

**SINTESIS SrTiO₃ TERDOPING Fe DENGAN METODE
LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

Oleh :
ALDI DWI PRASETIYO
NIM. 15630085



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

**SINTESIS SrTiO₃ TERDOPING Fe DENGAN METODE
LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

Oleh:
ALDI DWI PRASETIYO
NIM. 15630085

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 SrTiO₃ TERDOPING Fe DENGAN METODE
LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

Oleh :
ALDI DWI PRASETIYO
NIM. 15630085

Telah Diperiksa dan disetujui untuk Diuji
Tanggal: 25 November 2020

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc
NIDT. 19900906 20180201 2 239

Mengetahui,
Ketua Jurusan





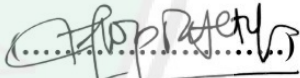

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

SINTESIS SrTiO₃ TERDOPING Fe DENGAN METODE LELEHAN GARAM

SKRIPSI

Oleh:
ALDI DWI PRASETIYO
NIM. 15630085

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 25 November 2020

Penguji Utama	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(.....) 
Ketua Penguji	: Himmatul Baroroh, M.Si NIP. 19750730 200312 2 001	(.....) 
Sekretaris Penguji	: Dr. Anton Prasetyo, M.Si NIP. 19770925 200604 1 003	(.....) 
Anggota Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19990906 20180201 2 239	(.....) 

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan**


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

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Aldi Dwi Prasetyo

NIM : 15630085

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : "Sintesis SrTiO_3 terdoping Fe dengan Metode Lelehan Garam"

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

Malang, 25 November 2020

Yang membuat pernyataan,



Aldi Dwi Prasetyo
NIM. 15630085

MOTTO

**“BARANG SIAPA YANG BERSUNGGUH-SUNGGUH, PASTI AKAN
MENDAPATKANNYA”**

**MAN
JADDA
WA
JADA**



HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

Diri saya sendiri yang telah bekerja sangat keras sampai dititik ini, saya sangat bangga kepadamu karena kamu adalah satu-satunya anak di keluarga besar yang bisa mendapatkan gelar sarjana, saya harap kamu bisa membuka pintu harapan baru dan menunjukkan kepada mereka semua bahwa kalau ada niat, usaha, dan doa insyaAllah segala impian kita akan tercapai.

Kepada kedua orang tua saya, Alm Bapak Sunaryo dan Ibu Kumining yang senantiasa memberikan doa-doa untuk keselamatan diri, kelancaran urusan dan keberhasilanku, terimakasih banyak atas dukungan dan kepercayaan yang telah diberikan sehingga saya bisa sampai dititik ini menjadi pribadi yang insyaAllah lebih baik lagi dari sebelumnya.

Keluarga inti saya mulai dari adek Finna Tri Utami dan mas Shofiar Zunus Kristianto, dan seluruh keluarga besar dari ibu dan bapak yang tidak bisa saya sebutkan satu-satu terimakasih banyak atas doa dan dukungannya selama ini sehingga saya bisa kuat dan terus melangkah maju menggapai impian saya.

Seluruh Dosen dan Laboran Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan banyak sekali ilmu kepada saya baik ilmu kimia, agama maupun ilmu kehidupan. Terkhusus untuk Bu Anik selaku dosen wali dan Pak Anton selaku dosen pembimbing saya, terimakasih banyak untuk semuanya selama ini.

Untuk seluruh keluarga besar kimia angkatan 2015 terutama keluarga kimia C yang sudah mewarnai masa perkuliahan saya dengan suka, duka, tangis, canda dan tawa. Semoga kita selalu menjalin tali silaturahmi sampai kapan pun.

Untuk tim osjur Asam Sitrat (Irfan, Anggun, Rahma, Ihsani, Iim, Firda, Ria, dan Fayrus) kalian adalah anak-anak kimia pertama yang saya kenal baik dan banyak memberikan arti perjuangan, kekompakan, dan arti kekeluargaan.

Team penelitian bapak Anton Prasetyo (Hanif, Hasal, Abang Iva, Vivin, Azza dan Andi) yang telah berjuang, belajar, dan berdiskusi bersama selama ini untuk mendapatkan hasil penelitian yang lebih baik.

Untuk adek tingkat 2016 (Indra, Fikri, Usman, dkk) yang telah membantu dalam proses belajar pengolahan data sekaligus pemahaman, untuk kakak-kakak tingkat saya (MbK Widya, MbK Nelly, MbK Caca, MbK Tutud, MbK Diah, MbK Sannah, Mas Regnant, Mas Thoif, dan masih banyak lainnya) tidak cukup jika saya sebutkan satu-persatu, terimakasih banyak untuk diskusi barengnya, berbagi ilmu, pemahaman, saran dan masuknya selama ini, dan yang terpeting adalah terimakasih telah membuat skripsi yang sangat berguna untuk saya khususnya dan adek-adek tingkat lainnya karena skripsi mbak-mbak dan mas-mas semua sangat bermanfaat untuk dijadikan acuan, koreksi untuk kearah yang lebih baik lagi.

Terkhusus Nadya dan Hanif terimakasih untuk pinjaman laptop selama ini, sampai detik saya menulis halaman persembahan ini, tanpa bantuan kalian dari awal penulisan naskah proposal, seminar hasil, dan akhirnya skripsi ini tidak akan terselesaikan.

Dan yang terakhir untuk teman kimia yang saya kenal tidak hanya baiknya saja yaitu Normal: Fata Chi, Sukijan, Fiddien, Hasal, dan Lala. Terimakasih banyak untuk pengalaman organisasi tapi itu hanya formalitas, karena kalian banyak memberikan pengalaman tentang kehidupan walaupun banyak buruknya tapi kalian adalah sarana pendewasaan yang paling berharga sampai di titik ini.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur saya panjatkan kepada Allah Swt. yang telah melimpahkan rahmat, taufiq dan hidayah-Nya kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Sintesis SrTiO₃ Terdoping Fe dengan Metode Lelehan Garam”** ini. Sholawat dan salam semoga senantiasa dilimpahkan kepada Nabi Muhammad Saw. keluarganya, sahabatnya dan para pengikutnya.

Skripsi ini dapat disusun dan diselesaikan atas kontribusi, dukungan, motivasi, dan bimbingan dari berbagai pihak sebagai akibat keterbatasan pengetahuan yang penulis miliki. Oleh karena itu, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua yang selalu memberikan do'a, semangat, dan motivasi agar terus belajar dan berusaha, sehingga dapat terselesaikan naskah skripsi ini.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku dosen pembimbing I dan ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen pembimbing II yang selalu sabar untuk meluangkan waktu dalam memberikan bimbingan, pengarahan, dan motivasi, sehingga penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Ibu Eny Yulianti, M.Si dan Ibu Himmatul Barroroh, M.Si selaku dosen penguji yang selalu sabar untuk memberikan nasehat, sehingga penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
5. Seluruh dosen Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik

Ibrahim Malang yang telah memberikan pengetahuan sebagai dasar atau pedoman bagi penulis untuk menyelesaikan naskah skripsi ini.

6. Seluruh laboran Jurusan Kimia terutama kepada bu is yang telah banyak membantu selama proses penelitian.
7. Teman-teman yang selalu memberikan masukan, semangat, dan motivasi, sehingga naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
8. Seluruh pihak yang berkontribusi dalam penulisan naskah skripsi ini yang penulis tidak mampu menyebutkan satu per satu.

Penulis sadar bahwa dalam penyusunan naskah skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, segala kritik dan saran akan penulis terima dengan lapang hati dan mohon maaf kepada semua pihak apabila terdapat kesalahan selama penyusunan. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat dan menambah ilmu pengetahuan. Demikian skripsi ini penulis susun, semoga dapat memberikan manfaat bagi semua pihak.

Malang, 25 November 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR PERSAMAAN	xvi
ABSTRAK	xvii
ABSTRACT	xviii
مستخلص البحث	xix
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 Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Karakteristik Senyawa SrTiO ₃	6
2.2 SrTiO ₃ sebagai Material Fotokatalis	7
2.3 Pengaruh Doping Fe terhadap Senyawa SrTiO ₃	8
2.4 Sintesis Perovskit Terdoping dengan Metode Lelehan Garam	12
2.5 <i>Refinement</i> Struktur Kristal dengan Menggunakan Metode <i>Rietveld</i>	17
2.6 Pandangan Islam Tentang Sintesis Material Fotokatalis untuk Pengolahan Limbah Zat Warna	19
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan.....	24
3.2 Alat dan Bahan	24
3.2.1 Alat	24
3.2.2 Bahan	24
3.3 Rancangan Penelitian	24
3.4 Prosedur Kerja	25
3.4.1 Preparasi Bahan	25
3.4.2 Sintesis SrTiO ₃ Terdoping Fe dengan Metode Lelehan Garam	26
3.4.3 Karakterisasi menggunakan XRD	26
3.4.4 Karakterisasi menggunakan SEM-EDS	27
3.4.5 Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS	27

3.5 Analisa Data	27
3.5.1 Analisis Data XRD	27
3.5.2 Analisis Data SEM-EDS	28
3.5.3 Analisis Data UV-Vis DRS	29
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis SrTiO ₃ Terdoping Fe dengan Metode Lelehan Garam	30
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ dengan XRD	32
4.3 Refinement Data XRD SrTi _{x-1} Fe _x O ₃	35
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ dengan SEM-EDS	37
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ dengan UV-Vis DRS	41
4.6 Hasil Sintesis dan Karakterisasi SrTiO ₃ Terdoping Fe dalam Prespektif Islam	46
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan.....	49
5.2 Saran.....	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN.....	54



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram alir.....	54
Lampiran 2 Perhitungan.....	56
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD	61
Lampiran 4 Contoh Perhitungan <i>Cyrstallite Size</i>	75
Lampiran 5 Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDS	76
Lampiran 6 Tahapan Analisis Ukuran Partikel Menggunakan Perangkat Lunak ImageJ.....	81
Lampiran 7 Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS	85
Lampiran 8 Dokumentasi Penelitian	88



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur SrTiO ₃ dengan Bola merah mewakili atom O, bola hijau tua mewakili atom Sr, dan bola hijau muda mewakili atom Ti 7
Gambar 2.2	Tahapan fotokatalitik dengan fotokatalis semikonduktor 8
Gambar 2.3	Struktur ideal SrTiO ₃ terdoping Fe..... 9
Gambar 2.4	Pola XRD dari SrTiO ₃ murni dan SrTiO ₃ terdoping Fe 10
Gambar 2.5	Data DRS dari SrTiO ₃ murni dan SrTiO ₃ terdoping Fe 10
Gambar 2.6	Morfologi SrTiO ₃ murni dan beberapa SrTiO ₃ terdoping Fe dengan konsentrasi 10, 25, dan 40% 11
Gambar 2.7	Ilustrasi skematis tahapan utama dari metode lelehan garam untuk sintesis sebruk oksida perovskit..... 13
Gambar 2.8	Pola XRD dari La ₂ TiO ₇ murni, La ₂ TiO ₇ terdoping Rh (MSS), La ₂ TiO ₇ terdoping Rh (SSR), La ₂ TiO ₇ terdoping Rh (PC)..... 14
Gambar 2.9	Morfologi La ₂ TiO ₇ terdoping Rh menggunakan metode (a) MSS, (b) SSR, (c) PC 14
Gambar 2.10	Pola XRD dari NaTaO ₃ murni, dan NaTaO ₃ terdoping Nb dengan berbagai konsentrasi..... 15
Gambar 2.11	Morfologi (a) NaTaO ₃ murni, (b) NaNbO ₃ , dan (c,d) NaTaO ₃ terdoping Nb dengan konsentrasi 0,5 16
Gambar 3.1	Difraktogram standar senyawa SrTiO ₃ JCPDS (No. 89-4934) 28
Gambar 4.1	Perubahan warna sampel (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi suhu 900°C, dan (c) setelah penyaringan sampel SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ (x=0; 0,05; 0,1; 0,15 dan 0,2)..... 31
Gambar 4.2	Pola difraksi sinar-X senyawa SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ (x=0; 0,05; 0,1; 0,15 dan 0,2) 33
Gambar 4.3	Pergeseran puncak difraksi sinar-X senyawa SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ (x=0; 0,05; 0,1; 0,15 dan 0,2)..... 33
Gambar 4.4	Plot hasil <i>refinement</i> data senyawa SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ (x=0) dengan metode Le-bail..... 35
Gambar 4.5	Grafik nilai parameter kisi (a) dan volume sel (b) dengan konsentrasi dopan Fe (x=0; 0,05; 0,1; dan 0,15)..... 36
Gambar 4.6	Hasil SEM-EDS senyawa SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ (a) x=0; (b) x= 0,05; (c) x= 0,1; (d) x= 0,15; dan (e) x=0,2, yang disintesis menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl 38
Gambar 4.7	Spektra DRS hubungan nilai absorbansi dengan panjang gelombang senyawa SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ (x=0; 0,05; 0,1; 0,15 dan 0,2) .. 41
Gambar 4.8	Spektra DRS hubungan nilai reflektansi dengan panjang gelombang senyawa SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ (x=0; 0,05; 0,1; 0,15 dan 0,2) .. 42
Gambar 4.9	Spektra DRS hubungan antara $(F(R)h\nu^{1/2})$ dengan energi (eV) senyawa SrTi _{x-1} Fe _x O ₃ (x=0; 0,05; 0,1; 0,15 dan 0,2)..... 43
Gambar 4.10	Dugaan diagram pita energi SrTiO ₃ terdoping Fe 45

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Komposisi prekursor senyawa $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)	26
Tabel 4.1 Crystallite size dari senyawa $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)	34
Tabel 4.2 Data kristalografi $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,15$)	36
Tabel 4.3 Ukuran partikel $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$	39
Tabel 4.4 Presentase unsur-unsur penyusun $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ hasil EDS	41
Tabel 4.5 Nilai energi celah pita senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).	44



DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1	Persamaan Nilai Residu Profil (R_p)	18
Persamaan 2.2	Persamaan Nilai Residu Profil Berbobot (R_{wp})	18
Persamaan 2.3	Persamaan Nilai Bobot (w).....	18
Persamaan 2.4	Persamaan Nilai R yang diharapkan (R_{exp}).....	19
Persamaan 2.5	Persamaan Nilai <i>goodness of fit</i> (χ^2).....	19
Persamaan 3.1	Persamaan Debye Scherer	28
Persamaan 3.2	Persamaan Kubelka-Munk.....	29
Persamaan 4.1	Reaksi Pencucian Garam	31



ABSTRAK

Prasetyo, A., D. 2020. Sintesis SrTiO₃ Terdoping Fe Dengan Metode Lelehan Garam. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Pembimbing II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

Kata Kunci: Fotokatalis, Strontium Titanat , Doping, Lelehan Garam.

Salah satu material fotokatalis yang berpotensi dikembangkan adalah strontium titanat (SrTiO₃) yang mempunyai energi celah pita 3,2 eV sehingga bekerja pada daerah sinar *ultraviolet* (UV). Hal ini menyebabkan SrTiO₃ kurang efisien bekerja dengan sumber sinar matahari karena hanya ada sekitar 4% sinar UV. Pendopingan adalah cara yang banyak digunakan untuk meningkatkan penyerapan cahaya ke arah sinar tampak, dengan mensubstitusikan dopan ke dalam semikonduktor. Dalam penelitian ini, sintesis senyawa SrTi_{x-1}Fe_xO₃ ($x=0$; 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) menggunakan metode lelehan garam. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik Difraksi Sinar-X (XRD) untuk menganalisa fasa yang terbentuk, *scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy* (SEM-EDS) untuk menganalisa morfologi serta komposisi unsur, dan *UV-Visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS) untuk mengetahui pola serapan sinar sampel hasil sintesis. Difraktogram senyawa SrTi_{x-1}Fe_xO₃ ($x=0$; 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) menunjukkan bahwa sampel berhasil disintesis akan tetapi pada $x=0,2$ ditemukan sedikit pengotor TiO₂ anatas. Gambar SEM menunjukkan bahwa morfologi partikel berbentuk kubus dan dopan Fe menyebabkan aglomerasi. Spektra EDS menunjukkan bahwa unsur penyusun senyawa adalah Sr, Ti, Fe, dan O yang merata. Spektra UV-Vis DRS menunjukkan bahwa adanya pola serapan pada panjang gelombang cahaya tampak yang disebabkan oleh adanya dopan Fe.

ABSTRACT

Prasetyo, A., D. 2020. Synthesis of Fe-Doped SrTiO₃ by Molten Salt Method. Thesis report. Chemistry Departement, Science and Techonology Faculty, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Supervisor II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

Keywords: Photocatalyst, Strontium Titanat , Doped, Molten salt.

One of the photocatalyst material that has the opportunity to be developed is strontium titanate (SrTiO₃) which has a band gap energy of 3.2 eV so that it works in the area of UV light. This causes SrTiO₃ to be inefficient in working with sources of sunlight because there is only about 4% of UV light. Doping is a widely used way to increase the absorption of light towards visible light, by substituting dopants into the semiconductor. In this study, the synthesis of SrTi_{x-1}Fe_xO₃ compounds ($x = 0; 0.05; 0.1; 0.15; \text{ and } 0.2$) using the molten salt method. Synthesized samples were characterized using X-Ray Diffraction (XRD) techniques to analyze the formed phases, scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) to analyze the morphology and composition of elements, and UV-Visible diffuse reflectance spectroscopy (UV-Vis DRS) to find out the absorption pattern of the synthesized sample. Diffractogram of SrTi_{x-1}Fe_xO₃ compounds ($x = 0; 0.05; 0.1; 0.15; \text{ and } 0.2$) showed that the sample was successfully synthesized but at $x = 0.2$ a little impurities of TiO₂ were found. SEM images show that cubic and dopant Fe particle morphology cause agglomeration. The EDS spectra show that the constituent elements are Sr, Ti, Fe, and O which are evenly distributed. UV-Vis DRS spectra show that there is an absorption pattern at the wavelength of visible light caused by Fe dopant.

مستخلص البحث

براسيتيو، أ. د. ٢٠٢٠. توليف $SrTiO_3$ المنشطات Fe بواسطة طريقة ذوبان الملح. تقرير نتائج البحث. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: الدكتور أنطون براسيتيو، الماجستير؛ المشرف الثاني: لؤلؤة الحميدة عليا، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: فوتوكاتليس، تيتانات سترونتيوم، المنشطات، والملح الذائب.

واحدة من المواد فوتوكاتليس التي تم تطويرها هي تيتانات سترونتيوم ($SrTiO_3$) التي لديها فجوة في الطاقة من 3.2 eV الشريط بحيث يعمل على مناطق الأشعة فوق البنفسجية. وهذا يسبب $SrTiO_3$ للعمل بكفاءة أقل مع مصدر أشعة الشمس لأن هناك فقط حوالي 4% من الأشعة فوق البنفسجية. المنشطات هو وسيلة تستخدم على نطاق واسع لزيادة امتصاص الضوء نحو الأشعة المرئية، عن طريق إسطية المنشطات في أشباه الموصلات. في هذه الدراسة، فإن تركيب المركبات $SrTi_{x-1}Fe_xO_3$ ($0 = x$)؛ 0.05 ؛ 0.1 ؛ 0.15 ؛ و 0.2) يستخدم طريقة ذوبان الملح. تتميز نتائج توليف العينة باستخدام تقنيات الحيود بالأشعة السينية (XRD) لتحليل المراحل المشكلة، ومسح التحليل الطيفي المجهرية للطاقة الإلكترونية (SEM-EDS) لتحليل المورفولوجيا وكذلك تكوين العناصر، ومنظار طيف الانعكاس المنتشر المرئي للأشعة فوق البنفسجية (UV-Vis DRS) لتحديد نمط امتصاص العينة لنتيجة التوليف. وتشير مركبات رسم الوراثة كمتوغرام من $SrTi_{x-1}Fe_xO_3$ (0.05 ؛ 0.1 ؛ 0.15 ؛ و 0.2) إلى أن العينات قد تم تصنيعها بنجاح ولكن عند $x = 0.2$ تم العثور على القليل من TiO_2 . تُظهر صورة SEM أن مورفولوجيا الجسيمات على شكل مكعبات و Fe المنشطات تسبب التكتل. وبين الطيف EDS أن العناصر المكونة للمجمع هي Sr ، و Ti ، و Fe ، و O . تظهر الأشعة فوق UV-Vis DRS أن هناك نمط امتصاص في الطول الموجي للضوء المرئي الناجم عن وجود المنشطات Fe .

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zat warna sintesis memiliki peran yang penting dalam bidang industri terutama industri makanan, kertas, plastik, dan tekstil, akan tetapi juga memunculkan efek negatif yaitu limbah warna. Pembuangan limbah warna secara langsung ke sungai tanpa pengolahan terlebih dahulu dapat mengakibatkan beberapa permasalahan lingkungan. Allah Swt. berfirman dalam al-Quran surat Yunus (10) ayat 14 yang berbunyi:

ثُمَّ جَعَلْنَاكُمْ خُلَفَاءَ فِي الْأَرْضِ مِنْ بَعْدِهِمْ لِنَنْظُرَ كَيْفَ تَعْمَلُونَ ۙ ١٤

Artinya: “Kemudian kami jadikan kamu sebagai pengganti-pengganti (mereka) di bumi setelah mereka, untuk kami lihat bagaimana kamu berbuat.” (QS. Yunus (10): 14).

Shihab (2012) dalam Tafsir Al-Mishbah menjelaskan sehubungan dengan surat Yunus ayat 14 di mana yang dimaksud pengganti-pengganti (mereka) adalah seluruh umat Muhammad sebagai khalifah di bumi, untuk menguji dan menampakkan apa yang akan dipilih (ketaatan atau kedurhakaan) setelah mengetahui apa yang terjadi atas orang-orang sebelumnya. Pengolahan limbah zat warna menggunakan proses fotokatalitik untuk menjaga kelestarian lingkungan merupakan salah satu bentuk ketaatan sebagai khalifah di bumi yang memiliki tugas dan tanggung jawab untuk melestarikan lingkungan dan menanggulangi pencemaran lingkungan.

Berbagai cara pengolahan limbah dikembangkan untuk mengurangi pencemaran yang dihasilkan diantaranya adalah klorinasi, degradasi fotokatalitik, ozonisasi, dan biodegradasi (Naimah, dkk., 2014). Diantara beberapa metode tersebut fotokatalitik menjadi pilihan tepat, karena memiliki potensi yang menjanjikan untuk mengatasi pencemaran limbah dengan memanfaatkan cahaya matahari yang ramah lingkungan menggunakan material fotokatalis.

Material fotokatalis merupakan suatu semikonduktor yang mengandung oksida logam atau bebas logam, nitrida, sulfida dan nanopartikel logam yang memiliki properti resonansi plasmon permukaan lokal (LSPR) (Wang, dkk., 2018). Beberapa material semikonduktor yang memiliki aktivitas fotokatalis adalah TiO_2 , MoS_2 , dan C_3N_4 (Wang, dkk., 2018) NaTaO_3 (Zhou, dkk., 2011) CaTiO_3 (Yang, dkk., 2014) $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ (Wang, dkk., 2013) dan SrTiO_3 (Mourao, dkk., 2017). Salah satu material yang berpeluang dimanfaatkan secara luas adalah Strontium titanat (SrTiO_3) yang memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV sehingga menyerap spektrum matahari pada daerah sinar *ultraviolet* (UV) (Dong, dkk., 2012). Namun hal tersebut kurang efisien karena pada dasarnya spektrum matahari hanya mengandung sekitar 4% sinar UV sisanya adalah sinar tampak (*visible*) (Zhou, dkk., 2011).

Usaha-usaha untuk menangani kekurangannya dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu doping, pembuatan larutan padatan (*solid-solution*), katalisator untuk sistem reaksi skema-Z (*Catalysts for Z-Scheme reaction system*), dan struktur *homo-junction* dan *hetero-junction* semikonduktor fotokatalis (Wang, dkk., 2018). Diantara usaha-usaha tersebut doping adalah cara yang banyak digunakan untuk meningkatkan penyerapan cahaya ke arah sinar tampak, dengan

mensubstitusikan dopan ke dalam semikonduktor. Beberapa material fotokatalis perovskit yang didoping adalah CaTiO_3 terdoping Fe (Yang, dkk., 2014), NaTaO_3 terdoping Mn, Fe, dan Co (Zhou, dkk., 2011), NaTaO_3 terdoping Nb (Wang, dkk., 2017), $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ terdoping Rh (Wang, dkk., 2013), dan SrTiO_3 terdoping Fe (Mourao, dkk., 2017).

SrTiO_3 merupakan material perovskit yang memiliki bentuk umum ABO_3 dan mempunyai fleksibilitas dalam modifikasi struktur sehingga mudah dilakukan pendopingan pada posisi kation A atau kation B. Banyak pihak mendoping SrTiO_3 dengan menggunakan logam seperti Mn, Fe, dan Co (Zhou, dkk., 2011) Fe (Xie, dkk., 2008) Ca (Mao, dkk., 2007) Ag, Pt, dan Au (Subramanian, dkk., 2006). Salah satu dopan yang berpotensi digunakan adalah logam Fe, karena ukuran jari-jari dari ion Fe^{3+} ($0,79\text{\AA}$) yang dekat dengan ion Ti^{4+} ($0,75\text{\AA}$) sehingga mudah disubstitusikan ke dalam kisi kristal SrTiO_3 (Xie, dkk., 2008). Zhou, dkk. (2011) melaporkan bahwa pendopingan SrTiO_3 menggunakan logam Fe dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik yang lebih baik dengan menurunkan energi celah pitanya dari 3,4 eV menjadi 2,3 eV. Mourao, dkk. (2017) menguatkan dalam penelitiannya bahwa pendopingan SrTiO_3 dengan logam Fe dapat meningkatkan konstanta laju fotodegradasi dari 0,073 menjadi 0,157 untuk uji fotokatalitik degradasi *methylene blue* (MB) dibawah sinar tampak.

