

**SINTESIS MATERIAL FOTOKATALIS  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) DENGAN METODE LELEHAN GARAM UNTUK DEGRADASI RHODAMIN B**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**FIKRI HAIKAL**  
**NIM. 16630021**



**PROGRAM STUDI KIMIA**  
**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI**  
**UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM**  
**MALANG**  
**2021**

**SINTESIS MATERIAL FOTOKATALIS  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) DENGAN METODE LELEHAN GARAM UNTUK DEGRADASI RHODAMIN B**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
FIKRI HAIKAL  
NIM. 16630021**

**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)**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2021**

**SINTESIS MATERIAL FOTOKATALIS  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) DENGAN METODE LELEHAN GARAM UNTUK DEGRADASI RHODAMIN B**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**FIKRI HAIKAL**  
NIM. 16630021

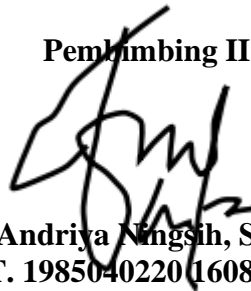
Telah diperiksa dan disetujui oleh:

**Pembimbing I**



**Dr. Anton Prasetyo**  
NIP. 19770925 200604 1 003

**Pembimbing II**



**Anita Andriya Ningsih, S.S., M.Pd**  
NIDT. 1985040220160801 2 087

**Mengetahui,**  
**Ketua Program Studi**




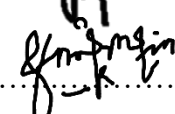

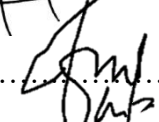
**Elok Kamilah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS MATERIAL FOTOKATALIS SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) DENGAN METODE LELEHAN GARAM UNTUK DEGRADASI RHODAMIN B**

**SKRIPSI**

**Oleh:**  
**FIKRI HAIKAL**  
**NIM. 16630021**

Telah dipertahankan di depan Dewan Penguji Skripsi dan dinyatakan diterima sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 27 Mei 2021

Sekretaris Penguji	: Eny Yulianty, M.Si NIP. 19760611200501 2 006	(.....  .....)
Anggota Penguji	: Anik Maunatin, M.P NIP. 19760105 20180201 2 248	(.....  .....)
Sekretaris Penguji	: Dr. Anton Prasetyo NIP. 19770925 200604 1 003	(.....  .....)
Anggota Penguji	: Anita Andriya Ningsih, S.S., M.Pd NIDT. 1985040220 160801 2 087	(.....  .....)

Mengesahkan,  
Ketua Program Studi Kimia  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

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

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Fikri Haikal

NIM : 16630021

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul : Sintesis Material Fotokatalis  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Dengan Metode Lelehan Garam Untuk Degradasi Rhodamin B

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

Yang membuat pernyataan

Melang, 27 Mei 2021



Fikri Haikal  
NIM. 16630021

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah penulisan skripsi ini telah tuntas. Puji syukur kupersembahkan kepada-Mu Ya Allah atas karunia ilmu yang telah Engkau berikan. Sholawat dan salam selalu terpanjat kepada kekasih-Mu, Rasulullah Saw.

Dengan ini penulis persembahkan karya tulis ini untuk orangtua penulis, Bapak Iswanto dan Ibu Siti Rondiyah dan adik Nafi Zakiya serta Lailatul Azkiya yang telah mendukung proses studi penulis dengan penuh harapan. Kepada Bapak Anton Prasetyo dan Ustadzah Anita Andriya Ningsih yang dengan sabar membimbing penulis, tak hanya dalam penulisan karya tulis ini tetapi juga sebagai pribadi yang lebih baik.

Kepada Bapak dan Ibu Dosen yang telah mencurahkan ilmu kepada penulis, serta Laboran dan *staff* program studi yang telah membantu proses penelitian dan pembelajaran penulis. Kepada Guru dan Ustadz penulis di Pesantren Nurul Huda Setrenan dan Pesantren Mahasiswa Al-Hikam Malang yang selalu membimbing penulis lahir dan batin.

Tak lupa kepada kepada teman Karbon dan Urwatul Wutsqo, khususnya Minnanul Aliyah dan Usman Ali Rouf yang telah mendukung materiil maupun moril kepada penulis. Penulis tentunya mempersembahkan karya ini untuk diri sendiri, terima kasih karena tidak menyerah.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT karena telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga skripsi yang berjudul “Sintesis Material Fotokatalis  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Dengan Metode Lelehan Garam Untuk Degradasi Rhodamin B” telah dapat diselesaikan oleh penulis.

Solawat dan salam senantiasa tercurah kepada junjungan besar Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing kita dari jaman *jahiliyah* ke jalan yang terang dan diridhai Allah SWT. Penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu dalam penulisan proposal skripsi ini, kepada:

1. Orangtua penulis, Iswanto dan Siti Rondiyah yang telah memberikan segalanya kepada penulis,
2. Saudariku, Nafi Zakiya dan Lailatul Azkiya yang menjadi motivasi penulis untuk menyelesaikan penulisan naskah ini,
3. Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang,
4. Dr. Sri Harini, M.Si selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang,
5. Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang,
6. Dr. Anton Prasetyo selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, serta nasehat kepada penulis,
7. Anita Andriya Ningsih, S.S., M.Pd sebagai dosen pembimbing yang telah memberi bimbingan dan arahan yang baik kepada penulis,

8. Seluruh warga Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, baik dari jajaran dosen, laboran, dan karyawan yang telah membagikan ilmu, pengetahuan, pengalaman, dan wawasannya kepada penulis.
9. Teman-teman “Keluarga Abah Anton Prasetyo”, “Carbon” Kimia 2016 khususnya kelas A, dan Santri Pesantren Mahasiswa Al-Hikam Malang yang telah menjadi teman berjuang dan sebagai motivasi agar meningkatkan kualitas diri.

