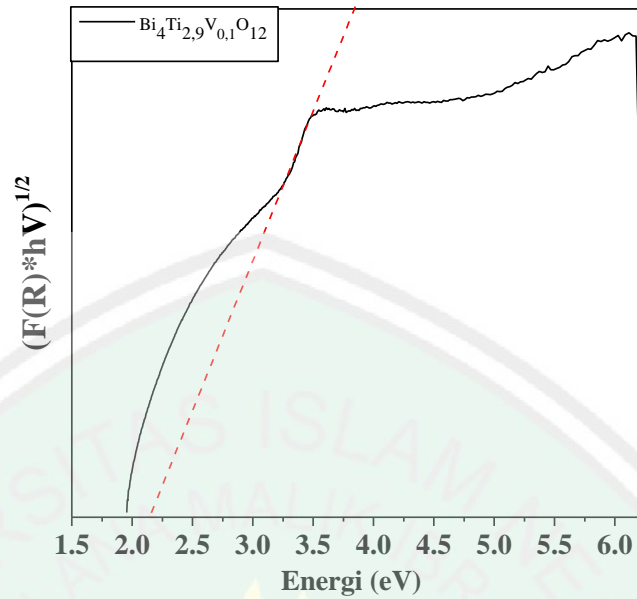
$$E_g = 2,53 \text{ eV}$$

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

Nilai energi celah pita pada saat $y=0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17}}{2,53 \text{ eV}} = 491 \text{ nm}$$

L.7.3 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$



Gambar L.7.3 Spektra DRS hubungan $(F(R).hv)^{1/2}$ dengan energi (hv) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$

Diketahui :

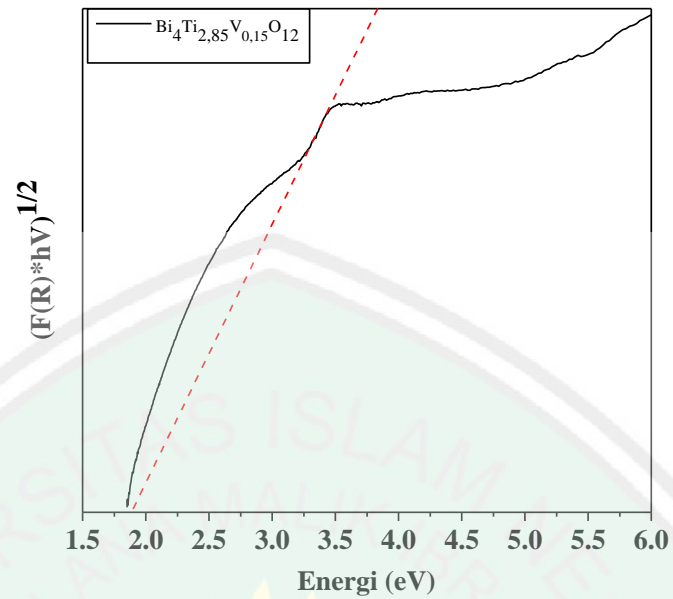
$$E_g = 2,02 \text{ eV}$$

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

Nilai energi celah pita pada saat $y=0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17}}{2,02 \text{ eV}} = 614 \text{ nm}$$

L.7.4 Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ untuk x= 0,15



Gambar L.7.4 Spektra DRS hubungan $(F(R).hv)^{1/2}$ dengan energi (hv) senyawa Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ untuk x= 0,15

Diketahui :

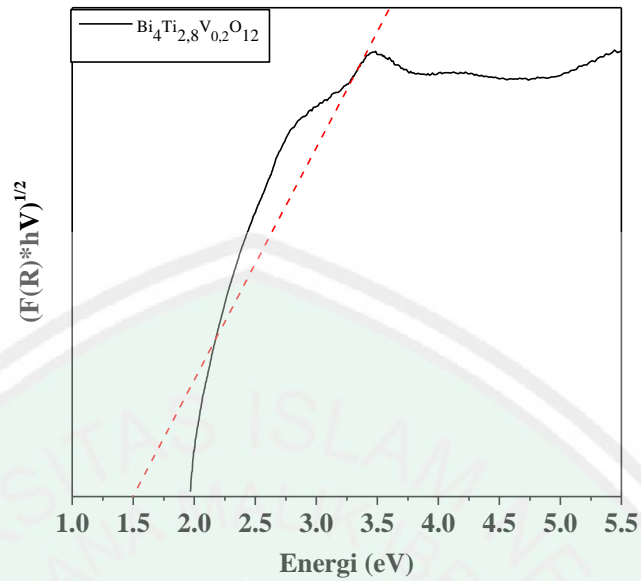
$$E_g = 1,98 \text{ eV}$$

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

Nilai energi celah pita pada saat $y=0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17}}{1,98 \text{ eV}} = 627 \text{ nm}$$

L.7.5 Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ untuk x= 0,2



Gambar L.7.5 Spektra DRS hubungan $(F(R).hv)^{1/2}$ dengan energi (hv) senyawa Bi₄Ti_{3-x}V_xO₁₂ untuk x= 0,2

Diketahui :

$$E_g = 1,50 \text{ eV}$$

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

Nilai energi celah pita pada saat $y= 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17}}{1,50 \text{ eV}} = 827 \text{ nm}$$