Salah satu metode yang banyak digunakan dalam sintesis material perovskit terdoping adalah *solid state reaction* (SSR) (Wang, dkk., 2013). Metode SSR membutuhkan kondisi reaksi yang ekstrim (suhu tinggi) dengan waktu sintesis yang lama, dan menghasilkan ukuran partikel yang besar dengan ukuran yang tidak teratur. Penggunaan suhu yang tinggi juga bisa menyebabkan

perubahan bilangan oksidasi dari logam pendoping atau *host* nya. Untuk mengatasi masalah tersebut bisa digunakan metode sintesis yang menggunakan suhu yang lebih rendah. Metode yang sangat berpotensi digunakan adalah metode lelehan garam atau *molten salt synthesis* (MSS) yang beberapa tahun terakhir banyak dikembangkan karena sederhana, fleksibel, dan ramah lingkungan untuk menghasilkan bubuk kristal murni pada suhu rendah (Xue, dkk., 2017).

Keuntungan lain dari metode lelehan garam adalah secara keseluruhan waktu sintesis lebih singkat, dapat mengontrol morfologi, dan sisa pengotor yang dihasilkan lebih sedikit dibandingkan dengan sintesis menggunakan metode SSR (Mao, dkk., 2007). Wang, dkk. (2013) melakukan sintesis $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ terdoping Rh menggunakan metode lelehan garam menghasilkan morfologi seperti piring yang dilaporkan menunjukkan aktivitas fotokatalitik dibawah sinar tampak hingga 540 nm dalam larutan metanol. Selain itu, menghasilkan nanokristal berukuran 127 nm dengan luas permukaan sebesar $10 \text{ m}^2/\text{g}$, hasil tersebut jauh lebih baik jika dibandingkan dengan menggunakan metode SSR yang hanya menghasilkan nanokristal berukuran 100 nm dengan luas permukaan sebesar $7,9 \text{ m}^2/\text{g}$. Metode yang sama dilakukan Wang, dkk. (2017) untuk sintesis NaTaO_3 terdoping Nb hasilnya adalah terbentuk produk murni NaTaO_3 terdoping Nb tanpa adanya fasa pengotor dan menghasilkan morfologi seperti kubus dengan ukuran 30-50 nm serta rata-rata luas permukaannya mencapai $500 \text{ m}^2/\text{g}$. Berdasarkan hal tersebut, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis, karakterisasi struktur, morfologi, kandungan unsur dan pola serapan sinar senyawa SrTiO_3 terdoping Fe yang disintesis menggunakan metode lelehan garam. Karakterisasi struktur dan fasa yang terbentuk menggunakan instrumen teknik difraksi sinar-X (XRD),

karakterisasi morfologi dan kandungan unsur menggunakan instrumen *scanning electron microscopy–energy dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDS)*, dan pola serapan sinar menggunakan instrumen UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy (DRS)*.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana struktur, morfologi, kandungan unsur, dan pola serapan senyawa $\text{SrTi}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) terdoping Fe yang disintesis menggunakan metode lelehan garam?

1.3 Tujuan Penelitian

Mempelajari struktur, morfologi, kandungan unsur dan pola serapan senyawa $\text{SrTi}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) terdoping Fe yang disintesis menggunakan metode lelehan.

1.4 Batasan Masalah

1. Jenis garam yang digunakan adalah garam tunggal NaCl dengan rasio mol $\text{SrTiO}_3/\text{NaCl}$ 1:7.
2. Suhu sintering yang digunakan adalah 900°C .

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah baru mengenai struktur, morfologi, kandungan unsur, pola serapan, dan potensi sebagai material fotokatalis dari senyawa $\text{SrTi}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0;0,05;0,1 ;0,15; 0,2$) terdoping Fe yang disintesis menggunakan metode lelehan garam.

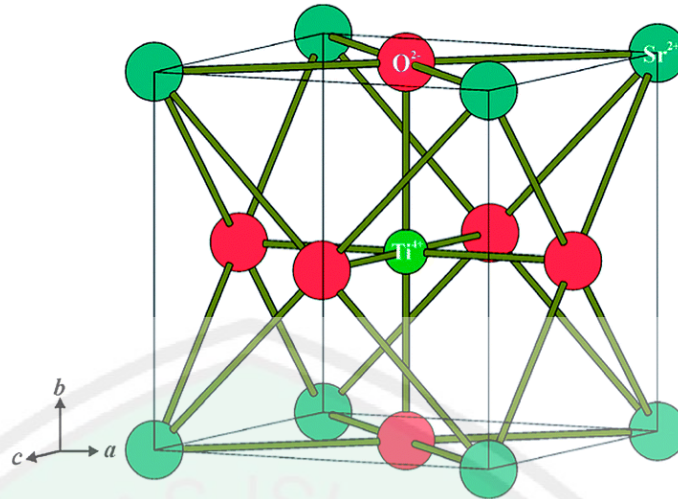
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Senyawa SrTiO₃

SrTiO₃ adalah suatu kristal dengan tipe struktur *cubic perovskite* yang secara umum dirumuskan dengan ABO₃ dimana merupakan salah satu bahan fungsional karena sifat fisiknya antara lain adalah sifat dielektrik, ferroelektrik, piezoelektrik, dan multielektrik (Wu, dkk., 2016). Komposisi struktur ABO₃ dalam posisi A biasanya di tempati oleh atom dengan ukuran besar (golongan alkali dan alkali tanah), sedangkan posisi B di tempati atom dengan ukuran yang lebih kecil (golongan logam transisi). Struktur SrTiO₃ sendiri secara spesifik pada posisi A di tempati oleh ion Sr²⁺ sedangkan posisi B ditempati oleh ion Ti⁴⁺ (Mourao, dkk., 2017).

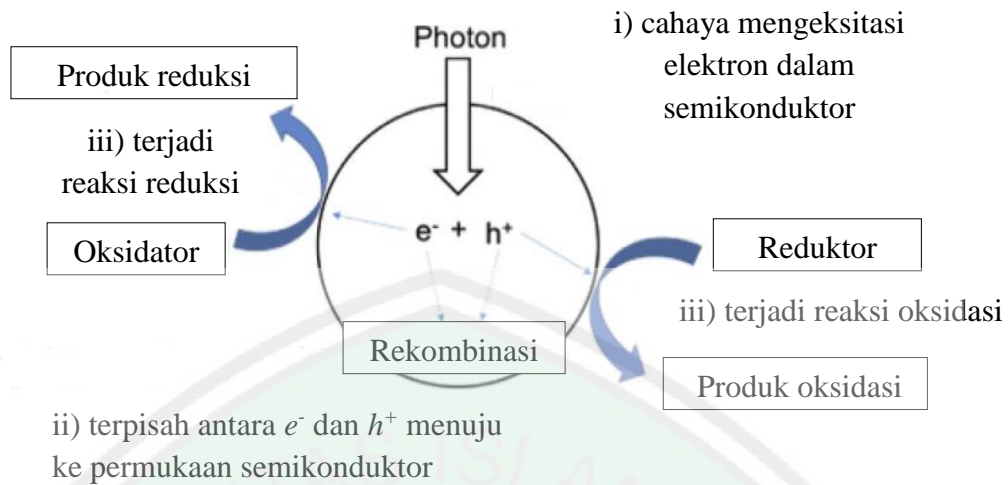
Struktur kristal SrTiO₃ memiliki (kelompok ruang *Pm-3m*) dengan ion-ion Sr²⁺ menempati posisi pusat dan masing-masing ion Sr²⁺ dikelilingi oleh empat oktahedral TiO₆. Oleh karena itu, setiap ion Sr²⁺ memiliki 12 bilangan koordinasi yang mengikat ion-ion O²⁻. Sedangkan ion-ion Ti⁴⁺ memiliki 6 bilangan koordinasi yang mengikat ion-ion O²⁻ (Zhou, dkk., 2011). Struktur SrTiO₃ ditampilkan pada Gambar 2.1. Karakteristik dari struktur SrTiO₃ yang unik ini memberikan sifat-sifat untuk aplikasi yang lebih luas seperti fotokatalis. Meskipun demikian kisi kristal SrTiO₃ dapat dimodifikasi dengan mensubstitusikan beberapa atom atau ion dengan jari-jari dan keadaan oksidasi yang berbeda.



Gambar 2.1 Struktur SrTiO_3 dengan Bola merah mewakili atom O, bola hijau tua mewakili atom Sr, dan bola hijau muda mewakili atom Ti (Singh, dkk., 2013).

2.2 SrTiO_3 sebagai Material Fotokatalis

SrTiO_3 merupakan salah satu material semikonduktor dengan bentuk kristal perovskit yang memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV dan lebar struktur pita yang sesuai untuk aktivitas fotokatalis (Dong, dkk., 2012). SrTiO_3 sebagai material semikonduktor fotokatalis memiliki beberapa aplikasi, seperti *water splitting*, sintesis amonia, pengurangan CO_2 , dan dekomposisi limbah zat warna (Wang, dkk., 2018). Mekanisme umum material semikonduktor sebagai fotokatalis dengan memanfaatkan sinar matahari terdiri dari tiga tahap: (i) semikonduktor menyerap foton dan menghasilkan e^- dan h^+ ; (ii) e^- dan h^+ yang tereksitasi ini dapat bermigrasi ke permukaan semikonduktor atau bergabung kembali di dalam material; (iii) pada permukaan, h^+ digunakan dalam reaksi oksidasi sedangkan pada e^- digunakan dalam reaksi reduksi. Ilustrasi langkah-langkah utama dalam reaksi semikonduktor sebagai fotokatalis ditampilkan pada Gambar 2.2.



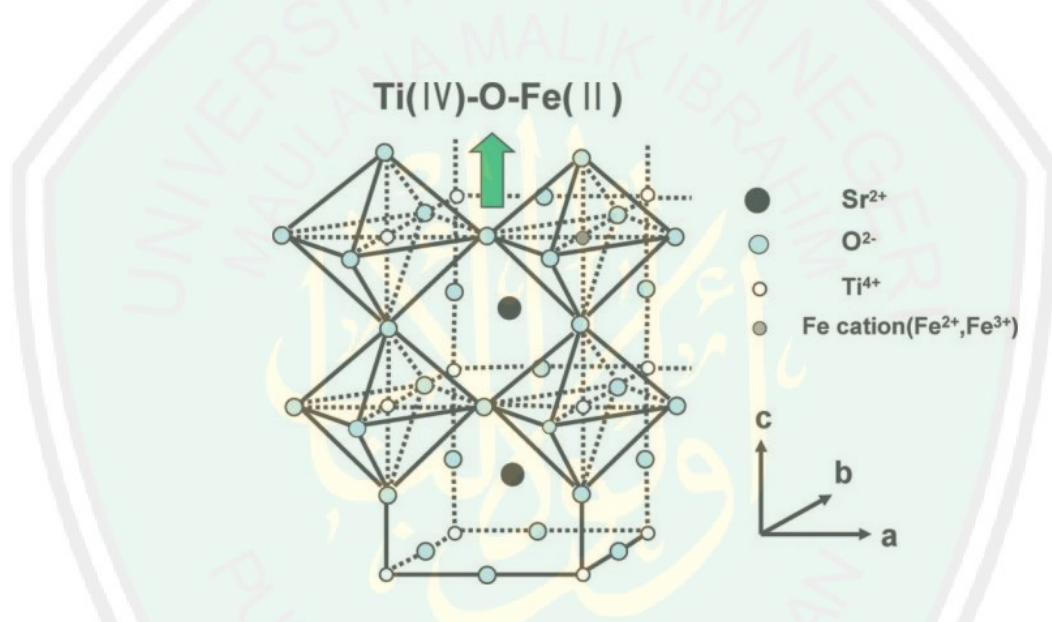
Gambar 2.2 Tahapan fotokatalitik dengan fotokatalis semikonduktor menurut (Wang, dkk., 2018) dalam (kudo, dkk., 2009).

Namun, SrTiO_3 dengan celah pita 3,2 eV kurang efisien dalam penyerapan spektrum matahari, karena hanya bisa menyerap sinar di daerah UV. Xue, dkk. (2017) melaporkan bahwa spektrum matahari menyumbang sinar UV sebesar 3,5%, sebaliknya di dominasi oleh sinar tampak dan inframerah (NIR) masing-masing sebesar 48% dan 44%. Usaha-usaha untuk menangani kekurangannya dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu doping, pembuatan larutan padatan (*solid-solution*), katalisator untuk sistem reaksi skema-Z (*Catalysts for Z-Scheme reaction system*), dan struktur *homo-junction* dan *hetero-junction* semikonduktor fotokatalis (Wang, dkk., 2018).

2.3 Pengaruh Doping Fe terhadap Senyawa SrTiO_3

Doping merupakan salah satu usaha untuk meningkatkan penyerapan material semikonduktor ke arah sinar tampak dengan cara mensubstitusikan dopan atau logam asing ke dalam semikonduktor (Wang, dkk., 2018). Secara umum logam yang bisa dijadikan dopan adalah logam yang memiliki muatan dan ukuran

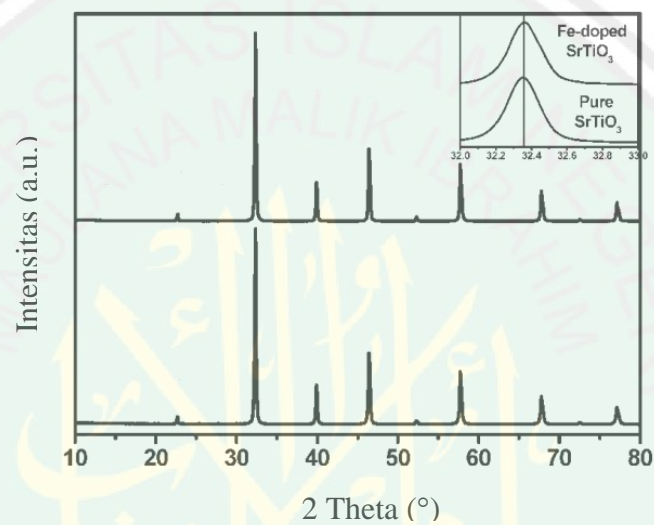
yang relatif sama sehingga dapat masuk kedalam struktur kristal perovskit dengan lebih mudah tanpa merubah struktur perovskit tersebut (Zhang, dkk., 2010). Logam Fe memiliki potensi yang sangat menguntungkan dijadikan sebagai dopan, karena ukuran jari-jari dari ion Fe^{3+} ($0,79\text{\AA}$) yang dekat dengan ion Ti^{4+} ($0,75\text{\AA}$) sehingga mudah disubstitusikan kedalam kisi kristal SrTiO_3 (Xie, dkk., 2008). Struktur ideal kristal SrTiO_3 terdoping Fe ditampilkan pada Gambar 2.3. Ion Fe^{2+} atau Fe^{3+} di substitusikan kedalam kisi kristal SrTiO_3 dimana ion Fe^{2+} atau Fe^{3+} menggantikan posisi dari ion Ti^{4+} .



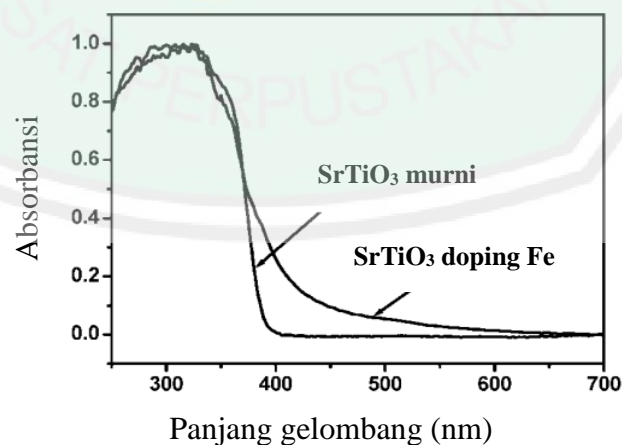
Gambar 2.3 Struktur ideal SrTiO_3 terdoping Fe (Xie, dkk., 2008).

Xie, dkk. (2008) melakukan sintesis SrTiO_3 terdoping Fe dengan perbandingan molar Sr/Ti/Fe sebesar 1: 0,946: 0,049 menggunakan metode sol-gel dengan suhu kalsinasi 900°C . Hasil karakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X ditampilkan pada Gambar 2.4 dan diperoleh senyawa murni dan tidak ditemukan pengotor. Ukuran kristal SrTiO_3 murni dan SrTiO_3 terdoping Fe yang diperoleh adalah 45,1 dan 44,7 nm menunjukkan bahwa doping sejumlah kecil logam Fe tidak memiliki efek negatif pada pertumbuhan kristal dan tidak ada

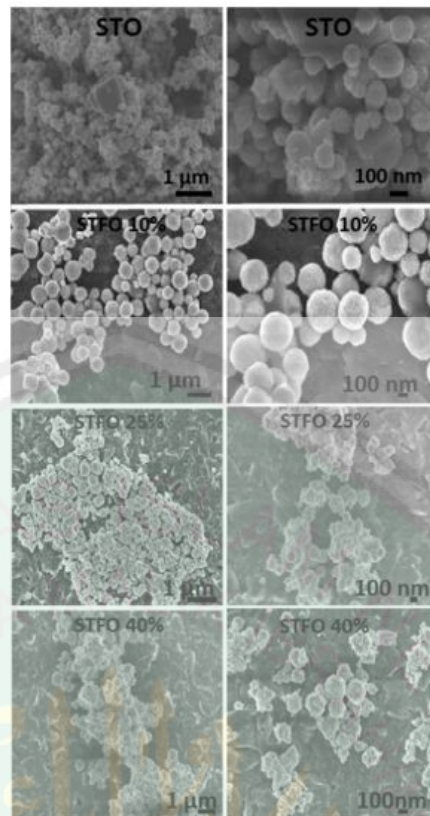
perubahan yang signifikan pada kemurnian fasanya karena diidentifikasi tidak ada pengotor yang terbentuk. Xie, dkk. (2008) juga melaporkan hasil karakterisasinya menggunakan UV-DRS ditampilkan pada Gambar 2.5 dan diperoleh hasil perbandingan penyerapan (absorbansi) antara SrTiO_3 terdoping Fe dan SrTiO_3 murni, pada daerah sinar tampak adanya dopan Fe menunjukkan nilai penyerapan yang lebih besar dibandingkan dengan SrTiO_3 murni.



Gambar 2.4 Pola XRD dari SrTiO_3 murni dan SrTiO_3 terdoping Fe (Xie, dkk., 2008).



Gambar 2.5 Data DRS dari SrTiO_3 murni dan SrTiO_3 terdoping Fe (Xie, dkk., 2008).



Gambar 2.6 Morfologi SrTiO_3 murni dan beberapa SrTiO_3 terdoping Fe dengan konsentrasi 10, 25, dan 40% (Mourao, dkk., 2017).

Mourao, dkk. (2017) melaporkan telah mensintesis SrTiO_3 terdoping Fe dengan konsentrasi 10, 25, dan 40% menggunakan metode hidrotermal pada suhu 140°C selama 60 menit. Hasil karakterisasi menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.6 dan diperoleh morfologi partikel SrTiO_3 berukuran nanometrik hingga mikrometrik ketika terdoping dengan konsentrasi Fe 10% memiliki bentuk seperti bola dan permukaannya lebih kasar dibandingkan SrTiO_3 tanpa doping. Sedangkan pada partikel SrTiO_3 dengan konsentrasi dopan Fe 25 dan 40% menunjukkan kehilangan bentuk dan kekasaran permukaannya lebih besar karena jumlah konsentrasi Fe semakin meningkat. Mourao, dkk. (2017) juga melaporkan bahwa sintesis SrTiO_3 terdoping Fe, hasilnya kemudian dibandingkan dengan SrTiO_3 tanpa doping dan ada tiga efek yang ditimbulkan setelah pendopingan

yaitu: (i) meningkatkan properti (sifat) struktur, (ii) menurunkan laju rekombinasi, dan (iii) memperluas pita serapan fotokatalis ke arah sinar tampak.

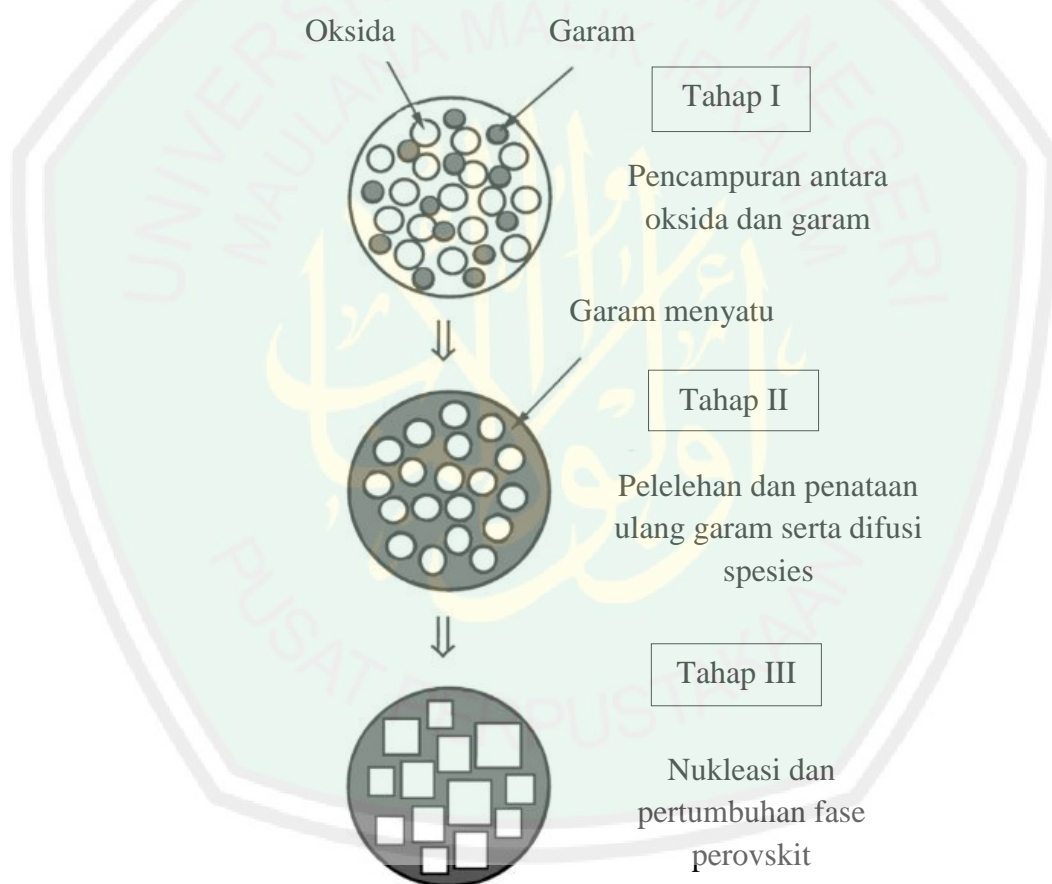
2.4 Sintesis Perovskit Terdoping dengan Metode Lelehan Garam

Metode lelehan garam merupakan salah satu metode sintesis yang sederhana, fleksibel, dan ramah lingkungan yang telah banyak digunakan untuk mensintesis material berukuran nano dengan morfologi yang dapat dikontrol dan menghasilkan kemurnian yang tinggi menggunakan lelehan garam sebagai media reaksinya (Xue, dkk., 2017).

Secara garis besar, metode lelehan garam ini melalui beberapa proses. Proses pertama adalah proses pemilihan prekursor yang sesuai dengan senyawa produk yang diinginkan. Proses berikutnya adalah pencampuran prekursor dengan garam dengan perbandingan jumlah garam yang jauh lebih banyak dari prekursor. Proses selanjutnya adalah sintesis produk yang dilakukan dengan pemanasan di atas titik leleh dari media garam yang digunakan, dalam proses ini prekursor akan menyebar, berdisosiasi, menyusun ulang, dan berdifusi dengan media garam dan akan mengalami proses nukleasi dan proses pertumbuhan kristal. Setelah dingin, produk kemudian dicuci menggunakan air deionisasi untuk memisahkan garam dengan prekursor, kemudian dikeringkan untuk mendapatkan produk kering (Mao, dkk., 2007).

Xue, dkk. (2017) dalam penelitiannya mengungkapkan bahwa tahap utama pemrosesan dari metode lelehan garam terdiri dari tiga tahap ditampilkan pada Gambar 2.7. Tahap I, reaktan oksida atau prekursor yang sesuai dengan senyawa produk yang diinginkan dicampur dengan garam misalnya NaCl, KCl atau campuran antara keduanya. Tahap II, campuran dipanaskan di atas titik leleh dari

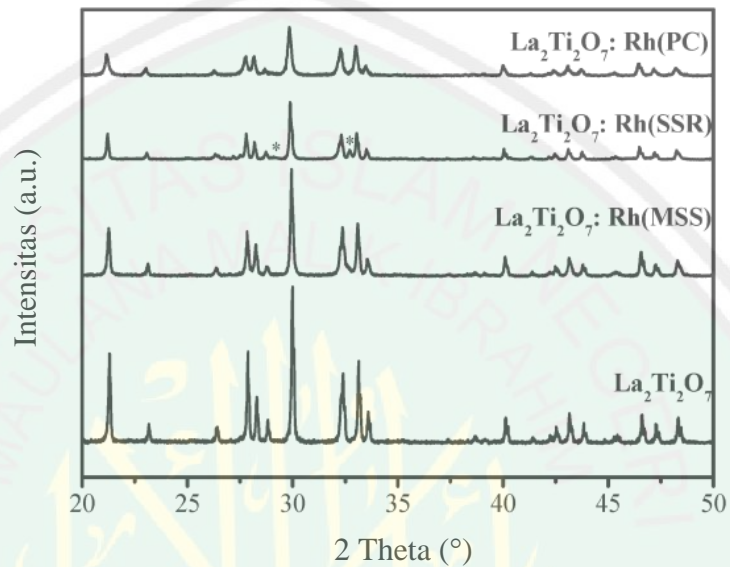
media garam yang digunakan untuk membentuk lelehan garam, pada suhu ini partikel-partikel prekursor akan tersebar kemudian berdifusi secara cepat diseluruh media garam. Tahap III, partikel-partikel produk mulai bernukleasi dan tumbuh melalui proses presipitasi. Beberapa faktor yang mempengaruhi hasil sintesis dengan metode lelehan garam menurut Mao, dkk. (2007) adalah: jenis garam yang digunakan, banyaknya atau jumlah garam yang digunakan, besarnya suhu saat reaksi dijalankan, dan lamanya reaksi tersebut pada saat dilakukan.