Semoga segala bantuan Bapak/Ibu serta pihak lain kepada penulis dalam menyelesaikan proposal skripsi ini dibalas oleh Allah SWT dengan pahala dan ridha-Nya. Penulis menyadari dalam penulisan naskah ini masih banyak kekurangan dan keterbatasan, maka dari itu dengan segala kerendahan hati penulis mengharap kritik dan saran yang membangun. Semoga proposal skripsi ini dapat menjadi manfaat bagi banyak elemen masyarakat khususnya kepada pembaca.

Aamiin

Malang, 27 Mei 2021

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xiii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xiv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xv</b>
<b>مستخلص البحث</b> .....	<b>xvi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	6
1.3 Tujuan .....	7
1.4 Batasan Masalah .....	8
1.5 Manfaat .....	8
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Senyawa SrBi <sub>4</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub> .....	9
2.2 Fotokatalis .....	11
2.3 Senyawa Aurivillius Sebagai Material Fotokatalis .....	13
2.4 Sintesis Lelehan Garam .....	19
2.5 Sintesis Senyawa Aurivillius Dengan Menggunakan Metode Lelehan Garam .....	20
2.6 Pengaruh Morfologi Partikel Pada Aktivitas Fotokatalitik .....	24
2.7 Hikmah Sintesis SrBi <sub>4</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub> Terdoping La <sup>3+</sup> Dalam Perspektif Islam .....	28
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	31
3.2 Alat dan Bahan .....	31
3.2.1 Alat .....	31
3.2.2 Bahan .....	31
3.3 Rancangan Penelitian .....	31
3.4 Prosedur Kerja .....	33
3.4.1 Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal .....	33
3.4.2 Sintesis SrBi <sub>4-x</sub> La <sub>x</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) menggunakan metode lelehan garam .....	34
3.4.3 Karakterisasi Sampel Produk SrBi <sub>4-x</sub> La <sub>x</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) .....	34
3.4.3.1 Karakterisasi SrBi <sub>4-x</sub> La <sub>x</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) Menggunakan XRD .....	34

3.4.3.2	Karakterisasi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) Menggunakan SEM-EDS .....	34
3.4.3.3	Karakterisasi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) Menggunakan UV-Vis DRS .....	34
3.4.4	Uji Aktivitas Fotokatalitik $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) Terhadap Larutan Rhodamin B .....	35
3.4.4.1	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Rhodamin B .....	35
3.4.4.2	Pembuatan Kurva Standar Larutan Rhodamin B .....	35
3.4.4.3	Uji Kestabilan Larutan Rhodamin B .....	36
3.4.4.4	Pengujian Aktivitas Fotokatalitik $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05;$ $0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) Terhadap Larutan Rhodamin B .....	36
3.4.5	Analisis Data .....	36
3.4.5.1	Analisis Data XRD .....	36
3.4.5.2	Analisis Data SEM-EDS .....	37
3.4.5.3	Analisis Data UV-Vis DRS .....	37
3.4.5.4	Analisis Data Aktivitas Fotokatalitik .....	38

#### **BAB IV PEMBAHASAN**

4.1	Sintesis $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) Metode Lelehan Garam Campuran .....	39
4.2	Karakterisasi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X .....	40
4.3	Karakterisasi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive Spectroscopy</i> (SEM-EDS) .....	45
4.4	Karakterisasi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) Menggunakan <i>Ultraviolet Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (UV-Vis DRS) .....	49
4.5	Uji Aktivitas Fotokatalis $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) Terhadap Larutan Rhodamin B .....	51
4.5.1	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Rhodamin B .....	51
4.5.2	Pembuatan Kurva Standar Larutan Rhodamin B .....	52
4.5.3	Pengujian Aktivitas Fotokatalitik $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05;$ $0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) Terhadap Larutan Rhodamin B .....	53
4.5.3.1	Uji Kestabilan Larutan Rhodamin B .....	53
4.5.3.2	Uji Degradasi Larutan Rhodamin B menggunakan $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$ dan $0,20$ ) .....	54
4.6	Sintesis Fotokatalis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Terdoping $\text{La}^{3+}$ Dalam Perspektif Islam .....	56

#### **BAB V KESIMPULAN**

4.1	Kesimpulan .....	58
4.2	Saran .....	58

<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>59</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>65</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian.....	65
Lampiran 2	Diagram Alir .....	66
Lampiran 3	Perhitungan Dalam Sintesis Material .....	70
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi XRD .....	75
Lampiran 5	Hasil Rietveld <i>Refinement</i> .....	86
Lampiran 6	Mikrograf SEM.....	91
Lampiran 7	Hasil Karakterisasi SEM-EDS.....	93