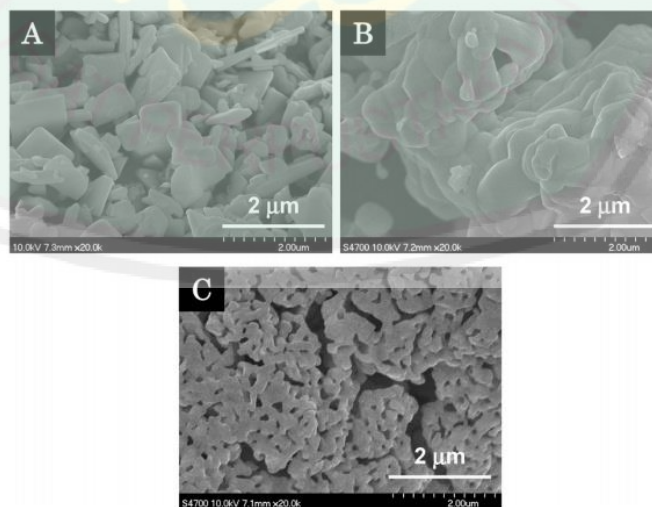
Gambar 2.7 Ilustrasi skematis tahapan utama dari metode lelehan garam untuk sintesis serbuk oksida perovskit (Xue, dkk., 2017).

Wang, dkk. (2013) melakukan sintesis $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ terdoping Rh dengan menggunakan tiga metode yaitu: MSS, SSR, dan *polymerized complex* (PC). Hasil

karakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X ditampilkan pada Gambar 2.8 dan menunjukkan bahwa sintesis dengan metode MSS menghasilkan material dengan kemurnian yang tinggi, kristalinitasnya baik, dan tidak ditemukan fase pengotor jika dibandingkan dengan kedua metode lainnya.

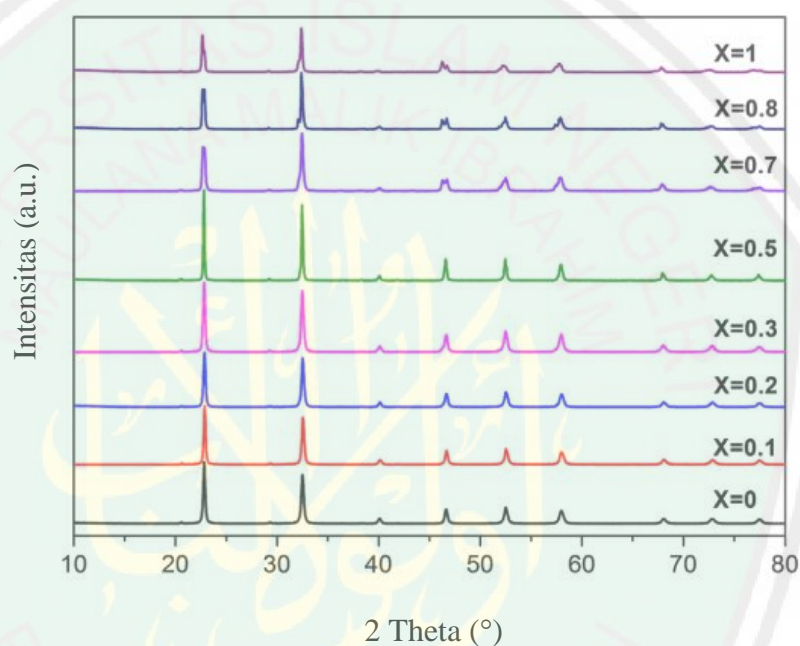


Gambar 2.8 Pola XRD dari $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ murni, $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ terdoping Rh (MSS), $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ terdoping Rh (SSR), dan $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ terdoping Rh (PC) (Wang, dkk., 2013).



Gambar 2.9 Morfologi $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ terdoping Rh menggunakan metode (a) MSS, (b) SSR, dan (c) PC (Wang, dkk., 2013).

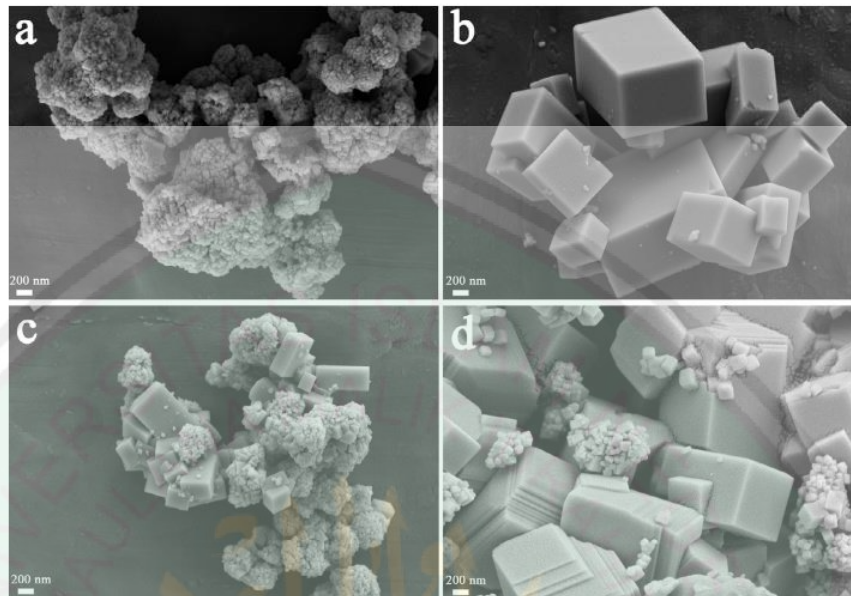
Wang dkk. (2013) juga melaporkan hasil karakterisasinya menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.9 dan diperoleh morfologi berbentuk seperti pelat piring karena terstabilkan oleh klorida dari garam yang digunakan, sedangkan hasil berbeda ditunjukkan pada $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ terdoping Rh yang disintesis dengan metode SSR dan PC yang menghasilkan morfologi yang tidak terdefinisi dengan baik.



Gambar 2.10 Pola XRD dari NaTaO_3 murni, dan NaTaO_3 terdoping Nb dengan berbagai variasi konsentrasi (Wang, dkk., 2017).

Wang, dkk. (2017) melaporkan hasil sintesis NaTaO_3 terdoping Nb dengan variasi konsentrasi Nb (0,1, 0,2, 0,3, 0,5, 0,7, 0,8, dan 1) yang disintesis dengan metode lelehan garam, menggunakan campuran garam NaCl dan KCl 1:1 dengan suhu 750°C selama 2 jam. Pola difraksi produk sintesis ditampilkan pada Gambar 2.10 dari data XRD menunjukkan bahwa sintesis dengan metode lelehan garam menghasilkan material dengan kemurnian yang tinggi dan tidak ditemukan fasa pengotor. Namun, seiring dengan bertambahnya jumlah konsentrasi dopan

Nb lebih dari 0,5 terjadi penurunan intensitas. Hal ini dimungkinkan adanya distorsi dopan Nb terhadap kisi kristal NaTaO_3 .



Gambar 2.11 Morfologi (a) NaTaO_3 murni, (b) NaNbO_3 , dan (c,d) NaTaO_3 terdoping Nb dengan konsentrasi 0,5 (Wang, dkk., 2017).

Wang, dkk. (2017) juga melaporkan hasil karakterisasinya menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.11 morfologi dari NaTaO_3 murni berukuran nano sebesar 20-50 nm dan cenderung menggumpal menghasilkan partikel yang lebih besar, sedangkan NaNbO_3 sebagai dopan menunjukkan gumpalan khas dengan ukuran yang besar dan berbentuk kubik, sementara itu hasil morfologi dari NaTaO_3 terdoping Nb dengan konsentrasi 0,5 menunjukkan pembentukan beberapa partikel dengan bentuk kubik berukuran nano sebesar 30-50 nm serta adanya peningkatan luas permukaan mencapai 500 nm untuk menyediakan lebih banyak tempat reaksi.

2.5 Refinement Struktur Kristal dengan Menggunakan Metode Rietveld

Pola difraksi sinar-X dapat dianalisis dengan cara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan cara mencocokkan difraktogram sinar-X (XRD) dengan data standar seperti *database* yang dikeluarkan oleh ICSD, JCPDS, dan lain sebagainya. Tahap awal analisis kualitatif ini memberikan informasi tentang transformasi fasa, kemurnian, dan tingkat keberhasilan proses pembuatan material katalis (Mukminin, 2018). Namun, hasil pencocokan tersebut belum mampu memberikan informasi lebih tentang kondisi kristal suatu padatan seperti komposisi fasa dan berbagai macam parameter unit sel. Metode lanjutan untuk menangani kekurangan tersebut adalah metode *Rietveld* yang merupakan metode penghalusan data (*refinement*) dari data keluaran difraktogram sinar-X yang dicocokkan dengan parameter-parameter suatu model yang disusun berdasarkan interpretasi struktur kristal untuk dicocokkan dengan data terukur sehingga tercapai nilai selisih kuadrat minimal (Young, 1993).

Prinsip dari metode *Rietveld* adalah mendapatkan penyesuaian antara pola difraksi sinar-X hasil pengamatan dengan pola difraksi model struktur. Dalam prakteknya dilakukan pergeseran nilai-nilai parameter struktur sehingga dihasilkan kemiripan struktur yang maksimal antara hasil difraksi sinar-X yang dihasilkan dengan struktur model acuan yang digunakan. Nilai-nilai parameter struktur yang diperoleh setelah dilakukan *refinement* dengan metode *Rietveld* menjadi parameter struktur dari pola difraksi hasil pengamatan tersebut (Rusli, 2011). Program untuk melakukan *refinement* dengan metode *Rietveld* ini cukup banyak diantaranya GSAS, LHPM-Rietica, Fullprof, Rietan, dan lain-lain. Untuk memantau kemajuan *refinement*, dua informasi yang bermanfaat adalah

kesesuaian profil dan sifat pergeseran parameter. Kesesuaian profil yang terbaik dapat dilihat pada plot dari pola yang diamati dan yang dihitung, atau juga dapat diikuti secara numerik dengan faktor kepercayaan atau nilai R. Plot profil jauh lebih informatif daripada nilai R untuk memandu suatu refinement. Perbedaan plot menunjukkan apakah nilai R yang tinggi ini disebabkan oleh masalah parameter profil (yaitu total intensitas mendekati benar tetapi ada perbedaan dalam bentuk puncak) atau kekurangan dalam model struktural (yaitu intensitas yang tidak cocok) (McCusker, dkk., 1999).

Kualitas *refinement* dengan metode *Rietveld* dapat diukur dengan kecocokan gambar (profil), residu profil (R_p), residu profil berbobot (R_{wp}), residu yang diharapkan (R_{exp}), R_{Bragg} , dan *goodness of fit* (χ^2). Nilai R adalah kecocokan dari pola yang dihitung dengan data yang diamati yang diberikan secara numerik.

Nilai R_p dan R_{wp} didefinisikan sebagai:

$$R_p = \frac{\sum_i |y_{o,i} - y_{c,i}|}{\sum_i y_{o,i}} \quad (2.1)$$

$$R_{wp}^2 = \frac{\sum_i w_i [y_{o,i} - y_{c,i}]^2}{\sum_i w_i [y_{o,i}]^2} \quad (2.2)$$

Besaran intensitas disimbolkan dengan $y_{o,i}$ dan $y_{c,i}$, dimana O menunjukkan data hasil observasi, C menunjukkan data hasil kalkulasi (perhitungan), dan i menunjukkan bahwa intensitas tersebut dihitung pada 2θ sebesar $2\theta_i$ serta w_i adalah bobot.

$$w_i = 1 / y_{o,i} \quad (2.3)$$

Untuk melakukan analisis *Rietveld* kita harus memiliki *uncertainty estimate* (prakiraan ketidakpastian) untuk $y_{o,i}$ yang kemudian dilabeli $\sigma[y_{o,i}]$. Dulu term ini disebut dengan *estimated standard deviation* (esd), namun sesuai konvensi

kristalografi sekarang digunakan term *standard uncertainty (s.u)*. $\sigma[y_{o,i}]$ berarti jika kita mengetahui besaran “**sebenarnya**” untuk intensitasnya, yang kemudian diberi label $y_{T,i}$ dengan cara melakukan pengukuran sebanyak tak hingga, kemudian pada rerata $y_{O,i}$ menjadi $\pm\sigma[y_{o,i}]$ dari $y_{T,i}$. Cara lain untuk menggambarannya secara matematis adalah $\langle (y_{O,i} - \langle y_{O,i} \rangle)^2 \rangle = \sigma^2[y_{o,i}]$, di mana $\langle \rangle$ menunjukkan besaran yang diharapkan (Toby, 2006). Idealnya, nilai R_{wp} akhir harus mendekati statistik nilai R yang diharapkan, R_{exp}

$$R_{exp}^2 = [N-P] / \sum_i w_i [y_{o,i}]^2 \quad (2.4)$$

Dengan N adalah jumlah data pengamatan dan P jumlah parameter. R_{exp} mencerminkan kualitas data (yaitu statistik perhitungan). Dengan demikian rasio antara R_{wp} dan R_{exp} merupakan *goodness of fit* (χ^2),

$$\chi^2 = R_{wp} / R_{exp}, \quad (2.5)$$

Parameter *goodness of fit* (χ^2), adalah indikator yang lebih baik mengenai seberapa dekat kecocokan dengan profil yang diamati karena ini memperhitungkan nilai R yang diharapkan (R_{exp}) berdasarkan jumlah titik data dan jumlah parameter yang diperhalus. Seperti yang sering dikutip dalam literatur bahwa nilai *goodness of fit* (χ^2) kurang dari 5 (Andrieux, dkk., 2018).

2.6 Pandangan Islam Tentang Sintesis Material Fotokatalis untuk Pengolahan Limbah Zat Warna

Allah Swt. telah berfirman dalam al-Quran surat al-A'raf (7) ayat 10 yang berbunyi:

وَلَقَدْ مَكَّنَّاكُمْ فِي الْأَرْضِ وَجَعَلْنَا لَكُمْ فِيهَا مَعِيشًا قَلِيلًا مَّا تَشْكُرُونَ ۝ ١٠

Artinya: “Dan sungguh, Kami telah menempatkan kamu sekalian di bumi dan di sana Kami sediakan (sumber) penghidupan untukmu. (Tetapi) sedikit sekali kamu bersyukur.” (QS. al-A’raf (7): 10).

Abbas (1991) yang dikutip oleh Al-Fairuzabadi dalam Tafsir Tanwir Al-Miqbas menjelaskan bahwa Allah Swt. telah memberikan nikmat banyak sekali kepada manusia berupa segala makanan, minuman, serta pakaian, tapi kebanyakan manusia tidak bersyukur. Hal ini dikarenakan menurut imam Al-Asfihani dalam Makarim As-Syariah menjelaskan bahwa ada dua hal yang menjadikan manusia kurang bersyukur, yaitu: faktor lupa dan faktor ketidaktahuan atau kebodohan dirinya akan nikmat-Nya.

Shihab (2012) dalam Tafsir Al-Mishbah juga menjelaskan sehubungan dengan surat al-A’raf ayat 10 bahwa sesungguhnya Allah Swt. telah menempatkan kalian di muka bumi dan memberikan kekuatan untuk dapat memanfaatkan serta mendaya-gunakannya. Selain itu Allah menyediakan sarana-sarana kehidupan tetapi sangat sedikit yang bersyukur atas semua itu maka kalian akan mendapatkan balasannya.

Segala sumber penghidupan yang ada di bumi telah disediakan Allah Swt. untuk dapat diambil manfaatnya oleh manusia. Manusia dengan kekuatan akal dan pikiran dapat memanfaatkan sumber daya alam untuk mencapai tujuan-tujuannya. Salah satu sumber daya alam yang melimpah di bumi adalah mineral perovskite. Manusia dapat mengambil manfaat dari mineral perovskite tersebut salah satunya SrTiO_3 dengan menjadikannya sebagai material fotokatalis untuk pengolahan limbah zat warna.

Pengolahan limbah zat warna sangat penting dilakukan mengingat air merupakan salah satu sumber kehidupan di bumi. Allah Swt. berfirman dalam al-Quran surat ar-Rum (30) ayat 24 yang berbunyi:

وَمِنْ آيَاتِهِ يُرِيكُمْ الْبَرْقَ حَوَافًا وَطَمَعًا وَيُنزِلُ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَيُحْيِي بِهِ الْأَرْضَ بَعْدَ مَوْتِهَا إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَعْقِلُونَ ٢٤

Artinya: “Dan di antara tanda-tanda (kebesaran)-Nya, Dia memperlihatkan kilat kepadamu untuk (menimbulkan) ketakutan dan harapan, dan Dia menurunkan air (hujan) dari langit, lalu dengan air itu dihidupkannya bumi setelah mati (kering). Sungguh, pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda bagi kaum yang mengerti” (QS. ar-Rum (30): 24).

Berdasarkan ayat di atas dapat diketahui bahwa air yang diturunkan ke bumi apabila menyirami tanah, dia akan menyuburkannya. Kemudian tumbuhlah tumbuh-tumbuhan dan daun-daunnya berkembang. Begitu pula halnya dengan hewan dan manusia. Air itu merupakan pembawa kehidupan. Di mana ada air di sana ada kehidupan (Shihab, 2012). Oleh karena itu mencegah dan menanggulangi pencemaran air oleh limbah-limbah industri sangat penting untuk dilakukan sebagai bentuk pelestarian lingkungan atas kesempurnaan kuasa Allah Swt. dan besarnya hikmah serta kebaikan-Nya bagi kaum yang merenungi segala sesuatu sehingga memahaminya dengan benar.

Proses pengolahan limbah zat warna dengan material fotokatalis dalam air membutuhkan adanya cahaya matahari sebagai sumber foton untuk mengeksitasi elektron, sehingga material fotokatalis dapat bekerja dalam mendegradasi limbah zat warna. Allah Swt. berfirman dalam al-Quran surat Yunus (10) ayat 5 yang berbunyi:

هُوَ الَّذِي جَعَلَ الشَّمْسَ ضِيَاءً وَالْقَمَرَ نُورًا وَقَدَرَهُ مَنَازِلَ لِتَعْلَمُوا عَدَدَ السِّنِينَ وَالْجِسَابَ مَا خَلَقَ اللَّهُ ذَلِكَ إِلَّا بِالْحَقِّ يُفَصِّلُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ ٥

Artinya: “Dialah yang menjadikan matahari bersinar dan bulan bercahaya, dan Dialah yang menetapkan tempat-tempat orbitnya, agar kamu mengetahui bilangan tahun, dan perhitungan (waktu). Allah tidak menciptakan demikian itu melainkan dengan benar. Dia menjelaskan tanda-tanda (Kebesaran-Nya) kepada orang-orang yang mengetahui” (QS. Yunus (10): 5).

Shihab (2012) dalam Tafsir Al-Mishbah menjelaskan sehubungan dengan surat Yunus ayat 5 bahwa matahari adalah benda langit yang menyala dan memancarkan sinar dari dirinya sendiri serta sebagai sumber kekuatan bagi bumi, seperti sinar dan panasnya. Al-Qarni (2008) dalam Tafsir Muyassar juga menjelaskan bahwa Allah tidak menciptakan matahari dan bulan itu kecuali ada hikmah besar yang terkandung di dalamnya, serta untuk menunjukkan kekuasaan dan ilmu Allah. Selain itu, untuk menjelaskan tanda-tanda dan hujjah-hujjah (dalil atau argumen) kekuasaan-Nya kepada orang-orang yang mengetahui hikmah penciptaan makhluk. Seperti yang kita ketahui, matahari merupakan sumber energi cahaya yang paling besar di alam semesta. Oleh karena itu dalam penelitian ini, sinar matahari tersebut dapat dimanfaatkan untuk pengaplikasian mendegradasi limbah zat warna menjadi senyawa CO₂ dan H₂O yang lebih aman bagi lingkungan.

Pelestarian lingkungan hidup merupakan rangkaian dari upaya untuk senantiasa menjaga lingkungan hidup dari dampak negatif yang ditimbulkan oleh sesuatu kegiatan agar tetap mampu mendukung kehidupan manusia dan makhluk hidup lainnya. Allah Swt. berfirman dalam al-Quran surat al-A'raf (7) ayat 56 yang berbunyi:

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

Artinya: *“Dan janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi setelah (diciptakan) dengan baik. Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap. Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat kepada orang yang berbuat kebaikan”* (QS. al-A’raf (7): 56).

Katsir (2000) dalam tafsirnya menjelaskan bahwa Allah Swt. melarang perbuatan yang menimbulkan kerusakan di muka bumi dan hal-hal yang membahayakan kelestariannya sesudah diperbaiki. Karena sesungguhnya apabila segala sesuatunya berjalan sesuai dengan kelestariannya, kemudian terjadilah pengrusakan padanya, hal tersebut akan membahayakan semua hamba Allah. Maka Allah Swt. melarang hal tersebut, dan memerintahkan kepada mereka untuk menyembah-Nya dan berdoa kepada-Nya serta berserah diri dan memohon belas kasihan-Nya. Oleh karena itu lingkungan hidup harus dijaga dan diperbaiki dari kerusakan, salah satu bentuk upaya pelestarian lingkungan adalah pemanfaatan material fotokatalis dengan aktivitas yang cukup tinggi untuk mendegradasi limbah zat warna yang berbahaya dalam air menjadi senyawa yang lebih sederhana dan tentunya aman bagi lingkungan.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Agustus 2019 - Maret 2020 yang bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Pengambilan data XRD di Laboratorium karakterisasi material, Jurusan Teknik Metalurgi dan Material Institut Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya, pengambilan data SEM-EDS di Laboratorium FMIPA Institut Teknologi Bandung (ITB), dan pengambilan data UV-Vis DRS di Laboratorium uji kimia FMIPA Universitas Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

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

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan antara lain SrCO_3 (Aldrich, 99,9% serbuk), TiO_2 (Aldrich, 99,9% serbuk), Fe_2O_3 (Aldrich, 99,9% serbuk), NaCl (Aldrich, 99,5% serbuk), aseton, larutan AgNO_3 (Aldrich, 2,5% larutan), dan akuades.

3.3 Rancangan Penelitian

1. Tahap preparasi bahan

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

2. Tahapan sintesis strontium titanat terdoping Fe 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 struktur yang terbentuk, analisa morfologi, komposisi, dan ukuran partikel produk sintesis dengan SEM-EDS, dan mengetahui lebar celah pita produk sintesis menggunakan UV-Vis DRS.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Bahan

Dalam penelitian $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) disintesis sebanyak 3 gram. Dicampurkan 2,4088 gram SrCO_3 , 1,2385 gram TiO_2 , dan 0,0651 gram Fe_2O_3 yang (stoikiometri perhitungan prekursor untuk sampel lainnya dirangkum pada Tabel 3.1) dari data ini dijadikan acuan dalam penimbangan dengan batas toleransi yang diterima yaitu $\pm 0,0005$ gr dan perhitungan lengkapnya terdapat pada **Lampiran 2**. Prekursor dihomogenkan dengan cara digerus menggunakan *mortar agate* selama 1 jam untuk memaksimalkan kontak antar prekursor dan ditambahkan dengan aseton untuk menghomogenkan campuran. Sampel kemudian dipanaskan pada suhu 700°C

selama 6 jam yang bertujuan untuk meningkatkan titik lelehnya, kemudian sampel didinginkan pada suhu ruang. Diulangi perlakuan di atas untuk sampel yang lain.

Tabel 3.1 Komposisi prekursor senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)

Target Senyawa	Massa Target (gram)	Massa pereaksi (gram)			
		SrCO ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	NaCl
SrTiO ₃	3	2,4136	1,3062	-	6,6766
SrTi _{0,95} Fe _{0,05} O ₃	3	2,4088	1,2385	0,0651	6,6635
SrTi _{0,9} Fe _{0,1} O ₃	3	2,4036	1,1707	0,1299	6,6488
SrTi _{0,85} Fe _{0,15} O ₃	3	2,3984	1,1033	0,1945	6,6345
SrTi _{0,8} Fe _{0,2} O ₃	3	2,3934	1,0362	0,2588	6,6202

3.4.2 Sintesis SrTiO₃ Terdoping Fe dengan Metode Lelehan Garam

Masing- masing campuran sampel hasil dari preparasi bahan dicampurkan dengan garam NaCl dengan perbandingan mol 1:7 yang setara dengan 3:6,6766 gram (stokiometri perhitungan ditampilkan pada Tabel 3.1) dan perhitungan lengkapnya terdapat pada **Lampiran 2**. Campuran tersebut dihomogenkan dengan digerus dalam *mortar agate* selama 1 jam dan ditambahkan aseton tetes per tetes secukupnya. Kemudian campuran dipanaskan pada suhu 900°C selama 8 jam. Hasil produk dikeluarkan dari tanur dan diletakkan diatas kertas saring dan disaring menggunakan corong dan erlenmeyer. Sampel dicuci beberapa kali menggunakan air suling panas untuk mempercepat hilangnya garam. Untuk mengidentifikasi garam NaCl maka diuji dengan menggunakan larutan AgNO₃, dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 70°C sampai kering. Diulangi perlakuan diatas untuk sampel yang lain.