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur senyawa Aurivillius lapis empat $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (Chang, dkk. 2014).....	9
Gambar 2.2	Difraktogram Aurivillius lapis empat $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (Nayak, dkk., 2014).....	10
Gambar 2.3	Mekanisme kerja semikonduktor sebagai fotokatalis (Desario & Gray 2012).....	12
Gambar 2.4	(a) Spektrum UV-DRS dan (b) spektrum fotoluminesens senyawa Aurivillius lapis empat $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (Nayak, dkk., 2014).....	13
Gambar 2.5	Hasil plot tauc senyawa $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$ (a) didoping $\text{Ce}^{3+}$ (Zhang, dkk., 2020) dan (b) didoping dengan $\text{Ho}^{3+}$ , $\text{Yb}^{3+}$ , dan $\text{Gd}^{3+}$ (Alemi, dkk., 2014); (c) $\text{Bi}_5\text{LaTi}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$ (Naresh & Mandal, 2015).....	15
Gambar 2.6	Spektra fotoluminesens (a) $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$ terdoping $\text{Ce}^{3+}$ (Dai, dkk. 2016); (b) $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$ terdoping La; F; dan La-F (Wang, dkk. 2016) dan (c) $\text{Bi}_{6-x}\text{La}_x\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$ ( $x = 0,1$ ) pada eksitasi 350 nm (Naresh&Mandal 2015).....	16
Gambar 2.7	Skema diagram fotodegradasi rhodamin b oleh $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$ terdoping $\text{La}^{3+}$ (Wang, dkk., 2016) .....	17
Gambar 2.8	Fotodegradasi rhodamin b oleh $\text{Bi}_{6-x}\text{La}_x\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$ ( $x = 0,1$ ) (Naresh & Mandal, 2015).....	18
Gambar 2.9	Proses terbentuknya partikel <i>plate-like</i> $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan sintesis lelehan garam (Zhao, dkk., 2014).....	20
Gambar 2.10	Difraktogram XRD senyawa Aurivillius $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ yang disintesis dengan metode lelehan garam (Chang, dkk., 2014).....	22
Gambar 2.11	Mikrograf senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ yang disintesis menggunakan garam (a) NaCl (b) $\text{Na}_2\text{SO}_4$ (c) KCl dan (d) $\text{K}_2\text{SO}_4$ (Chang, dkk., 2014).....	22
Gambar 2.12	Mikrograf $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ disintesis dengan rasio KCl:oksida (a) 0,50:1,00 (b) 0,75:1,00 dan (c) 1,50:1,00 (Chang, dkk., 2014).....	24
Gambar 2.13	Spektra UV-Vis DRS sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (He, dkk., 2014).....	25
Gambar 2.14	Mikrograf SEM senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (a) <i>solid-state reaction</i> dan metode lelehan garam pada $800^\circ\text{C}$ dengan rasio mol garam:senyawa (b) 4 (c) 8 (d) 16 (e) 32 (f) 40 (g) 50 dan (h) 60 (He, dkk., 2014).....	27
Gambar 2.15	Laju degradasi Rhodamin-B dengan sinar tampak pada pH = 5,3 (He, dkk., 2014).....	28
Gambar 4.1	Sampel $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dari kiri ke kanan ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$ dan $0,20$ ) sintesis metode lelehan garam campuran $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$ setelah pemanasan pada (a) suhu $750^\circ\text{C}$ dan (b) $850^\circ\text{C}$ .....	40
Gambar 4.2	Difraktogram $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ hasil sintesis metode lelehan garam campuran $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$ .....	42
Gambar 4.3	Plot hasil Rietveld <i>refinement</i> $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ .....	44
Gambar 4.4	Morfologi permukaan $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dan distribusi luas partikelnya .....	46

Gambar 4.5	Morfologi permukaan dan distribusi luas partikel sampel $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x =$ (a) 0,05; (b) 0,10; (c) 0,15 dan (d) 0,20) .....	47
Gambar 4.6	Plot persen reflektansi terhadap panjang gelombang pada sampel $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$ dan $0,20$ ).....	50
Gambar 4.7	Plot Tauc $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ hasil sintesis metode lelehan garam campuran $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$ .....	50
Gambar 4.8	Spektrum UV-Vis larutan Rhodamin B .....	52
Gambar 4.9	Spektra dan kurva baku standar untuk larutan sampel rhodamin b.....	53
Gambar 4.10	Spektra absorbansi larutan rhodamin b (a) keadaan gelap dan (b) di bawah radiasi sinar uv dalam rentang waktu 60 menit .....	54
Gambar 4.11	Grafik degradasi larutan sampel rhodamin b selama 60 menit waktu reaksi.....	56

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Nilai energi celah pita dan BET <i>surface area</i> $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ .....	25
Tabel 3.1	Massa prekursor hasil perhitungan .....	33
Tabel 4.1	Data kristalografi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ hasil sintesis metode lelehan garam campuran $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$ .....	43
Tabel 4.2	Data kristalografi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ hasil sintesis metode lelehan garam campuran $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$ .....	44
Tabel 4.3	Data pengotor $\text{SrTiO}_3$ dari sampel $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ hasil sintesis metode lelehan garam campuran $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$ .....	45
Tabel 4.4	Data persentase massa atom dari sampel $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ hasil sintesis metode lelehan garam campuran $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$ .....	49
Tabel 4.5	Nilai energi celah pita $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ hasil sintesis metode lelehan garam campuran $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$ .....	51
Tabel 4.6	Persentase degradasi larutan rhodamin b oleh $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dalam waktu 30 dan 60 menit.....	55

## ABSTRAK

Haikal, Fikri. 2021. **Sintesis Material Fotokatalis SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) Dengan Metode Lelehan Garam Untuk Degradasi Rhodamin B**. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo; Pembimbing II: Anita Andriya Ningsih, S.S., M.Pd.

---

**Kata kunci:** SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20), dopan La, metode lelehan garam, fotokatalis

SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> adalah senyawa Aurivillius lapis empat yang dilaporkan memiliki potensi yang tinggi sebagai material piezoelektrik, feroelektrik, dan fotokatalis. Aktivitas rekombinasi yang dilaporkan untuk SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> menyebabkan sifatnya yang kurang menguntungkan sebagai fotokatalis. Salah satu strategi untuk mengatasinya adalah dengan memanfaatkan logam tanah jarang sebagai dopan. Dalam Penelitian ini disintesis SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> terdoping La<sup>3+</sup> (SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20)) melalui metode lelehan garam campuran Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan kemudian dikarakterisasi menggunakan (a) teknik difraksi sinar-X (XRD), (b) *scanning electron microscope energy-dispersive spectroscopy* (SEM-EDS) dan (c) *Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectrophotometer* (UV-Vis DRS). Sampel hasil sintesis kemudian diuji aktivitas fotokatalitiknya untuk degradasi larutan rhodamin b. Data difraktogram SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> menunjukkan terbentuknya fasa tunggal, sedang untuk SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) menunjukkan adanya fasa pengotor SrTiO<sub>3</sub>. Data mikrograf menunjukkan bahwa morfologi partikel adalah *plate-like* pada semua sampel dan ditemukan aglomerasi yang meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah dopan. Spektra UV-Vis DRS menunjukkan bahwa sampel SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) dapat bekerja pada rentang sinar tampak dengan energi celah pita pada rentang 2,97-3,06 eV. Degradasi larutan rhodamin b (~3,8 ppm) menunjukkan bahwa sampel SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> memiliki aktivitas paling tinggi yaitu 29,77% dalam waktu 60 menit.

## ABSTRACT

Haikal, Fikri. 2021. **Molten Salt Synthesis of Photocatalyst Material  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ and } 0,20$ ) For Rhodamine B Degradation.** Undergraduate Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. 1<sup>st</sup> Advisor: Dr. Anton Prasetyo; 2<sup>nd</sup> Advisor: Anita Andriya Ningsih, S.S., M.Pd.

---

**Keywords:**  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ and } 0,20$ ),  $\text{La}^{3+}$  dopant, molten salts method, photocatalyst

$\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  is a four-layered Aurivillius compound that has been reported to have a high potential to be a photocatalyst due its low band-gap energy, however it has drawbacks because it's also has high recombination rate. Incorporation of rare-earth metal into Aurivillius oxide can lower both its band-gap energy and recombination rate, thus increasing its potential as photocatalyst.  $\text{La}^{3+}$  ion modification into  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  was investigated for its application as photocatalyst.  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0, 0.05, 0.10, 0.15,$  and  $0.20$ ) were being synthesized using molten salts method with  $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$  flux. The samples were characterized using (a) X-Ray Diffraction (XRD), (b) Scanning Electron Microscope Energy-Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS) and (c) Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectrophotometer (UV-Vis DRS). XRD results indicated that single phase material was successfully obtained for  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ , secondary phase  $\text{SrTiO}_3$  was detected in  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0.05, 0.10, 0.15,$  and  $0.20$ ) samples. Platelike particle was observed from SEM images in all samples as characteristic of four-layered Aurivillius oxide, however aggregate was found and became denser as the number of  $\text{La}^{3+}$  increases. UV-Vis DRS data showed that  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0, 0.05, 0.10, 0.15,$  and  $0.20$ ) band-gap energy ranged from 2.97–3.06 eV, these results suggested that  $\text{La}^{3+}$  didn't affects the band-gap energy of  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0, 0.05, 0.10, 0.15,$  and  $0.20$ ). Its photocatalytic activity was evaluated by degradation of rhodamine-b (~3.8 ppm). The results showed that 29.77% solution was degraded by the single-phase sample after 60 minutes reaction.

## مستخلص البحث

هيكلي، فكري. توليف مواد الحفاز الضوئي  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$ ) بطريقة نوبان الملح. أطروحة جامعية. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة الإسلاميه الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالنج. المشرف الأول: الدكتور. انتون فراسيتيو. المشرف الثاني: انيتا اندريا نيعسيه، الماجستير .

الكلمات الدالة:  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$ )، منشط  $\text{La}^{3+}$ ، ملح مذاب، محفز ضوئي

$\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  هو Aurivillius رباعي الطبقات تم الإبلاغ عن أنه يتمتع بإمكانية عالية ليكون محفزًا ضوئيًا نظرًا لطاقة فجوة النطاق المنخفضة، لكن له عيوب لأنه يحتوي أيضًا على معدل إعادة تركيب مرتفع. تم الإبلاغ عن دمج معدن الأرض النادرة في أكسيد Aurivillius لخفض طاقة فجوة النطاق ومعدل إعادة التركيب ، وبالتالي زيادة إمكاناته كمحفز ضوئي. تم فحص  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  المعدل الأيوني  $\text{La}^{3+}$  لتطبيقه كمحفز ضوئي. قد تم تصنيع  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$ ) باستخدام طريقة الأملاح المنصهرة مع تدفق  $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$ . تم تميزت العينات باستخدام حيود الأشعة السينية (XRD)، و مسح المجهر الإلكتروني (SEM)، و مقياس طيف الانعكاس المنتشر المرئي فوق البنفسجي (UV-Vis DRS). أشارت نتائج XRD إلى أنه تم الحصول على مادة أحادية الطور بنجاح لـ  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ، للأسف تم الكشف عن المرحلة الثانوية  $\text{SrTiO}_3$  في جميع العينات الأخرى. لوحظ وجود جسيم شبيه بالصفائح من صور SEM في جميع العينات كخاصية لأكسيد Aurivillius رباعي الطبقات، ومع ذلك ، تم العثور على الركام وأصبح أكثر كثافة مع زيادة عدد  $\text{La}^{3+}$ . أظهرت بيانات UV-Vis DRS أن طاقة فجوة النطاق ( $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$ ) تتراوح بين 2,97 – 3,06 eV ، وتشير هذه النتائج إلى أن  $\text{La}^{3+}$  لم يؤثر بشكل كبير على طاقة فجوة النطاق من ( $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$ ). للتحقيق في تطبيق العالم الحقيقي ، تم تقييم نشاط التحفيز الضوئي للمواد المحضرة عن طريق تحليل rhodamine-b. أظهرت النتائج أن المرحلة الواحدة  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  لديها أعلى رقم تحلل بنسبة 29,77% بعد ساعة من التفاعل.

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Aurivillius merupakan golongan senyawa yang tersusun atas lapis perovskite ( $A_{m-1}B_mO_{3m+1}$ )<sup>2-</sup> dan lapis bismuth ( $(Bi_2O_2)^{2+}$ ), dengan rumus umum [ $A_{m-1}B_mBi_2O_{3m+3}$ ]. Banyaknya lapis perovskite dalam Aurivillius ditunjukkan oleh nilai  $m$  yang merupakan bilangan bulat antara 1 sampai 5. Situs  $A$  ditempati oleh kation dengan jari-jari ionik yang besar seperti  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$ ,  $Th^{4+}$ , dan  $La^{3+}$ ; sebaliknya, situs  $B$  adalah kation bermuatan tinggi berukuran kecil seperti  $Ti^{4+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Ga^{3+}$ ,  $Mn^{4+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Nb^{5+}$ ,  $Mo^{6+}$ ,  $Ta^{5+}$ , dan  $W^{6+}$  (Zarubin, dkk., 2008).  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  dapat digolongkan sebagai senyawa berfasa Aurivillius lapis empat dan dilaporkan memiliki struktur ortorombik dengan grup ruang  $A2_1am$  (Nayak, dkk., 2014).  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  dapat dimanfaatkan sebagai material pembuat *ferroelectric random-access memory* (FeRAM) atau fotokatalis (Sun, dkk., 2019; Tu, dkk., 2019). Banyak pihak telah melaporkan potensi senyawa fasa Aurivillius sebagai material fotokatalis yang dapat dimanfaatkan sebagai pendegradasi limbah organik, produksi gas  $H_2$  dalam *water splitting*, reduksi gas  $CO_2$ , serta sebagai fotoinaktivasi bakteri (Xie, dkk., 2013; Dai, dkk., 2016; Yin, dkk., 2018; Tu, dkk., 2019).