3.4.3 Karakterisasi SrTi_{1-x}Fe_xO₃ 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 300 mA pada rentang $2\theta = 20-80^\circ$

3.4.4 Karakterisasi SrTi_{1-x}Fe_xO₃ dengan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi, distribusi pertumbuhan kristal, komposisi senyawa, dan ukuran partikel produk sintesis. Produk hasil sintesis dianalisa menggunakan Instrumen SEM-EDS

3.4.5 Karakterisasi SrTi_{1-x}Fe_xO₃ 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 200-800 nm.

3.5 Analisis Data

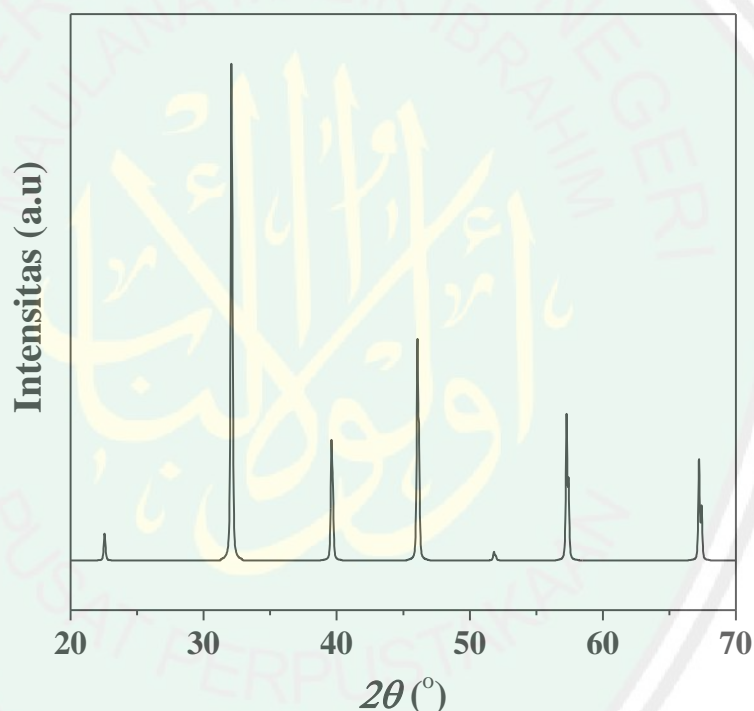
3.5.1 Analisis Data XRD

Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan XRD adalah pola difraksi sinar-X yang selanjutnya akan dibandingkan dengan standar yang terdapat pada database *Joint Commite on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) untuk mengetahui struktur hasil sintesis. Standar untuk SrTiO₃ yaitu JCPDS (No. 89-4934) yang ditampilkan pada Gambar 3.1. 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 $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ hasil sintesis. Ukuran kristal rata-rata hasil sintesis diukur dengan persamaan Debye Scherer yang ditunjukkan pada Persamaan 3.1.

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta) \dots\dots\dots(3.1)$$

dengan D adalah ukuran kristal (nm), λ adalah panjang gelombang radiasi, K adalah konstanta (0,9), β adalah integrasi luas pucak refleksi (FWHM, radian).



Gambar 3.1 Difraktogram standar senyawa SrTiO_3 JCPDS (No. 89-4934).

3.5.2 Analisis Data SEM-EDS

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

dibandingkan morfologi partikel yang terbentuk untuk mengetahui pengaruh dopan Fe terhadap morfologi, ukuran partikel, dan komposisi senyawa.

3.5.3 Analisis Data UV-Vis DRS

Hasil karakterisasi dengan DRS berupa data reflektansi dan absorbansi. Data reflektansi dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada Persamaan 3.2.

$$F(R) = \left(\frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{K}{s} \right) \dots\dots\dots(3.2)$$

dengan $F(R)$ adalah faktor Kubelka-Munk, K adalah koefisien adsorpsi molar, S adalah koefisien *scattering*, dan R adalah nilai reflektan yang diukur.

Nilai energi celah pita ditentukan dari membuat plot antara antara energi foton ($h\nu$) (sebagai sumbu x) dan $(F(R).h\nu)^{1/2}$ (sebagai sumbu y). Energi foton ($h\nu$) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana $h\nu = hc/\lambda$ dengan c adalah tetapan cahaya dan h adalah tetapan Planck. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai x ($h\nu =$ energi celah pita) ketika $y=0$.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

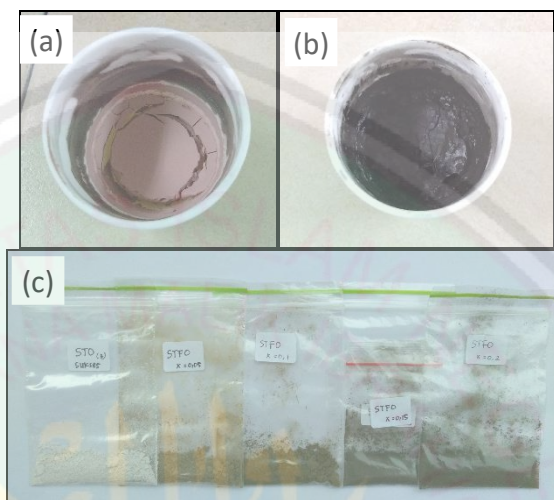
Dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl dengan perbandingan mol 1:7 pada suhu 900°C selama 8 jam dengan variasi konsentrasi doping Fe yaitu $x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$. Material hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan instrumen (a) Teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui fasa yang terbentuk, (b) SEM-EDS untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur senyawa serta (c) UV-Vis DRS untuk mengetahui pola serapan sinarnya.

4.1 Sintesis SrTiO_3 Terdoping Fe dengan Metode Lelehan Garam

Sintesis $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dilakukan dengan mereaksikan prekursor stronsium karbonat (SrCO_3), titanium oksida (TiO_2), dan besi oksida (Fe_2O_3) dengan pemanasan awal (tanpa penggunaan garam) dengan cara digerus menggunakan *mortar agate* untuk memaksimalkan kontak antar prekursor. Selama proses pengerusan juga ditambahkan aseton untuk meningkatkan homogenitas prekursor. Aseton digunakan karena aseton tidak bereaksi dengan prekursor dan mudah dihilangkan karena dapat menguap pada suhu ruang. Senyawa stronsium karbonat meleleh pada suhu 998°C , titanium oksida pada suhu 1.228°C , serta besi oksida pada suhu 1.043°C .

Campuran prekursor setelah dikalsinasi digerus kembali dengan penambahan garam NaCl dengan perbandingan mol 1:7 dan dikalsinasi pada suhu 900°C selama 8 jam. Pada suhu tersebut garam NaCl akan meleleh sehingga terjadi kontak antar prekursor dan reaksi pembentukan senyawa $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$.

Garam NaCl dicuci menggunakan akuades panas dan diidentifikasi menggunakan AgNO_3 sehingga terbentuk endapan putih sesuai dengan reaksi sebagai berikut:



Gambar 4.1 Perubahan warna sampel (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi suhu 900°C , dan (c) setelah penyaringan sampel $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$ dan $0,2$).

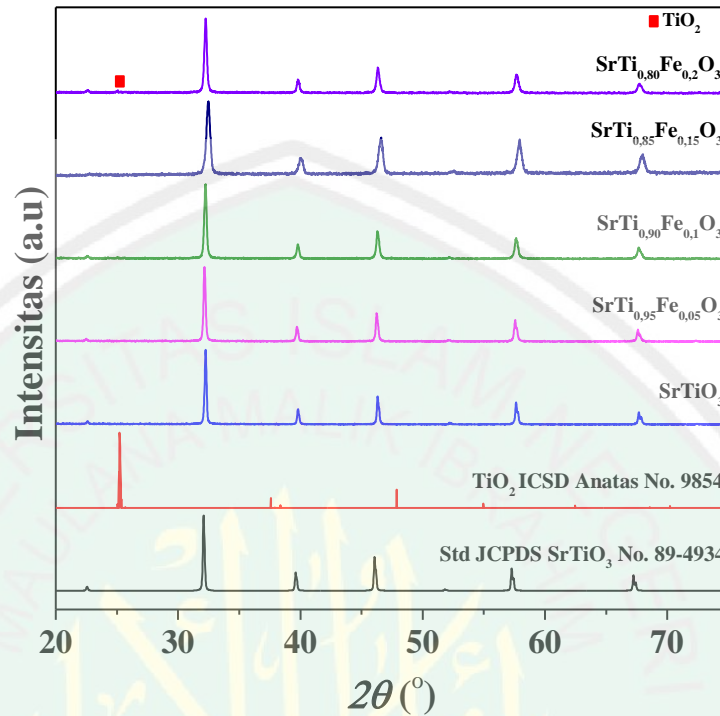
Perubahan warna terjadi pada sampel sebelum dan sesudah proses kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 4.1 (a) dan (b), Perubahan warna pada sampel mengidentifikasi bahwa terjadi reaksi selama proses kalsinasi. Sampel sebelum kalsinasi menunjukkan warna merah bata sedangkan setelah kalsinasi mengalami perubahan warna menjadi gelap (kehitaman). Wojtyniak, dkk. (2020) melaporkan bahwa kristal SrTiO_3 terdoping Fe memiliki warna yang gelap ketika Fe mempunyai bilangan oksidasi +4, sedangkan memiliki warna kuning ketika Fe mempunyai bilangan oksidasi +2 dan +3, sehingga diduga warna gelap tersebut berhubungan dengan Fe dengan bilangan oksidasi +4 (Fe^{4+}).

4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan XRD

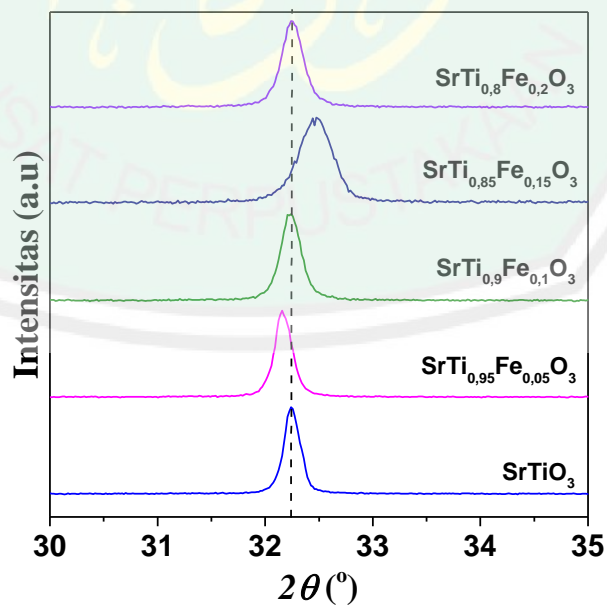
Pola difraksi sinar-X sampel $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) ditampilkan pada Gambar 4.2. Fasa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ diidentifikasi dengan cara mencocokkan pola difraksi $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan data standar SrTiO_3 JCPDS (No. 89-4934) yang memiliki sistem kristal kubus dengan grup ruang $Pm-3m$. Berdasarkan Gambar 4.2 dapat dilihat bahwa ada kesesuaian puncak difraksi senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ hasil sintesis dengan standar SrTiO_3 JCPDS (No. 89-4934) yang mengindikasikan bahwa senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) telah terbentuk, akan tetapi masih ditemukan pengotor pada $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,2$) yang ditandai dengan adanya puncak baru pada posisi $2\theta= 25^\circ$, yang diidentifikasi berupa prekursor TiO_2 mengindikasikan belum selesainya reaksi antar prekursor.

Dopan Fe pada SrTiO_3 menyebabkan pergeseran sekaligus pelebaran puncak difraksi pada posisi $2\theta= 32,23^\circ$ yang ditampilkan pada Gambar 4.3, dan terlihat bahwa semakin besar konsentrasi dopan Fe puncak bergeser ke arah 2θ yang lebih besar. Hal ini mengindikasikan terjadinya perubahan parameter kisi, volume sel, sekaligus adanya perubahan *crystallite size* dari sampel. Tidak ada tren perubahan pergeseran puncak difraksi tersebut dimungkinkan dengan valensi Fe pada sampel berbeda-beda. Pada sampel $\text{SrTi}_{1-0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3$ puncak difraksi bergeser ke kiri (2θ kecil) yang mengindikasikan bahwa Fe dalam kisi SrTiO_3 memiliki bilangan oksidasi Fe^{3+} ($0,785\text{\AA}$) yang mempunyai ukuran jari-jari lebih besar dibandingkan dengan ukuran jari-jari Ti^{4+} ($0,745\text{\AA}$). Sedangkan pada sampel $\text{SrTi}_{1-0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3$ puncak difraksi bergeser ke arah kanan (2θ besar) dimungkinkan karena bilangan oksidasi Fe berubah menjadi Fe^{4+} ($0,585\text{\AA}$) yang

mempunyai ukuran jari-jari lebih kecil dibandingkan dengan ukuran jari-jari Ti^{4+} (0,745 Å) (Shannon,1976).



Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15;$ dan $0,2$).



Gambar 4.3 Pergeseran puncak difraksi sinar-X senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15;$ dan $0,2$).

Tabel 4.1 *Crystallite size* dari senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).

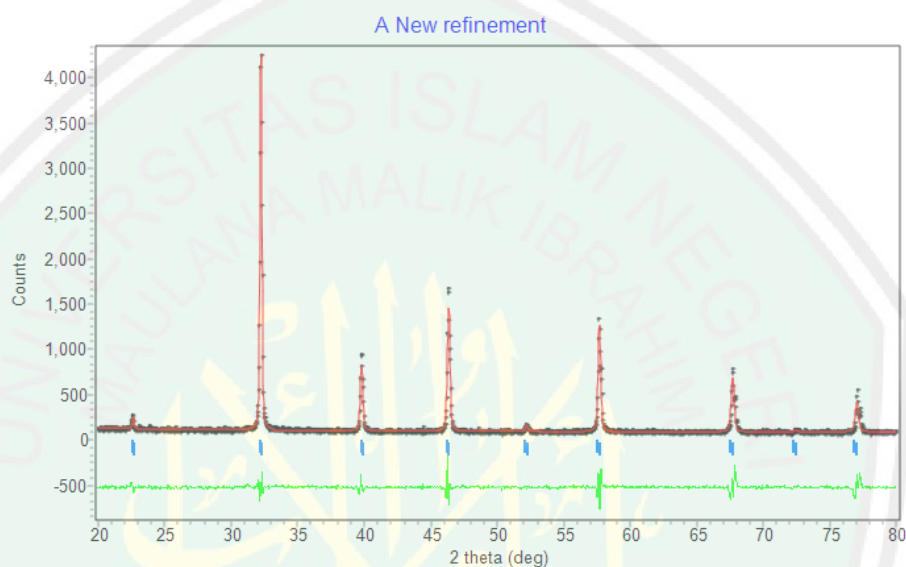
Nama Senyawa	FWHM (radians)	<i>crystallite size</i> (nm)
SrTiO_3	0,1338	61,80
$\text{SrTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3$	0,1673	49,42
$\text{SrTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3$	0,1840	44,94
$\text{SrTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3$	0,1673	49,46
$\text{SrTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3$	0,2007	41,20

Pelebaran puncak pada posisi $2\theta = 32,23^\circ$ menyebabkan perubahan *crystallite size* pada sampel. Menurut persamaan Debye-Scherrer yang digunakan dalam pengukuran *crystallite size* (Contoh perhitungan ditampilkan pada Lampiran 4 dan hasil perhitungan dirangkum pada Tabel 4.1), maka nilai *crystallite size* dipengaruhi oleh (a) perubahan posisi puncak (2θ) dan (b) pelebaran puncak (FWHM). Dari Tabel 4.1, dapat diketahui bahwa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$; dan $0,2$) tidak ada tren perubahan *crystallite size* nya, namun nilai *crystallite size* SrTiO_3 yang terdoping Fe cenderung lebih kecil dibandingkan dengan SrTiO_3 tanpa doping. Hal ini ditandai dengan meningkatnya nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM) pada SrTiO_3 yang terdoping Fe dibandingkan dengan SrTiO_3 tanpa doping akibat adanya substitusi doping Fe ke dalam kisi SrTiO_3 .

Pelebaran puncak pada nilai FWHM juga mengindikasikan terjadinya defek kristal sebagai akibat mekanisme kompensasi muatan pada proses doping (Shafi dan Bose, 2015). Bai, dkk. (2019) melaporkan bahwa defek kristal juga akan mempengaruhi aktivitas fotokatalitiknya karena akan menghambat laju rekombinasi *electron-hole* antara pita valensi dan pita konduksi, hal ini berarti bahwa lama waktu *electron* akan diperpanjang dan sangat menguntungkan untuk

meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya. Akan tetapi, dalam penelitian ini tidak dilakukan pengukuran laju rekombinasi menggunakan *Photoluminescence Spectroscopy*.

4.3 Refinement Data XRD SrTi_{1-x}Fe_xO₃



Gambar 4.4 Plot hasil *refinement* data senyawa SrTi_{1-x}Fe_xO₃ ($x=0$) dengan metode Le-bail. Titik hitam (+) menunjukkan puncak yang dihasilkan sampel, garis merah (-) menunjukkan puncak hasil perhitungan *Rietica*, garis hijau (-) menunjukkan perbedaan antara data yang dihasilkan sampel dan hasil perhitungan *Rietica*, dan garis biru (-) menunjukkan posisi puncak-puncak yang seharusnya ada dalam sampel (Rusli, 2011).

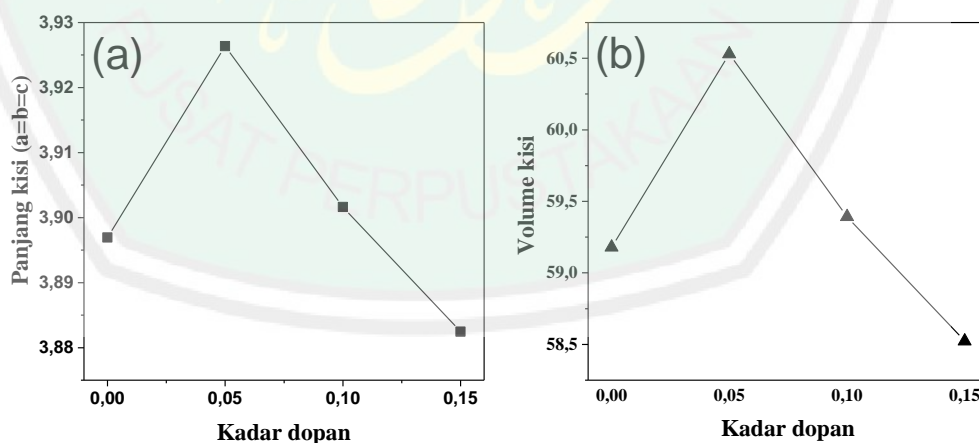
Refinement dilakukan dengan menggunakan metode Le Bail pada aplikasi *Rietica*. Untuk senyawa dengan doping $x=0,2$ tidak dilakukan *refinement* dikarenakan ditemukan pengotor. Proses *refinement* menggunakan data standar SrTiO₃ JCPDS No. 89-4934 yang memiliki sistem kristal kubus dengan grup ruang yaitu *Pm-3m*, dengan unit azimetrik (Z)= 1, parameter kisi $a/b/c = 3,9070$ Å, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$, dan volume sal satuan 59,64. Hasil plot *refinement* SrTi_{1-x}Fe_xO₃

($x= 0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,15$) menunjukkan kecocokan antara data yang dihasilkan sampel dan hasil perhitungan *Rietica*, dimana titik-titik hitam terjangkau oleh garis merah dan perbedaan keduanya kecil (garis hijau yang mendatar). Seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.4 (SrTiO_3 doping Fe ($x= 0$)), sedangkan untuk variasi konsentrasi doping Fe ($x= 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,15$) ditampilkan pada Lampiran 3, dan hasil *refinement* dirangkum pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data kristalografi $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,15$)

Parameter	$\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0$)	$\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,05$)	$\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,1$)	$\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,15$)
Sistem Kristal	Kubus	Kubus	Kubus	Kubus
Grup Ruang	$Pm-3m$	$Pm-3m$	$Pm-3m$	$Pm-3m$
Unit	1	1	1	1
Azimetrik (Z)				
$a=b=c$ (Å)	3,89693	3,92636	3,90161	3,88246
α, β, γ (°)	90, 90, 90	90, 90, 90	90,90,90	90, 90, 90
Volum sel (V)	59,17881	60,52992	59,39260	58,52228
R_p (%)	9,64	9,83	8,21	7,60
R_{wp} (%)	8,22	8,04	6,23	7,19
GoF (X^2)	0,3806	0,3188	0,1532	0,8790

Keterangan: $Pm-3m$ (P : jenis kisi primitif dan m : bidang cermin).



Gambar 4.5 Grafik nilai parameter kisi (a) dan volume sel (b) dengan konsentrasi dopan Fe ($x= 0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,15$).

Berdasarkan Tabel 4.2 diketahui bahwa SrTiO_3 tanpa doping maupun SrTiO_3 terdoping Fe ($x= 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,15$) memiliki kecocokan yang baik dengan data standar SrTiO_3 (JCPDS No. 89-4934), hal ini dapat dilihat dari nilai *R-profile* (R_p) kurang dari 15%, *R-weight profile* (R_{wp}) yang didapatkan kurang dari 20%, dan *Good of Fitness* (X^2) kurang dari 5 (Andrieux, dkk., 2018). Adanya dopan tidak menyebabkan perubahan sistem kristal maupun grup ruang.

Nilai panjang kisi kristal $a=b=c$ dan volume sel satuan dari $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,15$) ditunjukkan pada Gambar 4.5. Berdasarkan Gambar tersebut diketahui bahwa tidak ada tren perubahan nilai panjang kisi dan volume sel sesuai dengan pergeseran puncak difraksi pada Gambar 4.3, yang mengindikasikan valensi Fe pada sampel berbeda-beda. Pada sampel $\text{SrTi}_{1-0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3$ dan $\text{SrTi}_{1-0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3$ panjang kisi dan volume sel menjadi lebih besar, hal ini mengindikasikan bahwa Fe dalam kisi SrTiO_3 memiliki bilangan oksidasi Fe^{3+} ($0,785 \text{ \AA}$) yang mempunyai ukuran jari-jari lebih besar dibandingkan dengan ukuran jari-jari Ti^{4+} ($0,745 \text{ \AA}$). Sedangkan pada sampel $\text{SrTi}_{1-0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3$ panjang kisi dan volume sel menjadi lebih kecil dimungkinkan Fe berubah menjadi Fe^{4+} ($0,585 \text{ \AA}$) yang mempunyai ukuran jari-jari lebih kecil dibandingkan dengan ukuran jari-jari Ti^{4+} ($0,745 \text{ \AA}$) (Shannon,1976).

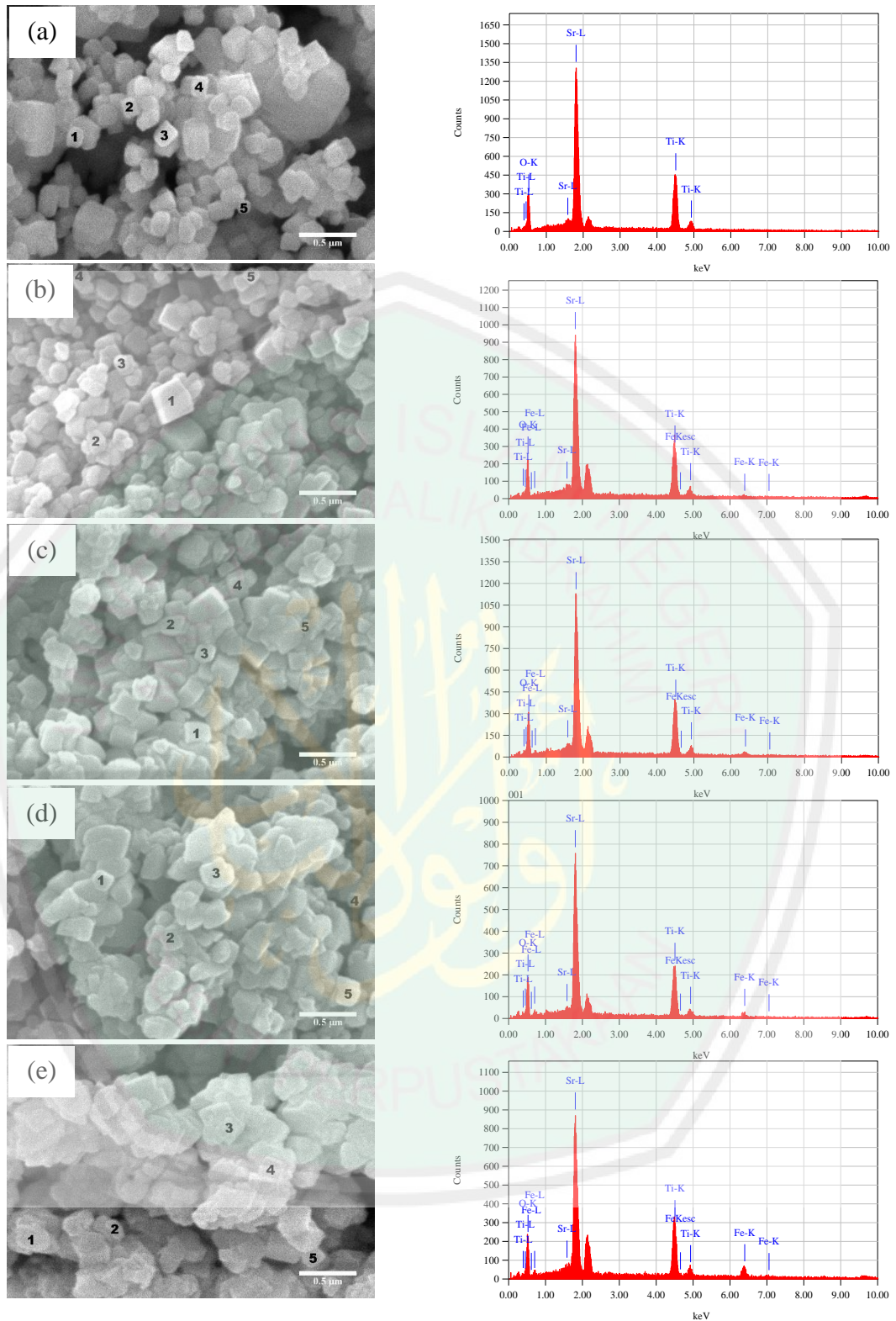
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dan mengetahui unsur penyusun senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$). Mikrograf hasil sintesis $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan SEM ditampilkan pada Gambar 4.6, dapat dilihat bahwa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) memiliki morfologi yang berbentuk seperti kubus. Hal tersebut

diperkuat dalam penelitian sebelumnya oleh Wang, dkk. (2019) yang mensintesis SrTiO_3 dengan metode lelehan garam klorida pada suhu 974°C dan menghasilkan morfologi partikel berbentuk kubus.