$SrBi_4Ti_4O_{15}$  dilaporkan memiliki energi celah pita sebesar 2,93–3,01 eV sebagai fotokatalis (Xie, dkk., 2013; Nayak, dkk., 2014), hal ini menandakan bahwa  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  dapat bekerja optimum pada panjang gelombang antara 411 – 423 nm berdekatan dengan rentang sinar ultraviolet, menyebabkan  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  kurang efisien bekerja pada sinar tampak.  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  juga menghasilkan emisi merah pada uji fotoluminesens, yang menunjukkan adanya rekombinasi elektron ( $e^-$ ) dan *hole* ( $h^+$ ) pada  $SrBi_4Ti_4O_{15}$ . Adanya proses rekombinasi yang cepat pada

SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> menyebabkan berkurangnya *hole* dan elektron dalam sistem yang dibutuhkan dalam reaksi fotokatalis sehingga kinerja aktivitas fotokatalis menurun. Beberapa teknik telah dilakukan untuk menurunkan laju rekombinan material fotokatalis, antara lain melakukan *annealing* pada suhu tertentu, pendopongan kation atau anion, mengurangi luas permukaan partikel, serta membuat *p-n heterojunction* dengan material lain (Wang, dkk., 2016; Das, dkk., 2019; Tu, dkk., 2019; Razavi-Khosroshahi, dkk., 2020)

Pemanfaatan sumber daya alam berupa bahan-bahan kimia yang tersedia di alam sebagai fotokatalis merupakan upaya yang baik, namun mengingat laju konsumsi yang sangat tinggi, khususnya dalam penambangan untuk bahan kimia yang tidak sebanding dengan laju terbaharukannya maka terdapat ancaman akan “kelangkaan” (Jowitt, dkk., 2020). Dalam penelitian lain diproyeksikan bahwa setidaknya ada delapan jenis logam yang ‘defisit’ sebelum tahun 2050 karena konsumsi berlebihan ini (Moreau, dkk., 2019). Hal ini telah difirmankan oleh Allah SWT dalam QS. al-An’am (6):141:

وَهُوَ الَّذِي أَنشَأَ جَنَّاتٍ مَّعْرُوشَاتٍ وَعَيْرٍ مَّعْرُوشَاتٍ وَالنَّخْلَ وَالزَّرْعَ مُخْتَلِفًا أَكْلُهُ وَالزَّيْتُونَ وَالرُّمَّانَ  
مُتَشَابِهًا وَعَيْرٍ مُتَشَابِهٍ ۚ كُلُوا مِنْ ثَمَرِهِ إِذَا أَثْمَرَ وَآتُوا حَقَّهُ يَوْمَ حَصَادِهِ ۗ وَلَا تُسْرِفُوا ۚ إِنَّهُ لَا يُحِبُّ  
الْمُسْرِفِينَ ﴿١٤١﴾

*Artinya: “Dan Dialah yang menjadikan kebun-kebun yang berjunjung dan yang tidak berjunjung, pohon korma, tanam-tanaman yang bermacam-macam buahnya, zaitun dan delima yang serupa (bentuk dan warnanya) dan tidak sama (rasanya). Makanlah dari buahnya (yang bermacam-macam itu) bila dia berbuah, dan tunaikanlah haknya di hari memetik hasilnya (dengan disedekahkan kepada fakir miskin); dan janganlah kamu berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang yang berlebih-lebihan” (QS. al-An’am/6:141)*

Menurut Wahbah (2009) dalam Tafsir al-Munir dijelaskan bahwa dalam ayat ini terdapat penegasan bahwa manusia tidak boleh bertindak berlebih-lebihan dalam hal apapun, khususnya dalam konsumsi tanaman yang dalam hal ini dapat kita samakan dengan konsumsi bahan alam untuk sintesis. Shihab (2002) dalam Tafsir al-Mishbah menjelaskan bahwa dalam ayat ini maknanya adalah izin dalam mengonsumsi, bukan anjuran apalagi kewajiban. Meskipun secara *dzahir* arti berlebih-lebihan di sini adalah konsumsi buah-buahan dan tanaman oleh manusia, Amin (2016) menyatakan bahwa ayat ini juga dapat disamakan pada konsumsi pada pengelolaan sumber daya alam secara umum, karena pada dasarnya kita memang diperintah sebagai khalifah dan diperbolehkan menggunakan sumber daya yang tersedia, namun perlu dicatat bahwa banyak sumber alam yang kini tersedia bersifat tidak dapat diperbaharui sehingga perlu digunakan dengan bijak.

Peningkatan karakter fotokatalitik dari suatu fotokatalis merupakan usaha yang dilakukan untuk menjadikan material menjadi lebih reaktif dan efisien apabila digunakan dalam suatu reaksi kimia. Dengan tujuan memaksimalkan hasil yang akan diperoleh dengan menggunakan kuantitas barang yang sama atau bahkan lebih sedikit. Hal ini tentunya akan sesuai dengan kutipan ayat di atas.

Pendopingan senyawa Aurivillius dengan unsur tanah jarang dapat menurunkan laju rekombinasi elektron dan *hole*, serta meningkatkan aktivitas fotokatalis dari senyawa Aurivillius (Dai, dkk., 2016; Wang, dkk., 2016; Zhang, dkk., 2020). Hal ini karena substitusi logam tanah jarang pada kation-A senyawa fasa Aurivillius menghasilkan densitas elektron pada ikatan *B-O* menjadi lebih kecil karena perbedaan ukuran kation-A, di mana semakin besar ukurannya akan meningkatkan kesterikan kation-A dan ke-elektronegatifannya (Hur, dkk., 2006;

Jia, dkk., 2009; Naresh, dkk., 2018). Dai, dkk. (2016) dan Zhang, dkk. (2020) melaporkan bahwa  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  terdoping  $\text{Ce}^{3+}$  menunjukkan bahwa intensitas spektrum fotoluminesens menjadi turun mengindikasikan bahwa laju rekombinasi menjadi lebih rendah, Wang, dkk. (2016) juga melaporkan bahwa dopan  $\text{La}^{3+}$  dalam  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  dapat menurunkan laju rekombinasinya. Selain laju rekombinan, pendopongan Aurivillius dengan unsur tanah jarang juga menurunkan nilai energi celah pita (Zhang, dkk., 2020). Senyawa Aurivillius  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  yang didoping dengan  $\text{Ce}^{3+}$  dilaporkan mengalami penurunan nilai energi celah pita, Zhang, dkk. (2020) melaporkan  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  murni memiliki energi celah pita ( $E_g$ ) = 2,22 eV, dan setelah didoping  $\text{Ce}^{3+}$  sebanyak 0,5 mol menjadi 2,17 eV. Pendopongan  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  dengan  $\text{Gd}^{3+}$ ,  $\text{Ho}^{3+}$ , dan  $\text{Yb}^{3+}$  dengan konsentrasi yang sama juga menurunkan nilai  $E_g$   $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  dari yang semula 2,53 eV menjadi masing-masing 2,49; 2,43; dan 2,36 eV (Alemi, dkk., 2014).

Morfologi partikel memiliki peran penting dalam material fotokatalis (He, dkk., 2014; Yin, dkk., 2018; Xie, dkk., 2019). He, dkk. (2014) melaporkan bahwa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  yang morfologi partikelnya berukuran paling kecil memiliki kemampuan untuk mendegradasi rhodamin b yang paling besar. Yin, dkk. (2018) menunjukkan bahwa  $\text{Bi}_3\text{Fe}_{0,5}\text{Nb}_{1,5}\text{O}_9$  yang disintesis dengan metode hidrotermal menghasilkan morfologi partikel yang seragam dibanding dengan metode keadaan padat, sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalis untuk mengurai rhodamin b. Beberapa metode yang dilaporkan dapat menghasilkan partikel dengan morfologi yang unik dan menguntungkan sebagai fotokatalis antara lain ialah hidrotermal dan lelehan garam (He, dkk., 2014; Yin, dkk., 2018). Metode reaksi padatan biasanya menghasilkan senyawa yang memiliki bentuk dan ukuran yang tidak seragam,

sedang untuk metode sol-gel menghasilkan hasil partikel yang teraglomerasi meskipun telah dikombinasi dengan teknik sonikasi (Chu, dkk., 2005; Xu, dkk., 2008; He, dkk., 2014).

Metode lelehan garam memanfaatkan campuran lelehan garam sebagai medium reaksi, metode ini memiliki beberapa kelebihan dibanding metode lainnya antara lain merupakan salah satu metode yang paling sederhana, membutuhkan suhu yang lebih rendah dari metode reaksi padatan, dan hasilnya memiliki morfologi partikel yang seragam (Chang, dkk., 2014; He, dkk., 2014; Moure, 2018). He, dkk. (2014) melaporkan bahwa sintesis metode lelehan campuran garam dapat mempercepat waktu sintesis, menurunkan suhu sintesis, serta meningkatkan aktivitas fotokatalis  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  karena morfologi yang dihasilkan berupa pelat tipis berukuran kecil dan seragam. Chang, dkk. (2014) telah membuktikan bahwa hasil sintesis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan metode lelehan garam menggunakan garam KCl 1,5:1 menghasilkan morfologi partikel seperti plat yang berukuran kecil dan seragam, dibandingkan dengan  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  hasil sintesis dengan metode reaksi padatan.

Rhodamin B merupakan zat yang digunakan sebagai pewarna dalam industri tekstil, serta pewarna fluoresens dalam ilmu biologi. Rhodamin B merupakan limbah yang bersifat beracun dan karsinogenik karena menghasilkan amina aromatis ketika didegradasi secara alami melalui proses anaerob (Naresh & Mandal, 2014). Rhodamin B telah digunakan untuk menginvestigasi kemampuan senyawa fasa Aurivillius sebagai fotokatalis (Alemi, dkk., 2014; Naresh & Mandal, 2014; Niu, dkk., 2020; Wang, dkk., 2021). Alemi, dkk (2014) melaporkan bahwa  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  memiliki kemampuan fotodegradasi rhodamin b sebesar 58,91% setelah 180 menit reaksi dan meningkat hingga 90,20% ketika didoping dengan ion  $\text{Gd}^{3+}$ .

Niu, dkk. (2020) mendapatkan bahwa 50% rhodamin b terdegradasi dengan bantuan material  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  dalam rentang waktu 50 menit reaksi. Aurivillius dengan nilai  $m$  yang tinggi seperti  $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$  dan  $\text{Ca}_2\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$  juga telah dilaporkan dapat mendegradasi rhodamin b masing-masing 99% per 60 menit dan 16% per 240 menit (Naresh & Mandal, 2014; Wang, dkk., 2021). Belum ada data yang melaporkan aktivitas fotokatalitik  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  untuk degradasi larutan rhodamin b.

Dari uraian di atas maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis material fotokatalis  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) melalui metoda lelehan campuran garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  (1:1) dan dilakukan uji untuk degradasi larutan rhodamin b. Produk yang didapatkan dilakukan uji karakterisasi dengan (a) teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur kisi kristal dan data kristalografi senyawa, (b) *scanning electron microscope energy-dispersive spectroscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi permukaan produk serta komposisinya, (c) *Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS) untuk mengetahui nilai energi celah pita, dan dilakukan pengujian untuk fotodegradasi larutan rhodamin b.

## 1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini antara lain adalah:

- a. Bagaimana struktur kristal  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15 \text{ dan } 0,20$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ ?
- b. Bagaimana morfologi partikel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15 \text{ dan } 0,20$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ ?