Tabel 4.3 Ukuran Partikel $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$

Senyawa	Parti kel	Panjang (μm)	Lebar (μm)	Luas (μm^2)
$\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0$)	1	0,176	0,149	0,026
	2	0,179	0,147	0,026
	3	0,187	0,168	0,031
	4	0,181	0,142	0,026
	5	0,115	0,106	0,012
$\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,05$)	1	0,320	0,317	0,101
	2	0,179	0,143	0,026
	3	0,148	0,127	0,019
	4	0,157	0,135	0,021
	5	0,142	0,117	0,017
$\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,1$)	1	0,220	0,168	0,037
	2	0,204	0,145	0,030
	3	0,164	0,161	0,206
	4	0,168	0,149	0,025
	5	0,129	0,073	0,009
$\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,15$)	1	0,169	0,162	0,027
	2	0,196	0,174	0,034
	3	0,275	0,255	0,070
	4	0,120	0,118	0,014
	5	0,238	0,197	0,047
$\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,2$)	1	0,312	0,227	0,071
	2	0,164	0,096	0,016
	3	0,234	0,195	0,046
	4	0,194	0,159	0,031
	5	0,178	0,140	0,025



Gambar 4.6 Hasil SEM-EDS senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ (a) $x=0$; (b) $x=0,05$; (c) $x=0,1$; (d) $x=0,15$; dan (e) $x=0,2$ yang disintesis menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl

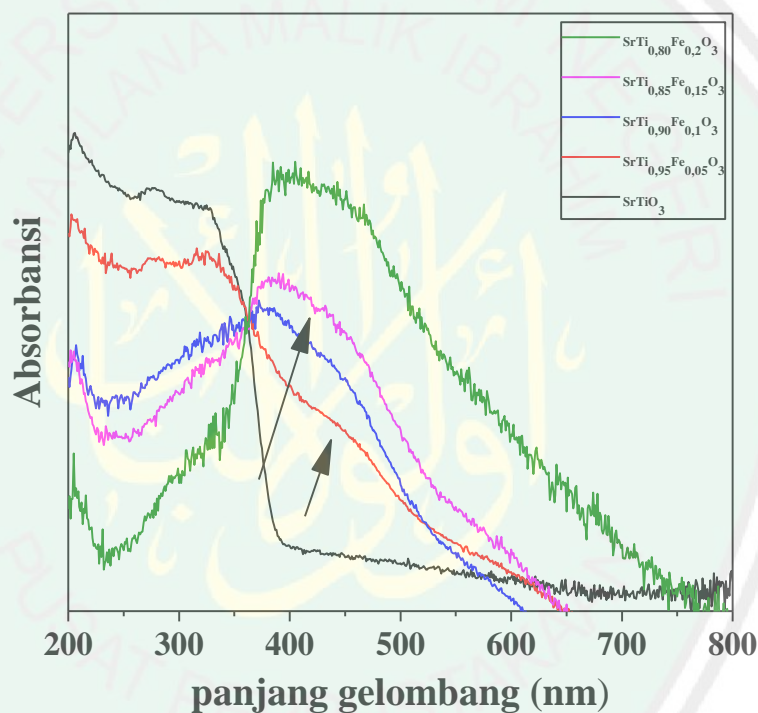
Distribusi permukaan pada SrTiO_3 tanpa doping lebih homogen dengan sedikit aglomerasi, sedangkan pada sampel $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) mengalami aglomerasi yang lebih banyak dengan partikel yang lebih besar. Menurut Da Silva, dkk. (2009) terjadinya aglomerasi partikel tersebut dimungkinkan karena penggunaan suhu yang relatif tinggi. Selain itu adanya doping Fe dapat menyebabkan perubahan morfologi terhadap SrTiO_3 (Li, dkk., 2014). Rata-rata ukuran partikel $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) ditampilkan pada Tabel 4.3. Berdasarkan Tabel tersebut, dapat diketahui bahwa $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) tidak ada tren perubahan ukuran partikel rata-rata nya, namun nilai ukuran partikel rata-rata SrTiO_3 yang terdoping Fe cenderung lebih besar dibandingkan dengan SrTiO_3 tanpa doping. Hal tersebut terjadi karena adanya substitusi doping Fe ke dalam kisi SrTiO_3 . Morfologi yang seragam dan ukuran partikel yang kecil akan mempengaruhi aktivitas fotokatalitiknya karena reaksi terjadi pada permukaan sampel $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$), hal ini berarti bahwa terjadi peningkatan luas permukaan untuk menyediakan lebih banyak tempat reaksi dan sangat menguntungkan dalam meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya (Wang, dkk., 2017). Akan tetapi, dalam penelitian ini tidak dilakukan pengujian aktivitas fotokatalis.

Hasil analisis EDS ditampilkan pada Gambar 4.6 dan dirangkum pada Tabel 4.4 yang menunjukkan persen berat masing-masing unsur dalam sampel. Berdasarkan Tabel tersebut, diketahui dopan Fe terdeteksi pada kisi SrTiO_3 . unsur-unsur penyusun dalam sampel $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ adalah strontium, titanium, besi, dan oksigen. Dapat diamati bahwa kandungan unsur titanium cenderung menurun seiring dengan kenaikan konsentrasi unsur besi.

Tabel 4.4 Persentase unsur-unsur penyusun $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ hasil EDS

Senyawa	Kadar Sr (%)	Kadar Ti (%)	Kadar Fe (%)	Kadar O (%)
SrTiO_3	47,22	24,86	-	27,91
$\text{SrTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3$	45,73	24,76	1,41	28,10
$\text{SrTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3$	44,95	22,84	3,20	29,01
$\text{SrTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3$	45,24	21,50	3,64	29,62
$\text{SrTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3$	41,92	21,86	9,18	27,03

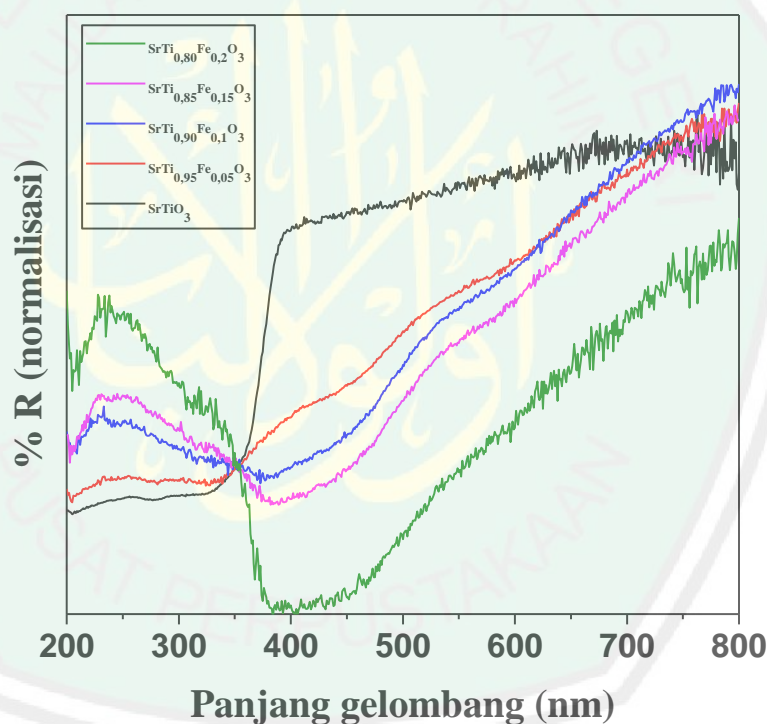
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan UV-Vis DRS



Gambar 4.7 Spektra DRS hubungan nilai absorbansi dengan Panjang gelombang senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$).

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui serapan sinar dari material hasil sintesis. Hasil karakterisasi DRS, diperoleh plot hubungan antara nilai absorbansi dengan panjang gelombang dari masing-masing sampel $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) yang dapat dilihat pada

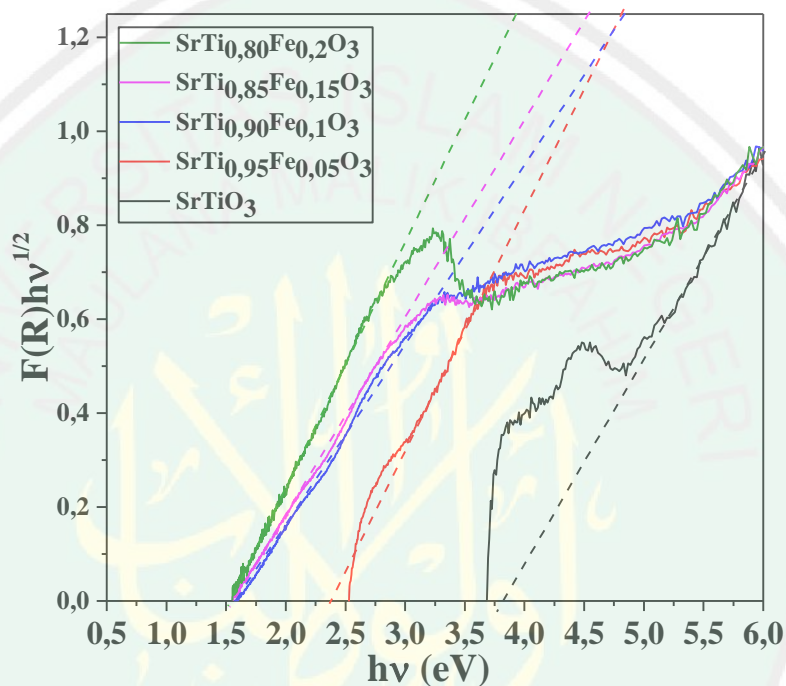
Gambar 4.7. Berdasarkan Gambar tersebut dapat diamati bahwa SrTiO_3 dengan keberadaan doping merubah karakter pola serapan dimana sampel mempunyai kemampuan menyerap sinar yang baik pada daerah sinar tampak dan semakin besar konsentrasi doping Fe maka serapan di daerah tersebut semakin tinggi. Hal ini dikarenakan keberadaan dopan Fe dalam kisi SrTiO_3 mengakibatkan terbentuknya sub pita baru diantara pita valensi dan pita konduksi yang mempunyai energi lebih rendah (Zhou, dkk., 2011; Li, dkk., 2014; Ma, dkk., 2018; Humayun, dkk., 2018).



Gambar 4.8 Spektra DRS hubungan nilai reflektansi dengan Panjang gelombang senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$).

Grafik yang kedua yaitu plot hubungan nilai reflektansi dengan panjang gelombang yang ditunjukkan pada Gambar 4.8. Dapat diamati SrTiO_3 dengan keberadaan doping merubah nilai reflektansi dimana sampel mempunyai nilai

reflektansi yang rendah pada daerah sinar tampak dan semakin besar konsentrasi doping Fe maka nilai reflektansi di daerah tersebut semakin rendah. Semakin rendah nilai reflektansi yang dihasilkan, maka kemampuan menyerap sinarnya semakin tinggi begitupun sebaliknya.



Gambar 4.9 Spektra DRS hubungan antara $(F(R)hv)^{1/2}$ dengan energi (eV) senyawa $SrTi_{1-x}Fe_xO_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$).

Gambar 4.9 menunjukkan grafik yang ke ketiga, yaitu plot hubungan antara $(F(R)hv)^{1/2}$ dengan energi (eV). Adapun plot ini digunakan untuk menentukan energi celah pita dari $SrTi_{1-x}Fe_xO_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) hasil sintesis. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai x ($hv =$ energi celah pita) ketika $y=0$. Penentuan nilai energi celah pita dilakukan dengan menarik garis lurus pada grafik hingga memotong sumbu x. Hasil penentuan nilai

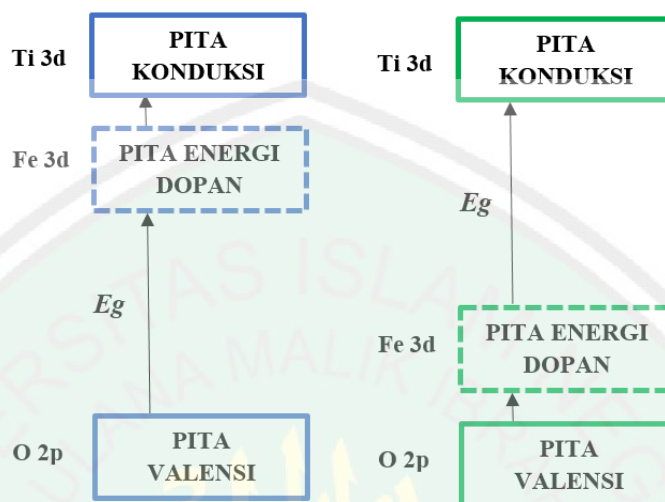
energi celah pita $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Nilai energi celah pita senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$).

Nama Senyawa	Energi Celah Pita (eV)
SrTiO_3	3,82
$\text{SrTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3$	2,37
$\text{SrTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3$	1,55
$\text{SrTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3$	1,56
$\text{SrTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3$	1,53

Berdasarkan Tabel 4.5 tersebut dapat diketahui bahwa energi celah pita SrTiO_3 tanpa doping adalah sebesar 3,82 eV, sedangkan $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) mempunyai energi celah pita secara berturut-turut yaitu, 2,37; 1,55; 1,56 dan 1,53 eV. Hal ini menunjukkan bahwa doping dengan logam Fe dapat menyebabkan penurunan energi celah pita SrTiO_3 , seperti beberapa hasil penelitian yang telah dilaporkan sebelumnya (Zhou, dkk., 2011; Mourao, dkk., 2017; Ma, dkk., 2018; Humayun, dkk., 2018). Besarnya energi celah pita $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) berbanding terbalik dengan besarnya konsentrasi dopan Fe. Semakin tinggi konsentrasi dopan Fe menghasilkan energi celah pita yang semakin kecil begitupun sebaliknya. Keberadaan dopan Fe dalam kisi SrTiO_3 menyebabkan distorsi pada struktur $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) yang menghasilkan cacat pada kisi SrTiO_3 , sehingga mengakibatkan terbentuknya sub pita baru diantara pita valensi dan pita konduksi seperti yang dilaporkan dalam penelitian sebelumnya (Zhou, dkk., 2011; Li, dkk., 2014; Ma, dkk., 2018; Humayun, dkk., 2018). Adanya sub pita baru tersebut memungkinkan elektron untuk tereksitasi dengan energi yang lebih rendah atau panjang

gelombang yang lebih tinggi (daerah sinar tampak) dibandingkan dengan SrTiO_3 tanpa doping, seperti diilustrasikan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Dugaan diagram pita energi SrTiO_3 terdoping Fe (Li, dkk., 2014; Humayun, dkk., 2018).

Dalam pengukuran menggunakan Persamaan Kubelka-Munk maka plot T_{auc} yang diperoleh adalah garis lurus yang akan ditarik linear sampai memotong sumbu x sehingga diperoleh nilai energi celahnya. Linearitas plot T_{auc} ini sangat penting dalam perhitungan energi celah. Akan tetapi dari hasil pengolahan data yang diperoleh menunjukkan bahwa tidak diperoleh garis lurus sehingga syarat utama pada penggunaan metode ini tidak diperoleh.

Dari hasil pengolahan data diperoleh puncak-puncak baru seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.9, sedangkan untuk lebih jelasnya dipisahkan satu-satu gambar grafiknya yang ditampilkan pada Lampiran 7. Hal ini mengindikasikan bahwa ada transisi elektronik yang terjadi. Jika dibandingkan dengan SrTiO_3 yang tidak didoping maka Plot T_{auc} adalah lurus sehingga dapat

diduga bahwa keberadaan doping memunculkan transisi baru yang disebabkan karena pembentukan sub band baru. Makula, dkk., (2018) menyatakan bahwa pembentukan sub band baru dapat menyebabkan pengukuran energi celah dengan plot Tauc menjadi tidak akurat.

4.6 Hasil Sintesis dan Karakterisasi SrTiO₃ Terdoping Fe dalam Prespektif Islam

Allah Swt. menciptakan segala sesuatu yang ada di bumi dan langit ini tidak ada yang sia-sia dan tanpa hikmah. Seperti firman Allah dalam QS. Shaad (38) ayat 27 yang berbunyi:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ذَلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ
٢٧

Artinya: “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya dengan sia-sia. Itu anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang yang kafir itu karena mereka akan masuk neraka” (QS. Shaad (38): 27).

Katsir (2005) menjelaskan bahwa Allah Swt. tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya secara sia-sia. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir (yakni orang-orang yang tidak percaya kepada hari kebangkitan dan tidak pula kepada hari kembali, melainkan hanya percaya kepada kehidupan di dunia saja). Surat di atas menjelaskan bahwa jika manusia berpikir dengan jernih dan sungguh-sungguh, tentu mereka akan mengakui keesaan dan kekuasaan Allah terhadap semua ciptaan yang ada di langit, bumi, serta segala makhluk yang ada di antara keduanya. Salah satu bentuk berfikirnya manusia mengenai ciptaan Allah Swt. adalah memodifikasi material fotokatalis SrTiO₃ dengan menambahkan dopan Fe dengan variasi konsentrasi 0; 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2. Modifikasi ini bertujuan untuk meningkatkan sifat struktur material

SrTiO₃, menurunkan laju rekombinasinya dan yang tidak kalah penting adalah untuk memperluas penyerapan sinar menuju ke arah sinar tampak.

Material fotokatalis SrTiO₃ terdoping Fe dapat dimanfaatkan untuk mendegradasi limbah zat warna yang berbahaya bagi lingkungan, seperti metilen biru, Rhodamin B, metil oranye, dan zat warna tekstil lainnya. Sehingga, nantinya dapat digunakan masyarakat khususnya bidang industri tekstil sebagai material fotokatalis yang efisien dan efektif dalam proses pengolahan limbah tersebut. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dopan Fe pada SrTiO₃ menyebabkan adanya defek kristal yang akan mempengaruhi aktivitas fotokatalitiknya. Semua sampel SrTiO₃ terdoping Fe (0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) mempunyai kemampuan menyerap sinar yang baik pada daerah sinar tampak dan semakin besar konsentrasi doping Fe maka serapan di daerah tersebut semakin tinggi. Dari hasil karakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDS, dan UV-Vis DRS saling menguatkan satu sama lain untuk memprediksi konsentrasi dopan Fe yang paling optimum. Modifikasi dengan adanya dopan Fe akan meningkatkan aktivitas fotokatalisnya di daerah sinar tampak sehingga, usaha untuk meminimalisir limbah zat warna semakin besar. Allah Swt. berfirman dalam al-Quran surat ar-Ra'd (13) ayat 11 yang berbunyi:

لَهُ مُعَقِّبَاتٌ مِّنْ بَيْنِ يَدَيْهِ وَمِنْ خَلْفِهِ يَحْفَظُونَهُ مِمَّنْ أَمَرَ اللَّهُ إِنَّ اللَّهَ لَا يُغَيِّرُ مَا بِقَوْمٍ حَتَّىٰ يُغَيِّرُوا مَا بِأَنفُسِهِمْ وَإِذَا أَرَادَ اللَّهُ بِقَوْمٍ سُوءًا فَلَا مَرَدَّ لَهُ وَمَا لَهُمْ مِّنْ دُونِهِ مِن وَالٍ ۝ ۱۱

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 suatu kaum sehingga mereka merubah keadaan yang ada pada diri mereka sendiri. Dan apabila Allah menghendaki keburukan terhadap suatu kaum, maka tak ada yang dapat menolaknya; dan sekali-kali tak ada pelindung bagi mereka selain dia ” (QS. Ar-Ra'd (13): 11).

Shihab (2012) dalam Tafsir Al-Mishbah menjelaskan sesungguhnya Allah memiliki malaikat-malaikat yang ditugaskan untuk menjaga dan memelihara setiap manusia. Demikian pula, Allah tidak mengubah nasib suatu bangsa dari susah menjadi bahagia ataupun dari kuat menjadi lemah. Melainkan adanya usaha dari mereka sendiri untuk mengubah keadaan yang terjadi. Kata “*qouma*” bermakna bahwa suatu perubahan tidak dapat dilakukan sendiri. Oleh sebab itu, penelitian ini merupakan salah satu bentuk usaha yang nantinya dapat memberikan informasi untuk mengatasi permasalahan lingkungan seperti pencemaran air dengan penggunaan material fotokatalis SrTiO_3 terdoping Fe.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Senyawa $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) telah berhasil disintesis akan tetapi pada $x=0,2$ masih ditemukan pengotor dari prekursor yang berupa TiO_2 anatas.
2. Bentuk morfologi $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) adalah kubus dan dopan Fe menyebabkan aglomerasi partikel dengan distribusi komposisi unsur Sr, Ti, Fe, dan O yang merata.
3. Dopan Fe dapat menyebabkan perubahan pola serapan ke arah daerah sinar tampak.

5.2 Saran

1. perlu dilakukan uji aktivitas fotokatalis pada rentang UV maupun visible, untuk mengetahui pengaruh dopan terhadap aktivitas fotokatalitiknya.
2. perlu dilakukan karakterisasi dengan *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS) untuk mengetahui muatan Fe yang masuk ke dalam kisi kristal SrTiO_3 .
3. perlu dilakukan uji *Photoluminescence* untuk mengetahui pengaruh dopan Fe terhadap laju rekombinasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abas, I. 1991. Tanwir Al-Miqbas Min *Tafsir Ibnu Abbas*. Beirut: Dar Al-Kutub. Al-Ilmiyah.
- Al-Qarni, Aidh. 2008. Terjemahan *Tafsir Muyassar*. Jakarta: Qisthi Press.
- Andrieux, J., Gardiola, B., dan Dezellus, O. 2018. Synthesis of Ti Matrix Composites Reinforced With TiC Particles: In-Situ Synchrotron X-Ray Diffraction and Modeling. *Journal of Materials Science Applications*. Springer International Publishing.
- Bai, S., Gao, C., Low, J., dan Xiong, Y. 2019. Crystal Phase Engineering on Photocatalytic Material for Energy and Environmental Applications. *Nano Research*, 12(9): 2031-2054.
- Da Silva, F., L., Bernardi, B., I., M., Maia, Q., J., L., Frigo, M., J., G., dan Mastelaro, R., V. 2009. Synthesis and Thermal Decomposition of SrTi_{1-x}Fe_xO₃ ($x=0.0 \leq x \leq 0.1$) Powders Obtained by The Polymeric Precursor Method. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 97: 173-177.
- Dong, W., Li, X., Guo, W., Li, B., Tan, L., Li, C., Shi, J., dan Wang, G. 2012. Porous SrTiO₃ Spheres with Enhanced Photocatalytic Performance. *Material Letters*, 67: 131-134.
- Humayun, M., Xu, L., Zhou, L., Zheng, Z., Fu, Q., dan Luo, W. 2018. Exceptional Co-Catalyst Free Photocatalytic Activities of B and Fe Co-Doped SrTiO₃ for CO₂ Conversion and H₂ Evolution. *Nano Research*. Springer International Publishing.
- Kudo, A., dan Miseki, Y. 2009. Heterogenous Photocatalyst Materials for Water Splitting. *Chemical Society Reviews*, 38: 253-278.
- Li, P., Liu, C., Wu, G., Heng, Y., Lin, S., Ren, A., Kehan, L., Xiao, L., dan Shi, W. 2014. Solvothermal Synthesis and Visible-Light-Driven Photocatalytic Degradation for Tetracycline of Fe-Doped SrTiO₃. *Royal Society of Chemistry Advances*.
- Ma, X., Cui, X., Zhao, Z., Melo, Jr., A., M., Roberts, J., E., dan Osterloh, E., F. 2018. Use of Surface Photovoltage Spectroscopy to Probe Energy Levels and Charge Carrier Dynamic in Transition Metal (Ni, Cu, Fe, Mn, Rh) Doped SrTiO₃ Photocatalysts for H₂ Evolution from Water. *Journal of Materials Chemistry A*, 6: 5774-5781.
- Makula, P., Pacia, M., dan Macyk, W. 2018. How To Correctly Determine the Bond Gap Energy of Modified Semiconductor Photocatalysts Based on UV-Vis Spectra. *The Journal of Physical Chemistry*, 9: 6814-6817.