- c. Bagaimana energi celah pita  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ ?
- d. Bagaimana pengaruh struktur kristal, morfologi partikel, dan energi celah pita  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$  terhadap aktivitas fotokatalitiknya?

### 1.3 Tujuan

Adapun tujuan pada penelitian ini adalah:

- a. Untuk mengetahui struktur kristal  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ .
- b. Untuk mengetahui morfologi partikel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ .
- c. Untuk mengetahui energi celah pita  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ .
- d. Untuk mengetahui pengaruh struktur kristal, morfologi partikel, dan energi celah pita  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) yang disintesis dengan metode lelehan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$  terhadap aktivitas fotokatalitiknya.

#### 1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah:

- a. Jenis garam yang digunakan adalah campuran garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  (1:1) dengan perbandingan mol produk target terhadap mol fluks 1:7.
- b. Sintesis dilakukan selama 6 jam pada  $750^\circ\text{C}$ , dilanjutkan pada suhu  $850^\circ\text{C}$  selama 6 jam.

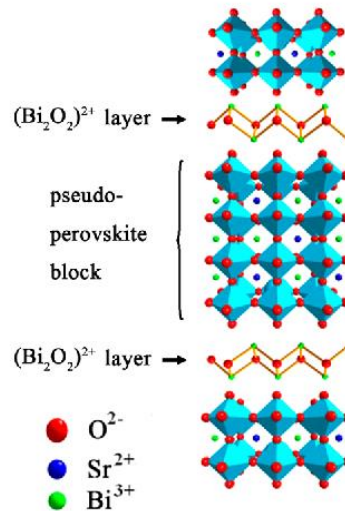
#### 1.5 Manfaat

Penelitian ini dapat memberikan gambaran tentang potensi senyawa Aurivillius lapis empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  terdoping  $\text{La}^{3+}$  sebagai fotokatalis untuk menyelesaikan masalah limbah pewarna pada tahap awalnya, serta diharapkan dapat menjadi rujukan untuk penelitian selanjutnya.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$

$\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  merupakan anggota dari senyawa berfasa Aurivillius lapis empat yang tersusun dari lapis bismuth  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$  dan lapis *pseudo*-perovskite  $(\text{SrBi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{13})^{2-}$  yang tersusun secara bergantian sepanjang sumbu *c*.  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  memiliki pemanfaatan yang luas antara lain sebagai semikonduktor, material *ferroelectric random-access memory* (FeRAM), piezoelektrik, hingga sebagai fotokatalis (Xie, dkk., 2013; Sun, dkk., 2019; Tu, dkk., 2019). Struktur senyawa Aurivillius lapis empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ditampilkan pada Gambar 2.1.

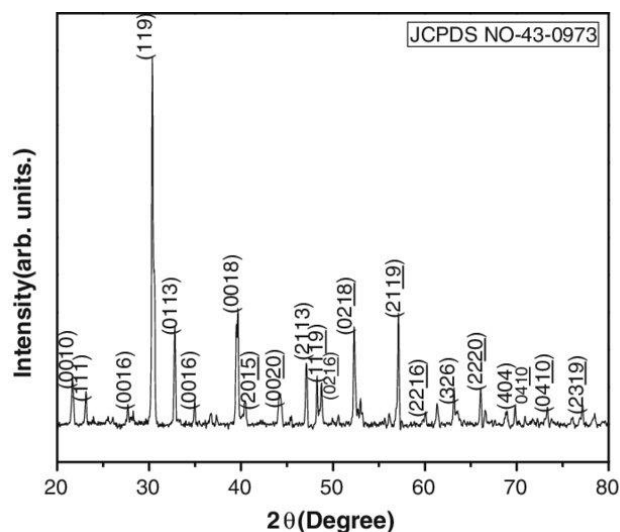


Gambar 2.1 Struktur senyawa Aurivillius lapis empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (Chang, dkk., 2014)

Lapis bismuth  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$  pada  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  tersusun dari kation  $\text{Bi}^{3+}$  yang terletak di bagian atas dan bawah jaringan segi empat oksigen, sehingga terbentuk  $\text{BiO}_4$ . Kation A yang terdiri dari satu kation  $\text{Sr}^{2+}$  dan dua kation  $\text{Bi}^{3+}$  terletak pada

pusat kubus yang secara acak tersebar pada lapis perovskite ( $\text{SrBi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{13}$ )<sup>2-</sup> di mana mereka akan membentuk kubooktahedron dengan melakukan koordinasi bersama dengan 12 anion hidrogen, sedangkan  $\text{Ti}^{4+}$  sebagai kation *B* menempati sudut kubus dan berkoordinasi dengan enam anion oksigen (Kennedy, dkk., 2008).

Senyawa Aurivillius lapis empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dapat dianalisis secara kualitatif strukturnya menggunakan XRD. Metode ini memanfaatkan radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang pada rentang sinar-X yang ditembakkan ke arah sampel sehingga menyebabkan beberapa berkas sinar dihamburkan dengan bersesuaian dengan hukum Bragg (Chatterjee, 2001).  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  telah dilaporkan memiliki struktur ortorombik dengan grup ruang  $A2_1am$ . Adapun parameter kisi yang dimiliki oleh  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  adalah kisi  $a = 5,4303 \text{ \AA}$ ;  $b = 5,4430 \text{ \AA}$ ; dan  $c = 40,9705 \text{ \AA}$  dengan difraktogram yang disajikan pada Gambar 2.2 (Nayak, dkk., 2014).