- Mao, Y., Park T. J., Zhang, F., Zhou, H., dan Wang, S. S., 2007. Environmentally Friendly Methodologies of Nanostructure Synthesis. *Small Journal*, 3(7): 1122-1139.
- McCusker, L. B., Dreele, R. B. V., Cox, D. E., Louer, D. dan Scardi, P. 1999. Rietveld refinement guidelines. *Journal of Applied Crystallography*, 32: 36-50.
- Mourao, H., A., J., L., Lopes, F., O., Jr, A., W., Pires, J.M., M., Souza, S., Riberio, C., dan Mastelaro, R., V. 2017. SrTi_{1-y}Fe_yO₃ Samples Obtained by Hydrothermal Method: The Effect of The Amount of Fe on Structural and Photocatalytic Properties. *Material Science in Semiconductor Proccesing*, 68: 140-146.
- Mukminin, A. 2018. Analisis Kuantitatif Fasa dan Parameter Kristal Abu Cangkang Keong Mas (*Pomacea canaliculata* L) Hasil Kalsinasi Suhu Tinggi Menggunakan Metode Rietveld. *Jurnal Chemurgy*.
- Naimah, S., Silvie, A., A., Bumiarto, N., J., Novi, N., A., dan Agustina, A., C. 2014. Color Degradation in Textile Industrial Wastewater with Photocatalytic Method Using Nanocomposite TiO₂-Zeolite. *Jurnal Kimia Kemasan*, 36: 225-236.
- Raharjo, H., dan Prasetyo, D. 2011. Sintesis Nano ZnO dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasinya. *Skripsi*. Jurusan Kimia, FMIPA ITS Surabaya.
- Rusli, R. 2011. Petunjuk *Refinement* Analisis Pola Difraksi Sinar-X Serbuk Menggunakan Metode *Le Bail* Pada Program *Rietica*.
- Shafi, M., P., dan Bose C., A. 2015. Impact of Crystalline Defects and Size on X-ray Line Broadening: A Phenomenological Approach for Tetragonal SnO₂ Nanocrystals. *AIP Advances*, 5: 057137(1)-057137(10).
- Shannon, R. D. 1976. Revised Effective Ionic Radii and Systematic Studies of Interatomic Distance in Halides and Chalcogenides. *Published in Acta Crystallographica*. A32: 751-767.
- Shihab, M. Q. 2012. *Tafsir Al-Misbah Volume 5*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Q. 2012. *Tafsir Al-Misbah Volume 6*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Q. 2012. *Tafsir Al-Misbah Volume 11*. Jakarta: Lentera Hati.
- Singh, K., Nowotny, J., dan Thangadurai, V. 2013. Amphoteric Oxide Semicunductorrs for Energy Conversion Devices: A Tutorial Review. *Chemical Society Riviews*, 42: 1961-1972.
- Subramanian, V., Roeder, K., R., dan Wolf, E., E. 2006. Synthesis and UV-Visible Light Photoactivity of Noble Metal SrTiO₃ Composites. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 45: 2187-2193.

- Toby, B. H. 2006. R Factors in Rietveld Analysis: How Good is Good Enough?. *Powder Diffraction*, 21(1).
- Wang, D., Lu, J., Gou, J., Wang, Z., Wang, M., Gong, X., dan Hao, S. 2019. A Rapid Method for The Synthesis of Perovskite ($ATiO_3$, A= Ca, Sr, Ba) in Molten Chloride. *Ceramics International*.
- 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*, 000: 1-13.
- Wang, M., Fang, M., Min, X., Huang, Z., Tang, C., Liu, Y., dan Wu, X. 2017. Molten Salt Synthesis of $NaNb_xTa_{1-x}O_3$ Perovskites with Enhanced Photocatalytic Activity. *Chemical Physics Letters*, 686: 18-25.
- Wang, Q., Hisatomi, T., Moriya, Yin., Maeda, Kan., dan Domen, K. 2013. Physicochemical Properties and Photocatalytic H_2 Evolution Activity of Rh-doped $La_2Ti_2O_7$ Prepared by Molten Salt Synthesis. *The Royal Society of Chemistry*.
- Wojtyniak, M., Balin, K., Szade, J., dan Szot, K. 2020. Inhomogeneity and Segregation Effect in The Surface Layer of Fe-Doped $SrTiO_3$ Single Crystals. *Crystal*, 10(33): 1-12.
- Wu, H., dan Zhu, X. 2016. Perovskite Oxide Nanocrystal- Synthesis, Characterization, Functionalization, and Novel Applications. *National Laboratory of Solid State of Microstructures, School of Physics, Nanjing University, Nanjing, China*.
- Xie, H., T., Sun, X., dan Lin, J. 2008. Enhanced Photocatalytic Degradation of RhB Driven by Visible Light- Induced MMCT of Ti(IV)-O-Fe(II) Formed in Fe-Doped $SrTiO_3$. *The Journal of Physical Chemistry*, 112: 9753-9759.
- Xue, P., Wu, H., Lu, Y., dan Zhu, X. 2017. 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*.
- Yang, H., Han, C., dan Xue, X. 2014. Photocatalytic Activity of Fe-doped $CaTiO_3$ Under UV-Visible Light. *Journal of Environmental Science*.
- Young, R. A. 1993. Editor. The Rietveld Method. Oxford University Press.
- Zhang, H., Chen, G., Li, Y., dan Teng, Y. 2010. Electronic Structure and Photocatalytic Properties of Copper-doped $CaTiO_3$. *International Journal of Hydrogen Energy*, 35: 2713-2716.

Zhou, X., Shi, J., dan Li, C. 2011. Effect of Metal Doping on Electronic Structure and Visible Light Absorption of SrTiO₃ and NaTaO₃ (Metal= Mn, Fe, and Co). *The Journal of Physical Chemistry*, 115: 8305-8311.



LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

1. Preparasi Bahan

SrCO₃, TiO₂, dan Fe₂O₃

- Ditimbang sesuai perhitungan stokiometri yang dirangkum pada Tabel 3.1
- Dihomogenkan dengan cara digerus menggunakan *mortar agate* selama 1 jam
- Ditambahkan dengan aseton
- Dipanaskan pada suhu 700°C selama 6 jam
- Didinginkan pada suhu ruang

Hasil

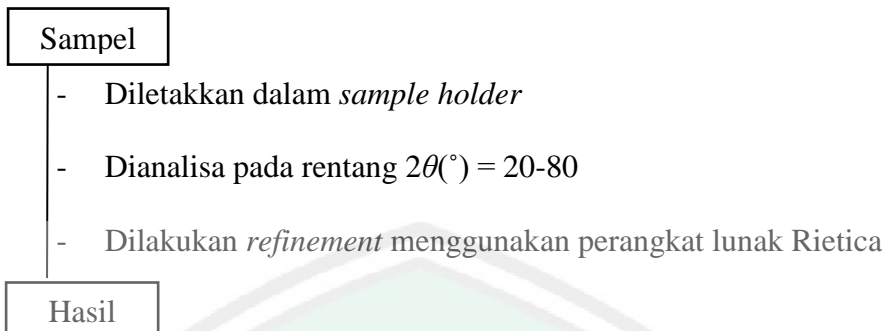
2. Sintesis SrTiO₃ terdoping Fe dengan Metode Lelehan Garam

SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2)

- Dicampurkan garam NaCl dengan perbandingan mol 1:7
- Dihomogenkan dengan digerus dalam *mortar agate* selama 1 jam
- Ditambahkan dengan aseton
- Diletakkan dalam krus alumina dan dipanaskan dalam tanur pada suhu 900°C selama 8 jam
- Dikeluarkan dari tanur dan diletakkan diatas kertas saring dan Disaring menggunakan corong dan erlenmeyer
- Dicuci beberapa kali menggunakan air suling panas
- Diidentifikasi keberadaan garam NaCl dengan menggunakan larutan AgNO₃
- Dikeringkan menggunakan oven pada suhu 70°C sampai kering

Hasil Sintesis

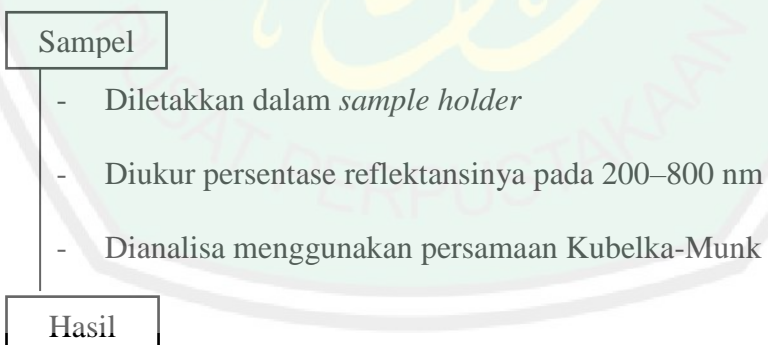
3. Karakterisasi dan Analisis SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2). menggunakan Instrumen XRD



4. Karakterisasi dan Analisis SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2). menggunakan Instrumen SEM-EDS



5. Karakterisasi dan Analisis SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2). menggunakan UV-Vis DRS



Lampiran 2. Perhitungan

Diketahui:

- Target massa produk adalah 3 gram
- Perbandingan mol prekursor $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$: NaCl adalah 1:7
- Variasi Konsentrasi Fe adalah $x = 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$

$$\text{Mr SrCO}_3 = 147,63 \text{ g/mol}$$

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

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

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

$$\text{Ar Sr} = 87,62 \text{ g/mol}$$

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

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

$$\text{Ar O} = 15,999 \text{ g/mol}$$

1. Konsentrasi Fe ($x=0$)

$$\begin{aligned} \text{Mol SrTiO}_3 &= \frac{\text{massa SrTiO}_3}{\text{Mr SrTiO}_3} \\ &= \frac{3 \text{ gram}}{183,49 \text{ g/mol}} = 0,016349 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa SrCO}_3 &= \frac{\text{Ar Sr}}{\text{Mr SrTiO}_3} \times \frac{\text{Mr SrCO}_3}{\text{Ar Sr}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{87,62 \text{ g/mol}}{183,49 \text{ g/mol}} \times \frac{147,63 \text{ g/mol}}{87,62 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram} \\ &= 2,4136 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{\text{Ar Ti}}{\text{Mr SrTiO}_3} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{47,867 \text{ g/mol}}{183,49 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram} \\ &= 1,3062 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Mol NaCl} = 7 \times \text{mol SrTiO}_3$$

$$= 7 \times 0,016349 \text{ mol} = 0,114443 \text{ mol}$$

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

$$= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,114443 \text{ mol} = 6,6766 \text{ gram}$$

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

$$\text{Mol SrTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3 = \frac{\text{Massa}}{Mr}$$

$$= \frac{3 \text{ gram}}{183,8559 \text{ g/mol}} = 0,016317 \text{ mol}$$

$$\text{Massa SrCO}_3 = \frac{Ar \text{ Sr}}{Mr \text{ SrTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ SrCO}_3}{Ar \text{ Sr}} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{87,62 \text{ g/mol}}{183,8559 \text{ g/mol}} \times \frac{147,63 \text{ g/mol}}{87,62 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram}$$

$$= 2,4088 \text{ gram}$$

$$\text{Massa TiO}_2 = \frac{(Ar \text{ Ti} \times 0,95)}{Mr \text{ SrTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ TiO}_2}{Ar \text{ Ti}} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{(47,867 \times 0,95) \text{ g/mol}}{183,8559 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram}$$

$$= 1,2385 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Fe}_2\text{O}_3 = \frac{(Ar \text{ Fe} \times 0,05)}{Mr \text{ SrTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ Fe}_2\text{O}_3}{(Ar \text{ Fe} \times 2)} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{(55,845 \times 0,05) \text{ g/mol}}{183,8559 \text{ g/mol}} \times \frac{159,69 \text{ g/mol}}{(55,845 \times 2) \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram}$$

$$= 0,0863 \text{ gram}$$

$$\text{Mol NaCl} = 7 \times \text{mol SrTi}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_3$$

$$= 7 \times 0,016317 \text{ mol} = 0,114219 \text{ mol}$$

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

$$= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,114219 \text{ mol} = 6,6635 \text{ gram}$$

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

$$\text{mol SrTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3 = \frac{\text{massa}}{Mr}$$

$$= \frac{3 \text{ gram}}{184,2548 \text{ g/mol}} = 0,016281 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa SrCO}_3 &= \frac{Ar \text{ Sr}}{Mr \text{ SrTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ SrCO}_3}{Ar \text{ Sr}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{87,62 \text{ g/mol}}{184,2548 \text{ g/mol}} \times \frac{147,63 \text{ g/mol}}{87,62 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram} \\ &= 2,4036 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{(Ar \text{ Ti} \times 0,9)}{Mr \text{ SrTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ TiO}_2}{Ar \text{ Ti}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{(47,867 \times 0,9) \text{ g/mol}}{184,2548 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram} \\ &= 1,1707 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{(Ar \text{ Fe} \times 0,1)}{Mr \text{ SrTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ Fe}_2\text{O}_3}{(Ar \text{ Fe} \times 2)} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{(55,845 \times 0,1) \text{ g/mol}}{184,2548 \text{ g/mol}} \times \frac{159,69 \text{ g/mol}}{(55,845 \times 2) \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram} \\ &= 0,1299 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol SrTi}_{0,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_3 \\ &= 7 \times 0,016281 \text{ mol} = 0,113967 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaCl} &= Mr \times \text{mol NaCl} \\ &= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,113967 \text{ mol} = 6,6488 \text{ gram} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} \text{mol SrTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3 &= \frac{\text{massa}}{Mr} \\ &= \frac{3 \text{ gram}}{184,6537 \text{ g/mol}} = 0,016246 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa SrCO}_3 &= \frac{Ar \text{ Sr}}{Mr \text{ SrTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ SrCO}_3}{Ar \text{ Sr}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{87,62 \text{ g/mol}}{184,6537 \text{ g/mol}} \times \frac{147,63 \text{ g/mol}}{87,62 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram} \\ &= 2,3984 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Massa TiO}_2 = \frac{(Ar \text{ Ti} \times 0,85)}{Mr \text{ SrTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3} \times \frac{Mr \text{ TiO}_2}{Ar \text{ Ti}} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{(47,867 \times 0,85) \text{ g/mol}}{184,6537 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram}$$

$$= 1,1033 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Fe}_2\text{O}_3 = \frac{(\text{Ar Fe} \times 0,15)}{\text{Mr SrTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3} \times \frac{\text{Mr Fe}_2\text{O}_3}{(\text{Ar Fe} \times 2)} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{(55,845 \times 0,15) \text{ g/mol}}{1,6511 \text{ g/mol}} \times \frac{159,69 \text{ g/mol}}{(55,845 \times 2) \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram}$$

$$= 0,1945 \text{ gram}$$

$$\text{Mol NaCl} = 7 \times \text{mol SrTi}_{0,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_3$$

$$= 7 \times 0,016246 \text{ mol} = 0,113722 \text{ mol}$$

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

$$= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,113722 \text{ mol} = 6,6345 \text{ gram}$$

5. Konsentrasi Fe (x=0,2)

$$\text{mol SrTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3 = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}}$$

$$= \frac{3 \text{ gram}}{185,0526 \text{ g/mol}} = 0,016211 \text{ mol}$$

$$\text{Massa SrCO}_3 = \frac{\text{Ar Sr}}{\text{Mr SrTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3} \times \frac{\text{Mr SrCO}_3}{\text{Ar Sr}} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{87,62 \text{ g/mol}}{185,0526 \text{ g/mol}} \times \frac{147,639 \text{ g/mol}}{87,62 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram}$$

$$= 2,3934 \text{ gram}$$

$$\text{Massa TiO}_2 = \frac{(\text{Ar Ti} \times 0,8)}{\text{Mr SrTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{(47,867 \times 0,8) \text{ g/mol}}{185,0526 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram}$$

$$= 1,0362 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Fe}_2\text{O}_3 = \frac{(\text{Ar Fe} \times 0,2)}{\text{Mr SrTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3} \times \frac{\text{Mr Fe}_2\text{O}_3}{(\text{Ar Fe} \times 2)} \times \text{Massa Target}$$

$$= \frac{(55,845 \times 0,2) \text{ g/mol}}{185,0526 \text{ g/mol}} \times \frac{159,69 \text{ g/mol}}{(55,845 \times 2) \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram}$$

$$= 0,2588 \text{ gram}$$

$$\text{Mol NaCl} = 7 \times \text{mol SrTi}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3$$

$$= 7 \times 0,016211 \text{ mol} = 0,113477 \text{ mol}$$

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

$$= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,113477 \text{ mol} = 6,6202 \text{ gram}$$



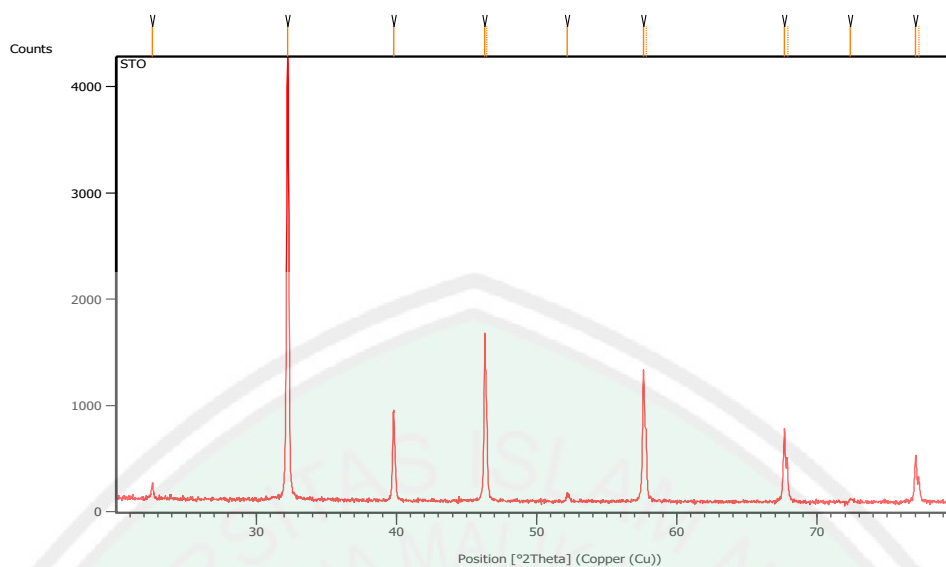
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi menggunakan XRD

L.3.1 Data XRD SrTi_{x-1}Fe_xO₃ (x= 0)

L.3.1.1 Measurement Conditions

Dataset Name	STO
File name	C:\Documents and Settings\Teknik
Material\Desktop\XRD\Aldi\STO .udf	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Spinner,
Owner=User-1, Creation date=1/15/2016 11:44:36 AM	
Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001	
Measurement Date / Time	4/1/2020 10:37:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-ASCII (.UDF)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	20.0084
End Position [°2Th.]	79.9674
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1600
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	1.0000
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	0.1000
Measurement Temperature [°C]	25.00
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractionmeter Type	XPRT
Diffractionmeter Number	1
Goniometer Radius [mm]	240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

L.3.1.2 Main Graphics, Analyze View



Gambar L.3.1.2 Difraktogram $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0$)

L.3.1.3 Peak List:

Tabel L.3.1.3 Puncak-puncak XRD $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0$)

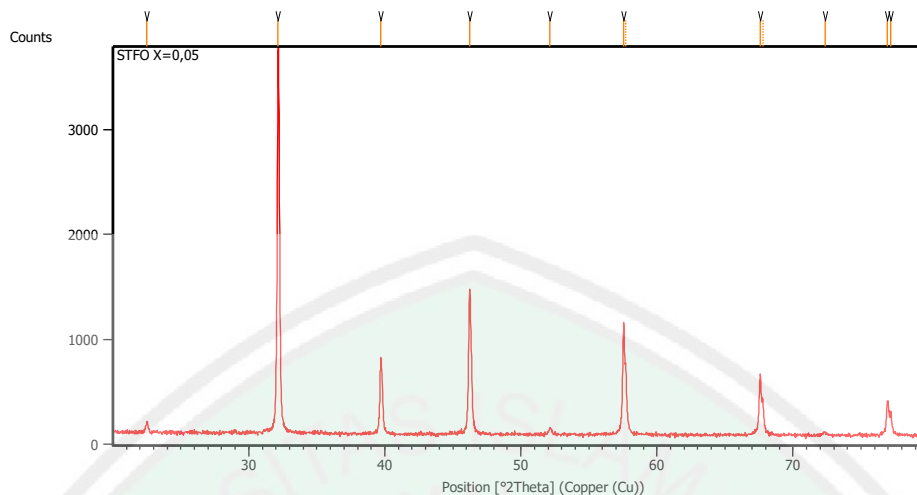
Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
22.6075	153.17	0.0669	3.93314	3.74
32.2304	4094.00	0.1338	2.77745	100.00
39.7887	830.54	0.1004	2.26555	20.29
46.3022	1565.62	0.1224	1.95927	38.24
46.4579	806.28	0.0816	1.95791	19.69
52.1871	71.37	0.1224	1.75133	1.74
57.6207	1216.51	0.1428	1.59842	29.71
57.8161	612.69	0.1020	1.59744	14.97
67.6662	687.25	0.1224	1.38350	16.79
67.8934	340.33	0.1020	1.38285	8.31
72.3721	33.29	0.2448	1.30469	0.81
77.0248	418.89	0.1428	1.23706	10.23
77.2430	241.73	0.1224	1.23718	5.90

L.3.2 Data XRD SrTi_{x-1}Fe_xO₃ (x= 0,05)

L.3.2.1 Measurement Conditions

Dataset Name	STFO X=0,05
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2019\Oktober\Riv'ah\23 Oktober\STFO X=0,05\STFO X=0,05.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	10/23/2019 4:09:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	20.0084
End Position [°2Th.]	79.9844
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

L.3.2.2 Main Graphics, Analyze View



Gambar L.3.2.2 Difraktogram $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,05$)

L.3.2.3 Peak List:

Tabel L.3.2.3 Puncak-puncak XRD $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,05$)

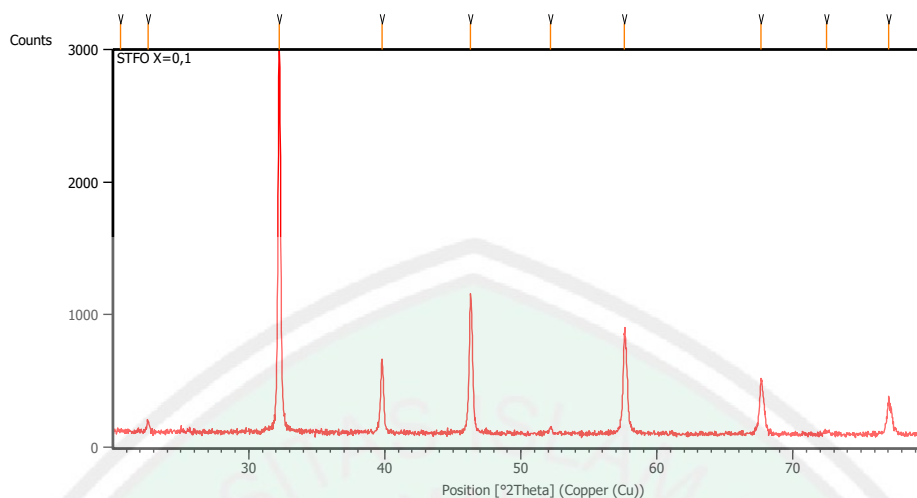
Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
22.5138	104.87	0.1004	3.94931	2.91
32.1422	3602.81	0.1673	2.78487	100.00
39.6830	634.30	0.1171	2.27134	17.61
46.2298	1383.42	0.1506	1.96379	38.40
52.1449	64.95	0.2007	1.75409	1.80
57.5469	1051.29	0.1428	1.60030	29.18
57.7177	614.00	0.0816	1.59993	17.04
67.5911	579.00	0.1632	1.38485	16.07
67.7783	338.31	0.1020	1.38492	9.39
72.3471	30.91	0.2448	1.30508	0.86
76.9233	299.82	0.0612	1.23844	8.32
77.2018	226.63	0.0816	1.23467	6.29

L.3.3 Data XRD SrTi_{x-1}Fe_xO₃ (x= 0,1)

L.3.3.1 Measurement Conditions

Dataset Name	STFO X=0,1
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
	2020\Februari\Aldi\STFO X=0,1\STFO X=0,1.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	2/13/2020 10:29:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	20.0084
End Position [°2Th.]	79.9844
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

L.3.3.2 Main Graphics, Analyze View



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

L.3.3.3 Peak List:

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

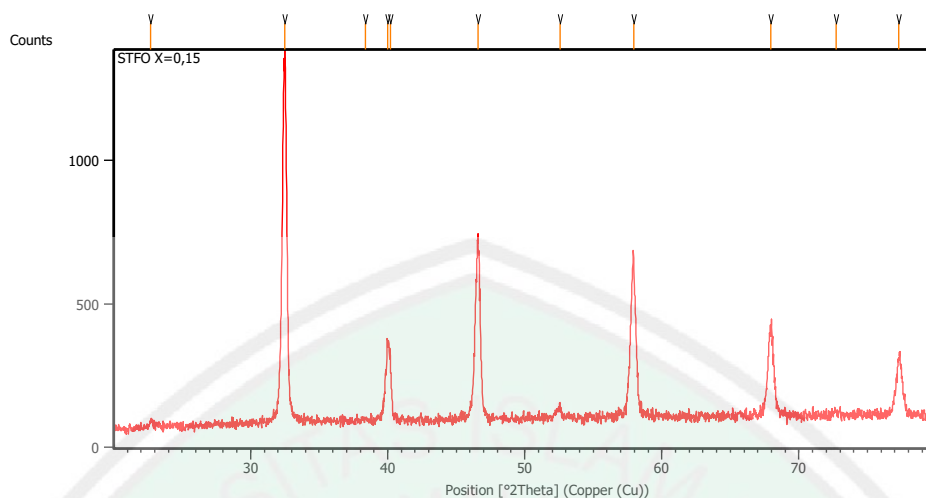
Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
20.5615	10.02	0.8029	4.31965	0.35
22.5820	82.74	0.2007	3.93752	2.85
32.2193	2904.24	0.1840	2.77838	100.00
39.7824	557.81	0.1338	2.26590	19.21
46.2752	961.34	0.1506	1.96197	33.10
52.1510	48.06	0.1673	1.75390	1.65
57.6247	787.76	0.1338	1.59964	27.12
67.6315	399.82	0.1338	1.38527	13.77
72.4854	22.20	0.4015	1.30401	0.76
77.0217	248.96	0.1673	1.23813	8.57

L.3.4 Data XRD SrTi_{x-1}Fe_xO₃ (x= 0,15)

L.3.4.1 Measurement Conditions

Dataset Name	STFO X=0,15
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
2019\November\M.Syaifuddin\STFO X=0,15\STFO X=0,15.rd	
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	11/22/2019 6:51:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	20.0084
End Position [°2Th.]	79.9844
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

L.3.4.2 Main Graphics, Analyze View



Gambar L.3.4.2 Difraktogram $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,15$)

L.3.4.3 Peak List:

Tabel L.3.4.3 Puncak-puncak XRD $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,15$)

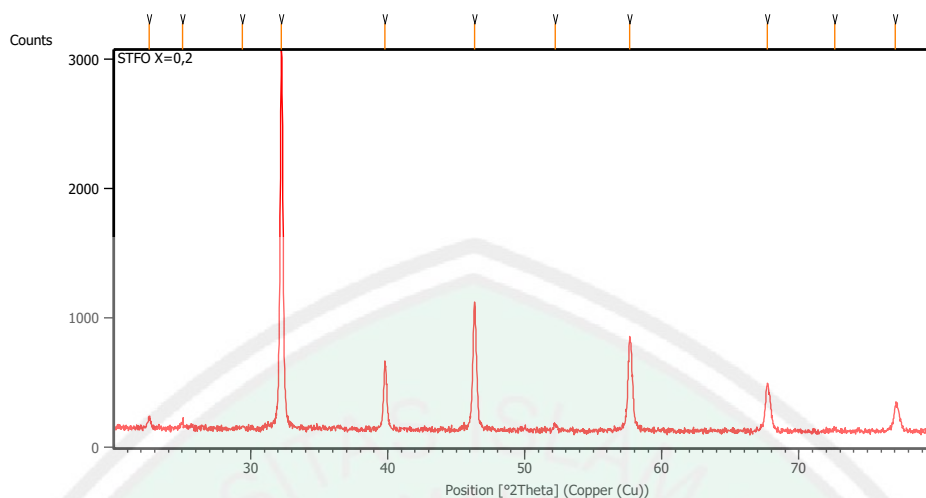
Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
22.7222	20.18	0.4015	3.91354	1.59
32.5050	1266.54	0.1673	2.75461	100.00
38.3653	6.35	0.8029	2.34626	0.50
40.0064	269.83	0.1632	2.25186	21.30
40.1907	214.22	0.1338	2.24381	16.91
46.6039	609.31	0.3680	1.94889	48.11
52.5567	38.05	0.2676	1.74132	3.00
57.9350	552.39	0.0836	1.59182	43.61
67.9648	304.94	0.3680	1.37929	24.08
72.7278	12.00	0.4015	1.30026	0.95
77.3020	198.64	0.3011	1.23434	15.68

L.3.5 Data XRD SrTi_{x-1}Fe_xO₃ (x= 0,2)

L.3.5.1 Measurement Conditions

Dataset Name	STFO X=0,2
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian
	2020\Februari\Aldi\STFO X=0,2\STFO X=0,2.rd
Comment	Configuration=Reflection-Transmission Sp Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	2/13/2020 10:51:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	20.0084
End Position [°2Th.]	79.9844
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

L.3.5.2 Main Graphics, Analyze View



Gambar L.3.5.2 Difraktogram $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,2$)

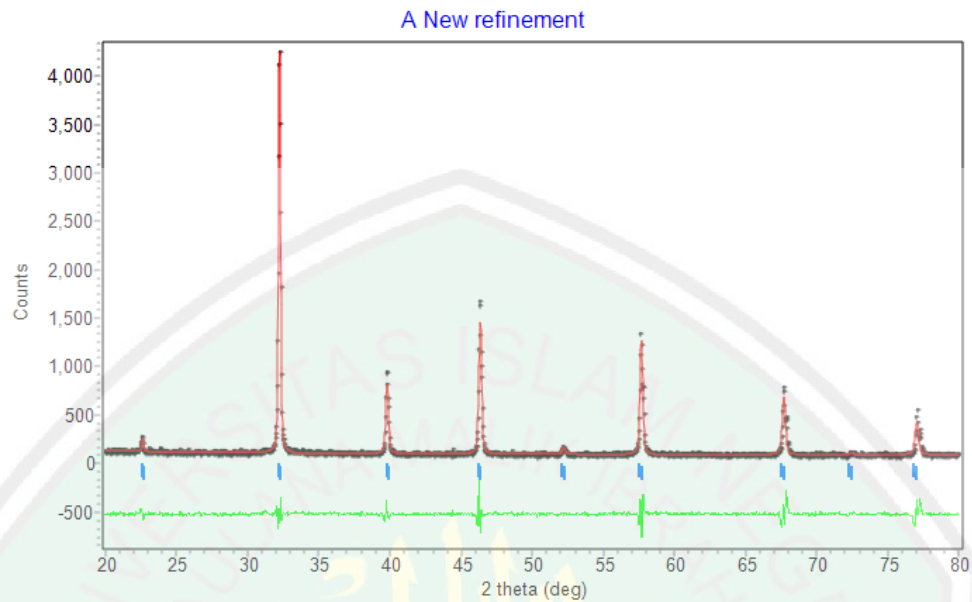
L.3.5.3 Peak List:

Tabel L.3.5.3 Puncak-puncak XRD $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,2$)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
22.5910	94.80	0.1004	3.93597	3.25
25.0148	47.06	0.2007	3.55982	1.61
29.4180	11.76	0.8029	3.03626	0.40
32.2413	2916.21	0.2007	2.77654	100.00
39.7764	486.21	0.1338	2.26622	16.67
46.3468	982.66	0.1840	1.95910	33.70
52.2352	38.70	0.2007	1.75127	1.33
57.6353	710.77	0.0836	1.59938	24.37
67.6833	365.17	0.2342	1.38434	12.52
72.6053	19.90	0.4015	1.30215	0.68
77.0422	196.45	0.2342	1.23785	6.74

L.3.6 Hasil Refinement

L.3.6.1 $\text{SrTi}_{x-1}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0$)

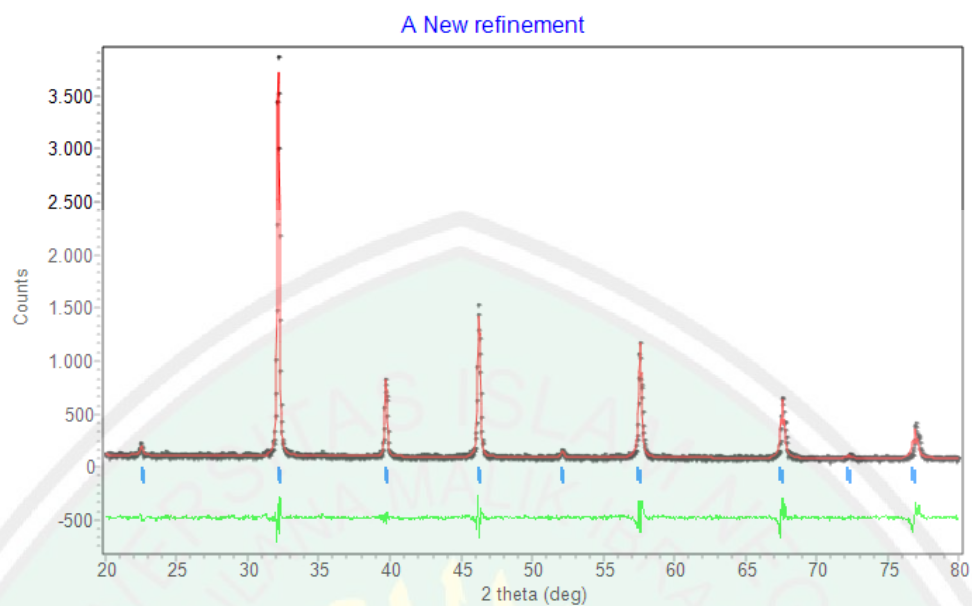


CELL PARAMETERS = 3.896925 0.000002 0.000000
 3.896925 0.000002 0.000000
 3.896925 0.000002 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000

RECIPROCAL CELL = 0.257 0.257 0.257 90.000 90.000 90.000
 CELL VOLUME = 59.178810 0.000000

| Rp | Rwp | GOF |
 +-----+
 | 9.64 | 8.22 | 0.3806E+00 |

L.3.6.2 SrTi_{x-1}Fe_xO₃ (x=0,05)

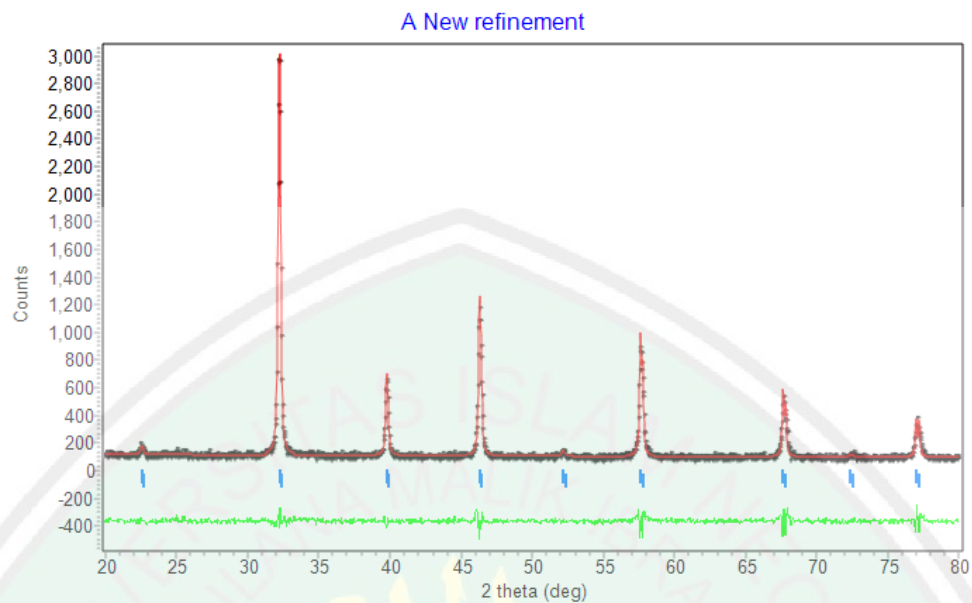


CELL PARAMETERS = 3.926359 0.000005 0.000032
 3.926359 0.000005 0.000032
 3.926359 0.000005 0.000032
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000

RECIPROCAL CELL = 0.255 0.255 0.255 90.000 90.000 90.000
 CELL VOLUME = 60.529915 0.000854

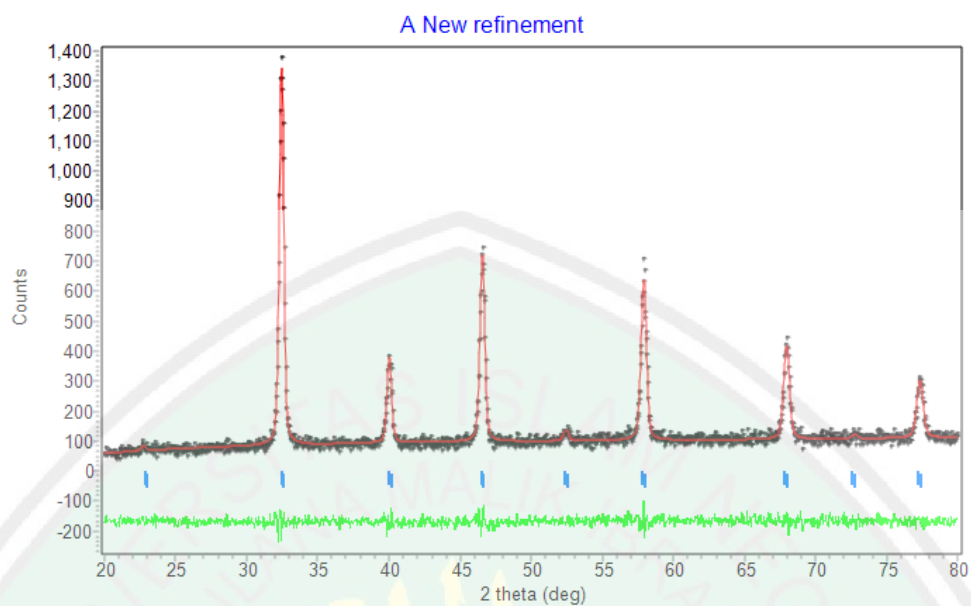
Rp	Rwp	GOF
9.83	8.04	0.3188E+00

L.3.6.3 SrTi_{x-1}Fe_xO₃ (x=0,1)



CELL PARAMETERS = 3.901612 -0.000000 0.030417
 3.901612 -0.000000 0.030417
 3.901612 -0.000000 0.030417
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 RECIPROCAL CELL = 0.256 0.256 0.256 90.000 90.000 90.000
 CELL VOLUME = 59.392597 0.801985
 | Rp | Rwp | GOF |
 |-----|
 | 8.21 | 6.23 | 0.1532E-01 |

L.3.6.4 SrTi_{x-1}Fe_xO₃ (x=0,15)



CELL PARAMETERS = 3.882461 -0.000014 0.055495

3.882461 -0.000014 0.055495

3.882461 -0.000014 0.055495

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

90.000008 0.000000 0.000000

RECIPROCAL CELL = 0.258 0.258 0.258 90.000 90.000 90.000

CELL VOLUME = 58.522282 1.448875

| Rp | Rwp | GOF |

| 7.60 | 7.19 | 0.8790E-01

Lampiran 4. Contoh Perhitungan *Crystallite Size*

Perhitungan *crystallite size* dapat menggunakan persamaan Debye-Scherrer (persamaan 3.1) data-data untuk perhitungan *crystallite size* SrTiO₃ tanpa dopan adalah:

K : 0,9

λ (K α): 1,54060

β (FWHM): 0,1338

$2\theta : 32,2304 \rightarrow \theta = \frac{32,2304}{2} = 16,1152$

Sehingga *crystallite size* yang diperoleh adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,1338 \times \cos 16,1152} = 61,80 \text{ nm}$$

Perhitungan *crystallite size* senyawa SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) dilakukan dengan cara yang sama. Hasil pengukuran *crystallite size* dirangkum pada Tabel L.4.1.

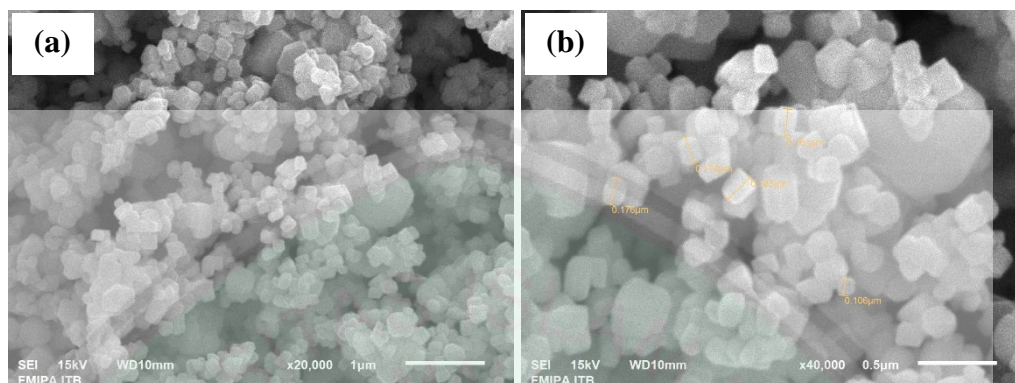
Tabel L.4.1 Hasil perhitungan *crystallite size* SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2).

Nama Senyawa	Ukuran Kristal (nm)
SrTiO ₃	61,80
SrTi _{0,95} Fe _{0,05} O ₃	49,42
SrTi _{0,9} Fe _{0,1} O ₃	44,94
SrTi _{0,85} Fe _{0,15} O ₃	49,46
SrTi _{0,8} Fe _{0,2} O ₃	41,20

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi menggunakan SEM-EDS

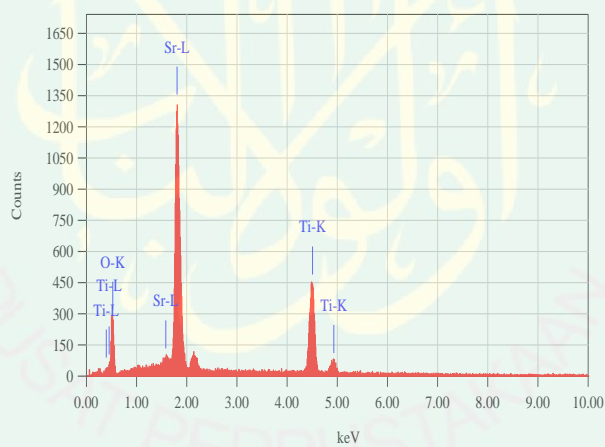
L.5.1 $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0$)

L.5.1.1 Data SEM



Gambar L.5.1.1 Morfologi $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ untuk $x=0$ pada perbesaran (a) 20.000x, dan (b) 40.000x.

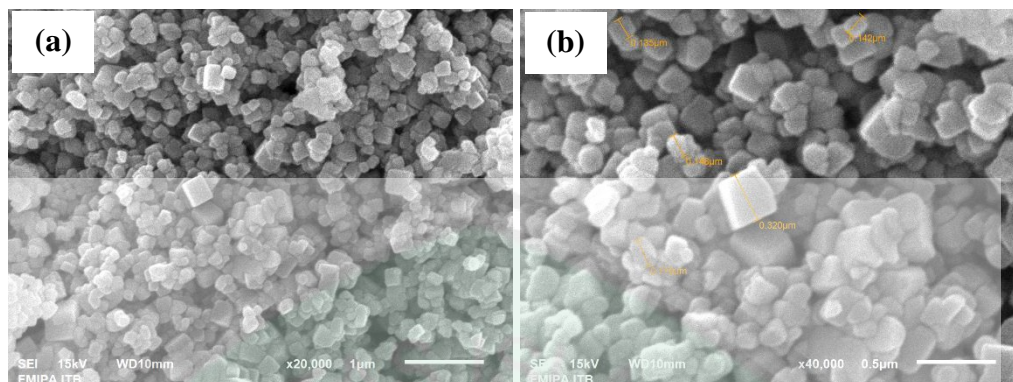
L.5.1.2 Data EDS



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
O K	0.525	27.91	0.37	62.25			15.9187
Ti K	4.508	24.86	0.33	18.52			27.8566
Sr L	1.806	47.22	0.33	19.23			56.2246
Total		100.00		100.00			

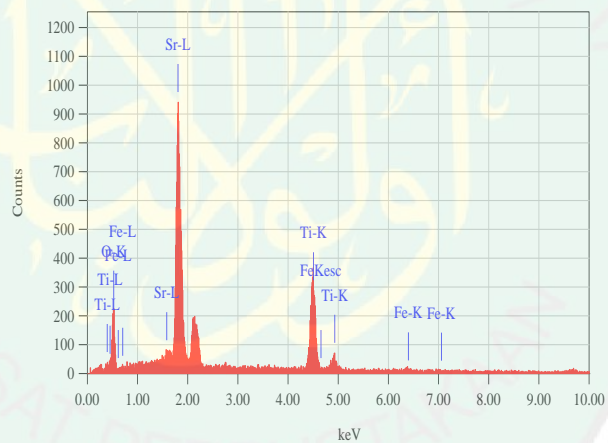
L.5.2 SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0,05)

L.5.2.1 Data SEM



Gambar L.5.2.1 Morfologi SrTi_{1-x}Fe_xO₃ untuk x= 0,05 pada perbesaran (a) 20.000x, dan (b) 40.000x.

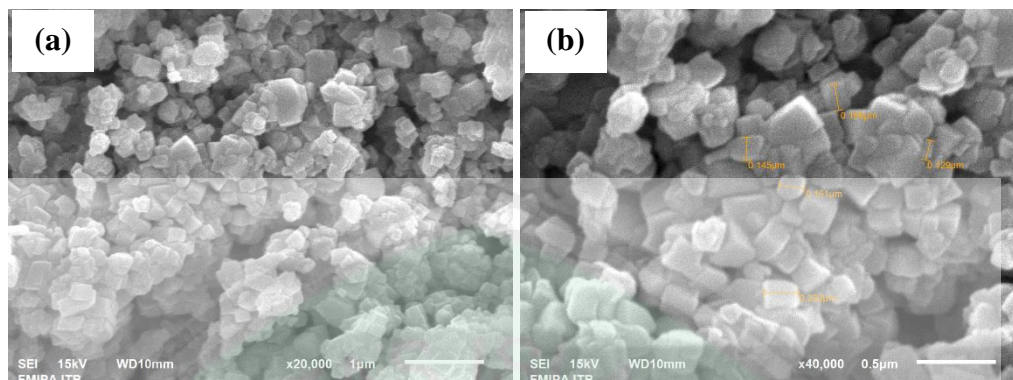
L.5.2.2 Data EDS



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
O K	0.525	28.10	0.44	62.28			16.2917
Ti K	4.508	24.76	0.40	18.33			27.8563
Fe K	6.398	1.41	0.86	0.89			1.5941
Sr L	1.806	45.73	0.40	18.50			54.2580
Total		100.00		100.00			

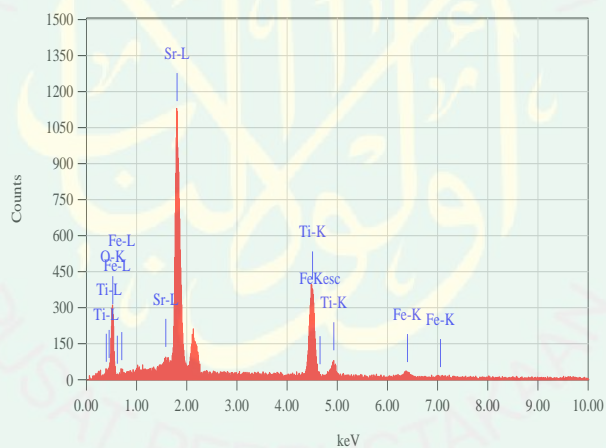
L.5.3 $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,1$)

L.5.3.1 Data SEM



Gambar L.5.3 Morfologi $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ untuk $x=0,1$ pada perbesaran (a) 20.000x, dan (b) 40.000x

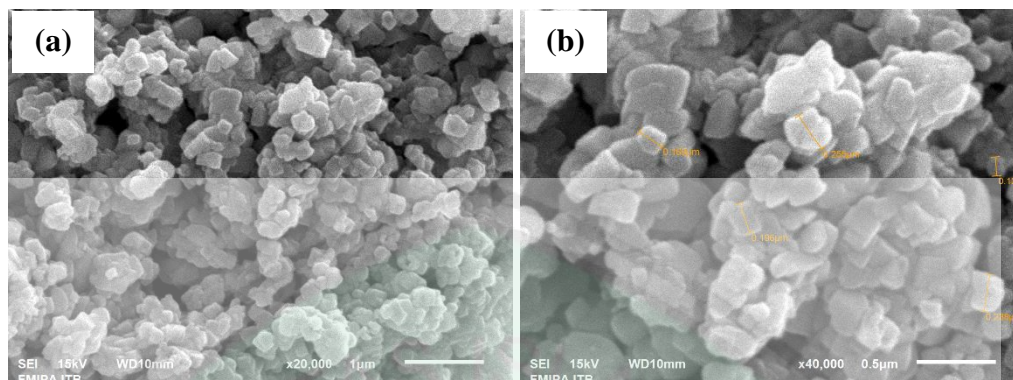
L.5.3.2 Data EDS



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
O K	0.525	29.01	0.39	63.39			17.5249
Ti K	4.508	22.84	0.36	16.67			25.7443
Fe K	6.398	3.20	0.79	2.00			3.6292
Sr L	1.806	44.95	0.37	17.94			53.1016
Total		100.00		100.00			

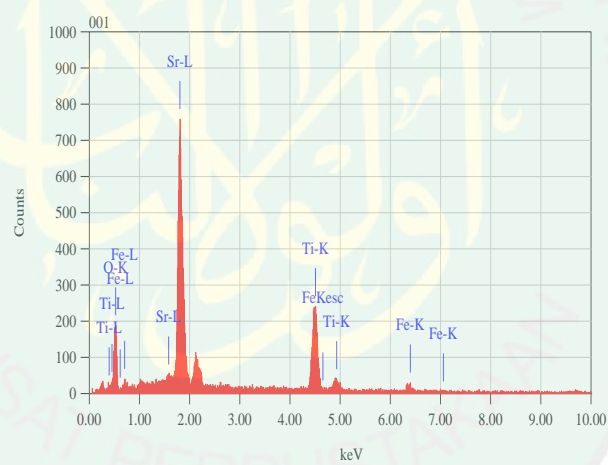
L.5.4 SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0,15)

L.5.4.1 Data SEM



Gambar L.5.4 Morfologi SrTi_{1-x}Fe_xO₃ untuk $x=0,15$ pada perbesaran (a) 20.000x, dan (b) 40.000x

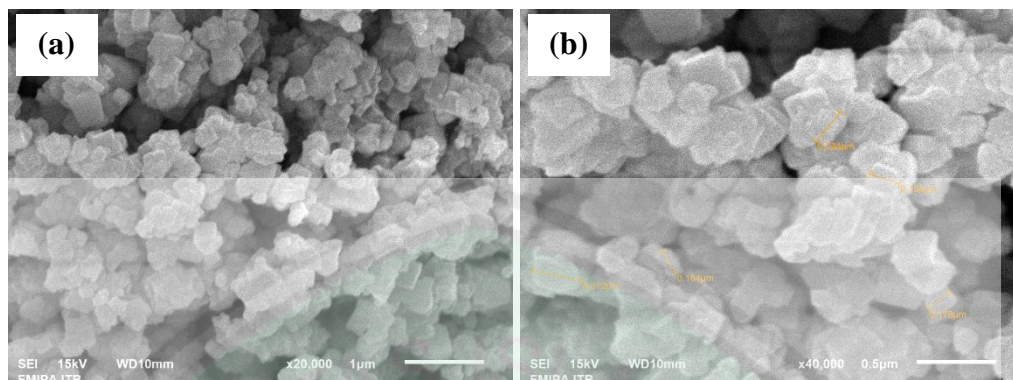
L.5.4.2 Data EDS



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
O K	0.525	29.62	0.36	64.25			18.2774
Ti K	4.508	21.50	0.34	15.57			24.1997
Fe K	6.398	3.64	0.74	2.26			4.1301
Sr L	1.806	45.24	0.35	17.92			53.3928
Total		100.00		100.00			

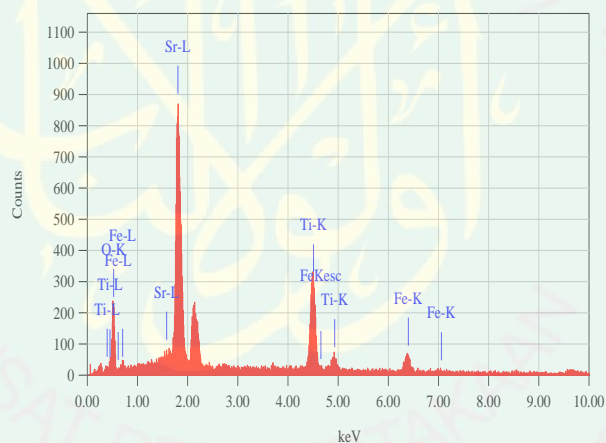
L.5.5 SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0,2)

L.5.5.1 Data SEM



Gambar L.5.5 Morfologi SrTi_{1-x}Fe_xO₃ untuk x= 0,2 pada perbesaran (a) 20.000x, dan (b) 40.000x

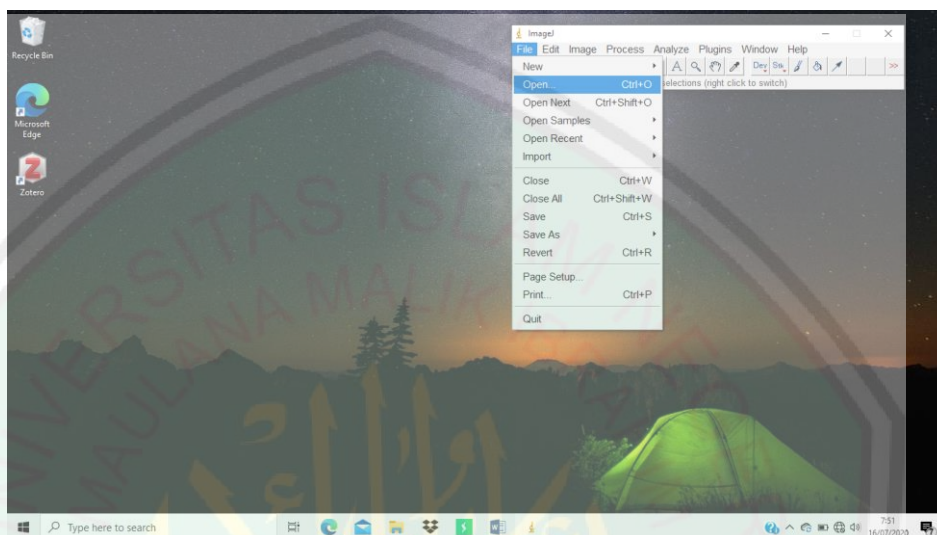
L.5.5.2 Data EDS



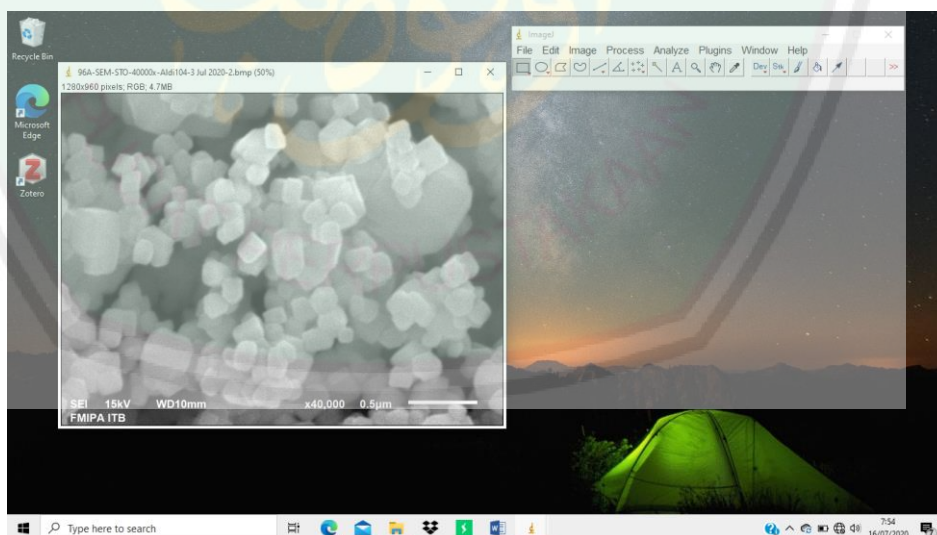
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
O K	0.525	27.03	0.46	60.59			16.9835
Ti K	4.508	21.86	0.45	16.37			24.5535
Fe K	6.398	9.18	0.99	5.90			10.3448
Sr L	1.806	41.92	0.47	17.15			48.1182
Total		100.00		100.00			

Lampiran 6. Tahapan Analisis Ukuran Partikel menggunakan perangkat lunak ImageJ

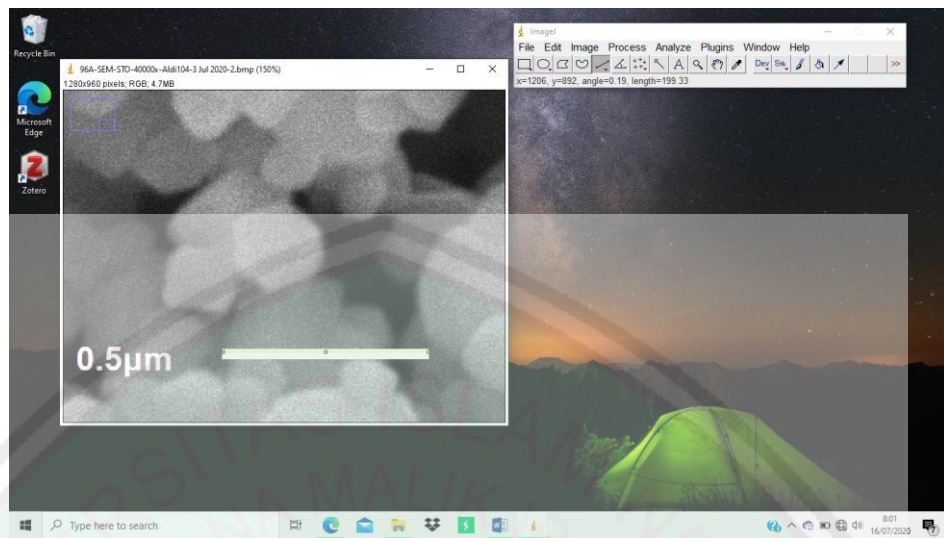
1. Buka aplikasi ImageJ kemudian pilih gambar yang akan dianalisis dengan memilih File - Open.



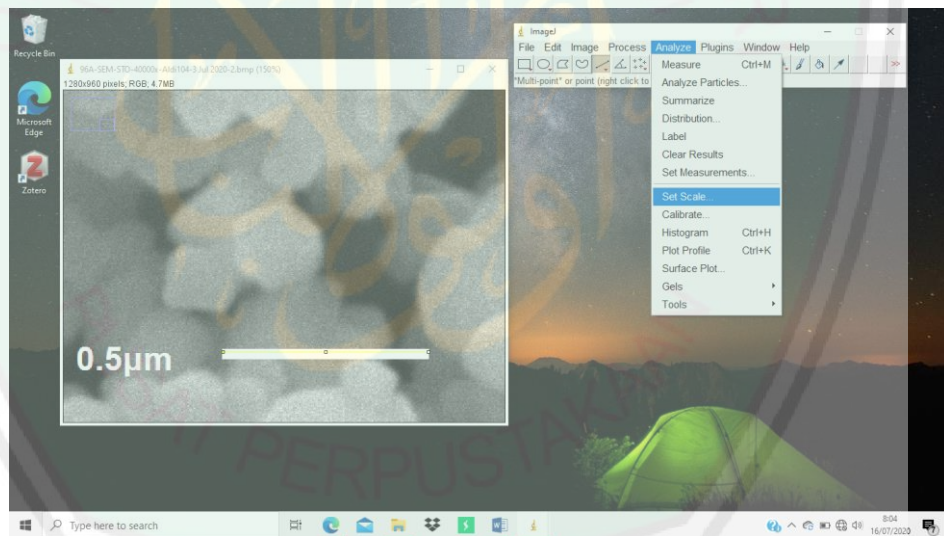
2. Tampilan akan berubah menjadi dua bagian yakni jendela aktif *toolbar* dan gambar SEM.



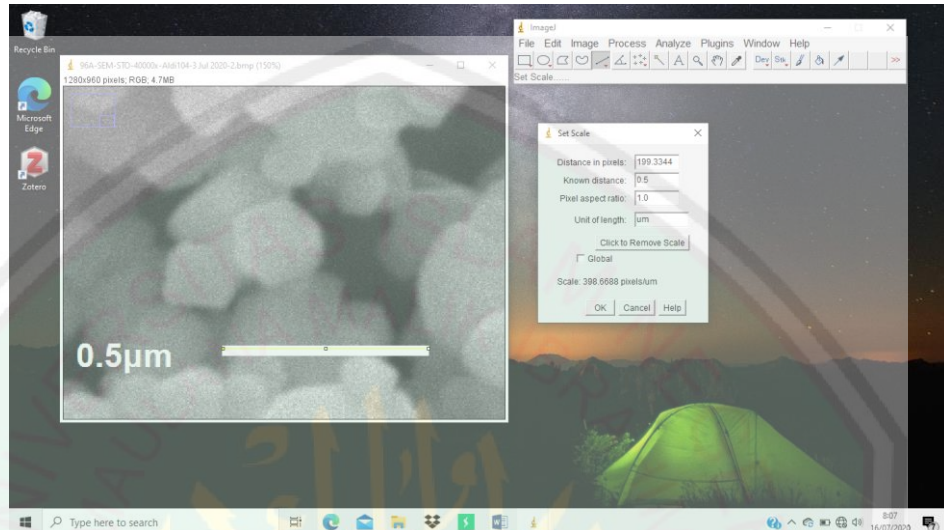
3. Kalibrasi skala pada gambar dengan menggambar garis lurus sepanjang *scale bar* dengan memilih *icon straight* pada tool bar.



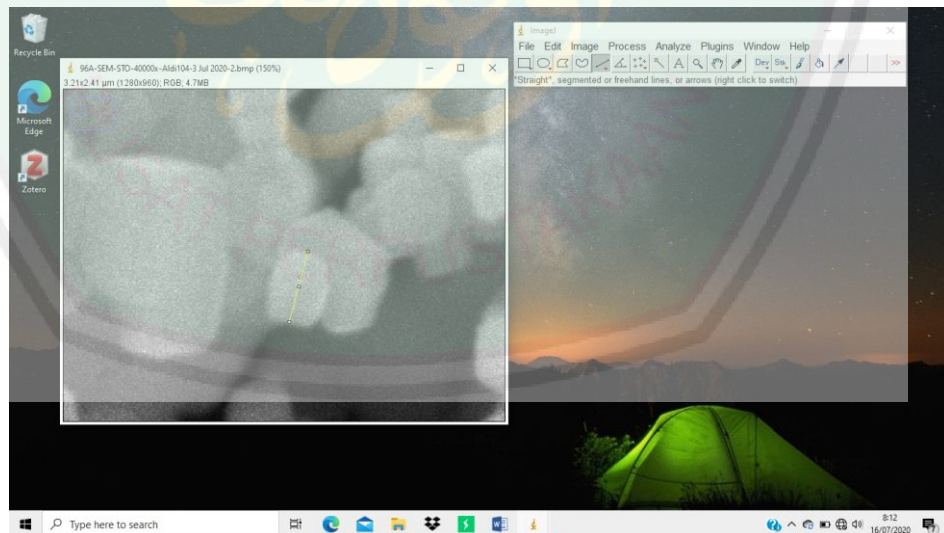
4. Pilih *Analyze – Set Scale*.



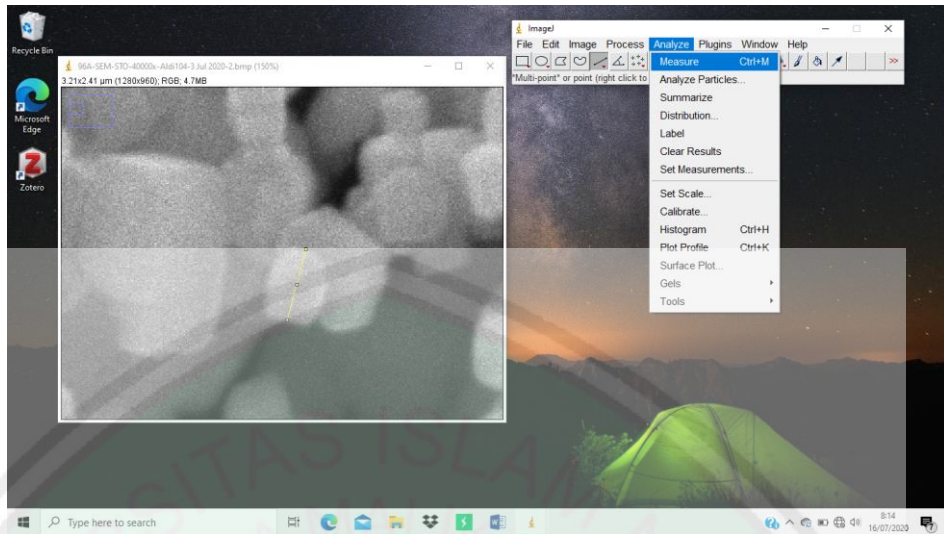
5. Atur dan sesuaikan dengan informasi yang tertera pada *scale bar*. *Known distance* untuk skala yang tertera pada gambar SEM (misal 0.5) dan *Unit of Length* untuk satuan unit yang digunakan dalam gambar SEM (dalam gambar menunjukkan satuan unit mikrometer atau μm). Kemudian klik OK



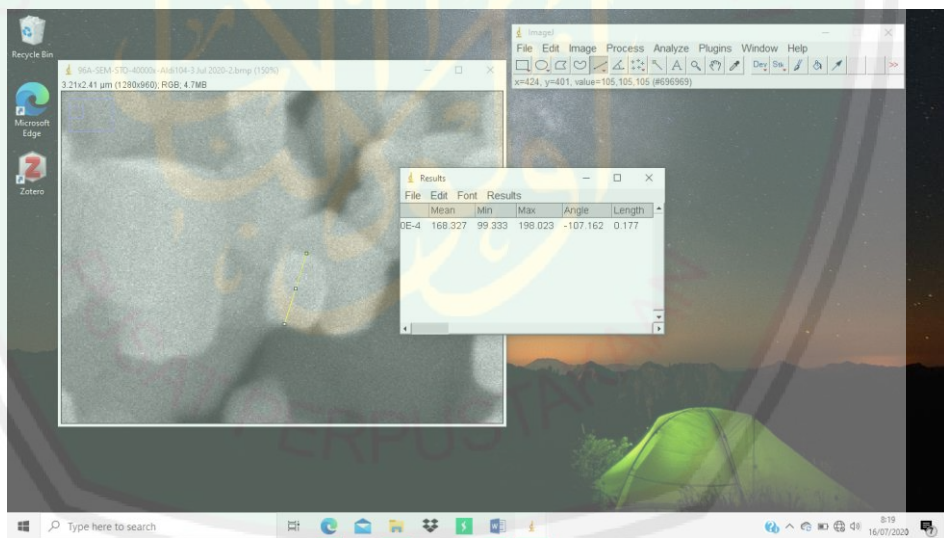
6. Pilih, kemudian perbesar partikel yang akan diukur. Buat garis lurus (*straight*) seperti pada gambar berikut:



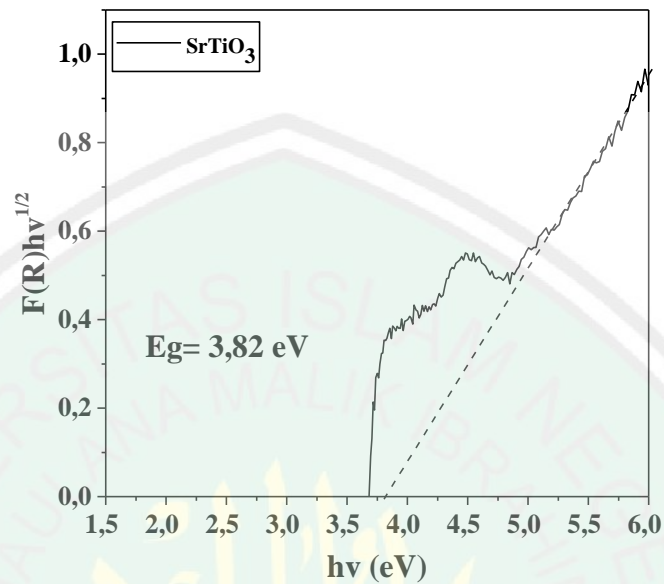
7. Klik *Analyze – Measure* (Ctrl+M).



8. Jendela *Result* akan muncul dan diperoleh panjang partikel yang diinginkan.

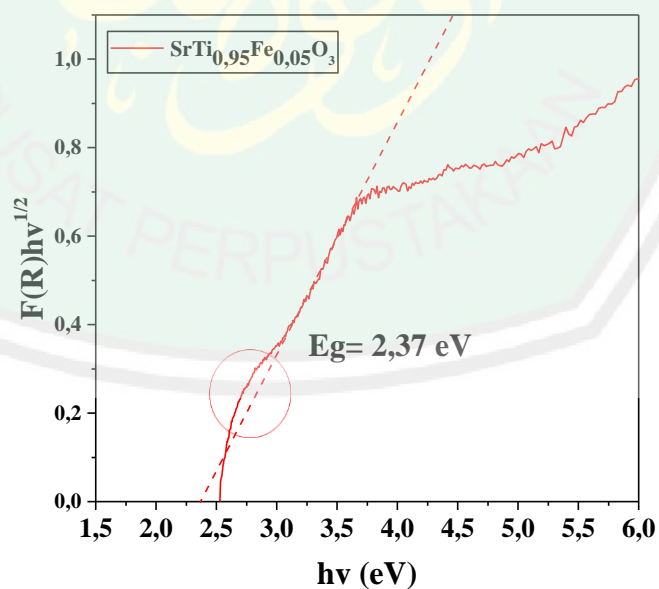


Lampiran 7. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS
L.7.1 SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0)



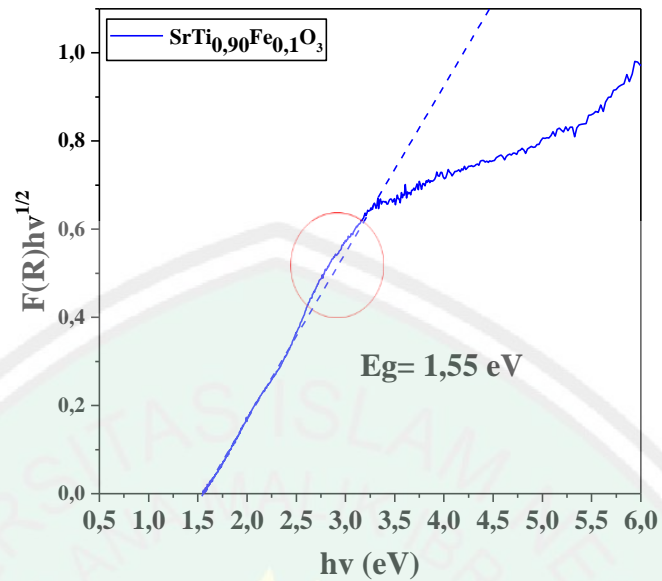
Gambar L.7.1 Spektra DRS hubungan antara $(F(R)h\nu^{1/2})$ dengan energi (eV) senyawa SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x=0)

L.7.2 SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0,05)



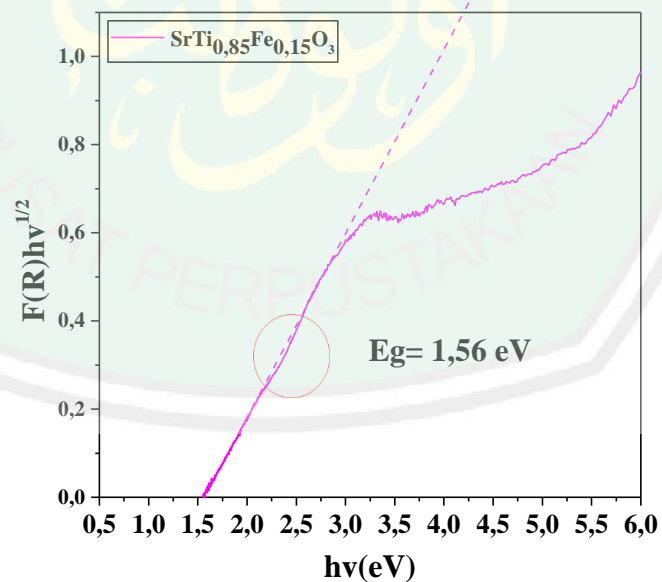
Gambar L.7.2 Spektra DRS hubungan antara $(F(R)h\nu^{1/2})$ dengan energi (eV) senyawa SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x=0,05)

L.7.3 $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,1$)

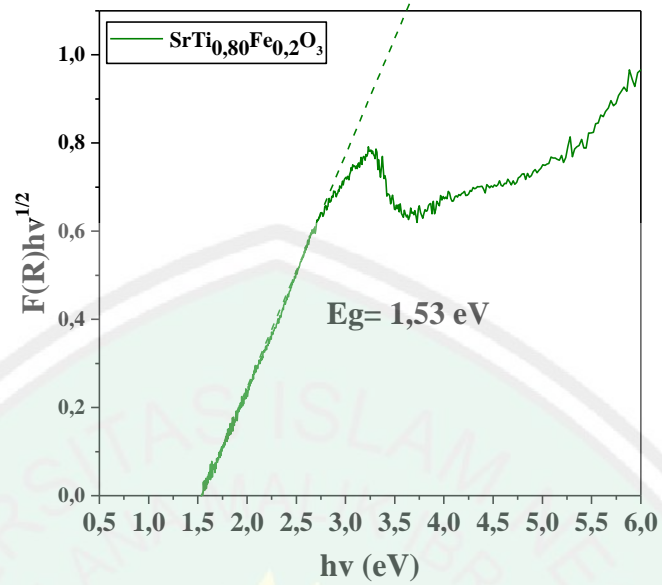


Gambar L.7.3 Spektra DRS hubungan antara $(F(R)hv^{1/2})$ dengan energi (eV) senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,1$)

L.7.4 $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,15$)

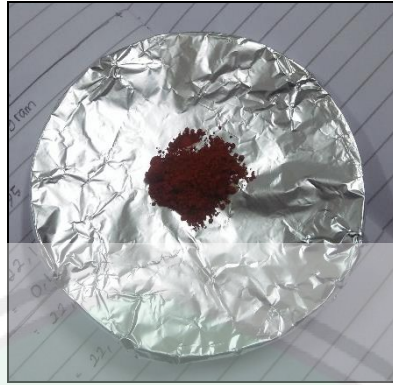


Gambar L.7.4 Spektra DRS hubungan antara $(F(R)hv^{1/2})$ dengan energi (eV) senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,15$)

L.7.5 SrTi_{1-x}Fe_xO₃ (x= 0,2)

Gambar L.7.5 Spektra DRS hubungan antara $(F(R)hv)^{1/2}$ dengan energi (eV) senyawa $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0,2$)

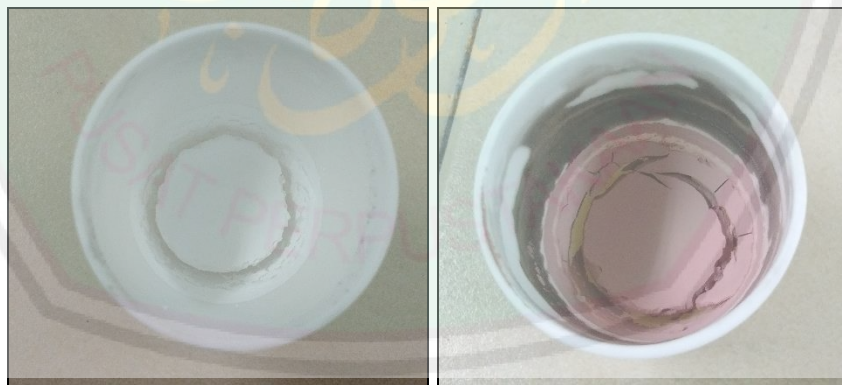
Lampiran 8. Dokumentasi Penelitian



Gambar L.8.1 Proses penimbangan sampel.



Gambar L.8.2 Proses penggerusan sampel.



Gambar L.8.3 Sampel sebelum kalsinasi.



Gambar L.8.4 Sampel setelah kalsinasi.



Gambar L.8.5 Penyaringan sampel.



Gambar L.8.6 Sampel setelah penyaringan.