Gambar 2.2 Difraktogram Aurivillius lapis empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (Nayak, dkk., 2014)

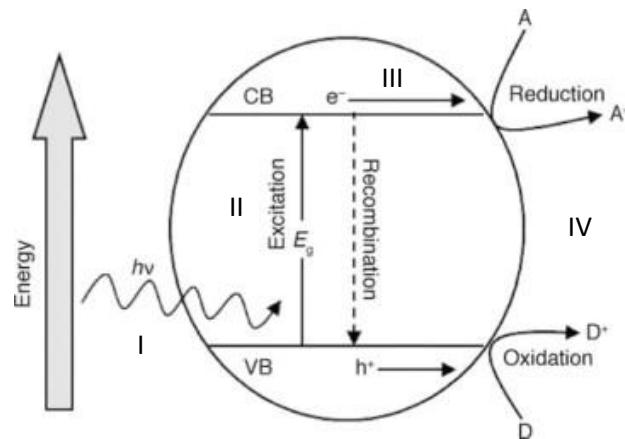
## 2.2 Fotokatalis

Istilah fotokatalisis kali pertama digunakan dalam ranah ilmiah pada tahun 1911 oleh Bruner & Kozak yang menjelaskan reaksi kimia dapat berjalan karena adanya cahaya. Riset mengenai fotokatalis dan penggunaannya khususnya untuk keperluan industri secara luas dilakukan setelah ditemukannya Honda-Fujishima's *effects* pada tahun 1972. Honda dan Fujishima (1972) melaporkan bahwa  $\text{TiO}_2$  yang dipaparkan cahaya dapat menyebabkan terjadinya peristiwa "*water splitting*" yaitu dekomposisi senyawa air menjadi gas hidrogen dan oksigen, reaksi tersebut dapat terjadi karena  $\text{TiO}_2$  dapat memanfaatkan energi dari cahaya untuk menjalankan reaksi redoks. Eksitasi  $\text{TiO}_2$  oleh cahaya diprediksi menghasilkan dua spesi yaitu elektron ( $e^-$ ) dan proton ( $p^+$ ), yang kemudian lebih umum disebut *hole* ( $h^+$ ), dua spesi tersebut yang kemudian berperan dalam reaksi redoks *water splitting* (Fujishima & Honda, 1972).

Mekanisme fotokatalis dapat dibagi menjadi empat tahapan besar yaitu (Desario & Gray, 2012):

- I) Penyerapan foton dari cahaya,
- II) Tereksitasinya elektron dari pita valensi (VB) ke pita konduksi (CB) sehingga terbentuk pasangan elektron-*hole* ( $e^-$  dan  $h^+$ ),
- III) Proses transfer elektron-*hole* ke permukaan,
- IV) Pemanfaatan muatan pada permukaan untuk reaksi redaksi-oksidasi.

Lebih jelas mekanisme terjadinya reaksi fotokatalisis diilustrasikan pada Gambar 2.3.



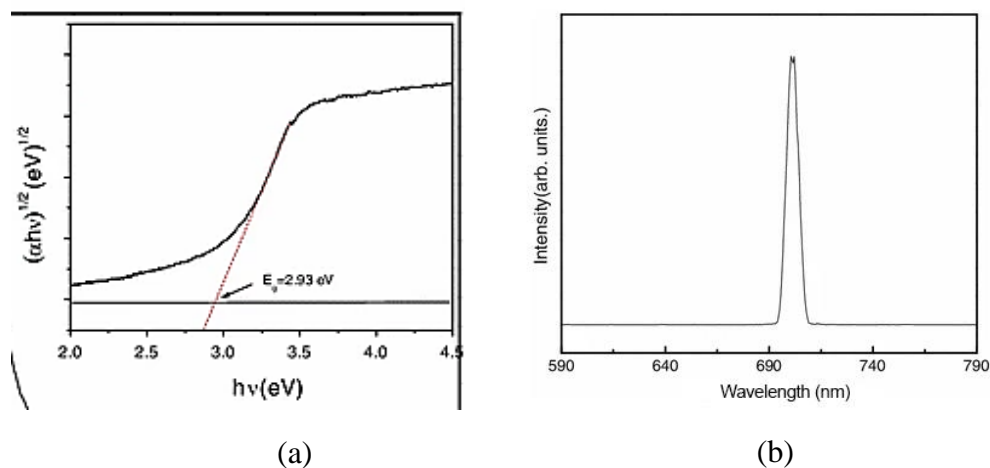
Gambar 2.3 Mekanisme kerja semikonduktor sebagai fotokatalis

Efisiensi kerja fotokatalis dipengaruhi oleh tiga faktor utama yaitu (1) kemampuan untuk absorpsi foton dari gelombang elektromagnetik; (2) laju rekombinasi; dan (3) besar energi celah pita ( $E_g$ ) yang dimiliki (Lewis, 2001). Besaran panjang gelombang yang dapat diserap untuk membentuk pasangan elektron ( $e^-$ ) dan *hole* ( $h^+$ ) ditentukan oleh besaran energi celah pita yang dimiliki oleh semikonduktor, yang mana merupakan jarak antara pita valensi dan pita konduksi.

Selain proses transfer transfer pasangan elektron-*hole* ( $e^-$  dan  $h^+$ ) ke permukaan fotokatalis juga terdapat kemungkinan terjadinya rekombinasi, yaitu kembalinya  $e^-$  dari CB ke VB sehingga pasangan elektron-*hole* hilang, menyebabkan berhentinya proses reaksi fotokatalisis (Desario & Gray, 2012). *Hole* ( $h^+$ ) dan elektron ( $e^-$ ) masing-masing sebagai oksidator yang kuat dan reduktor yang bagus berperan penting dalam reaksi fotokatalisis, sehingga rekombinasi yang menghilangkan keduanya harus diminimalisir (Hoffmann, dkk., 1995).

### 2.3 Senyawa Aurivillius Sebagai Material Fotokatalis

Senyawa Aurivillius lapis empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  memiliki potensi untuk menjadi material fotokatalis karena selain bersifat sebagai semikonduktor serta adanya ruang antar lapis bismuth dan perovskite yang dapat berperan sebagai situs aktif reaksi berlangsung (Moure, 2018). Investigasi  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  sebagai material fotokatalis telah dilakukan oleh Nayak, dkk. (2014). Ia melakukan sintesis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan metode reaksi keadaan padatan yang kemudian didapatkan data spektrum UV-DRS dan fotoluminesens yang ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 (a) Spektrum DRS dan (b) spektrum fotoluminesens senyawa Aurivillius lapis empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (Nayak, dkk., 2014)

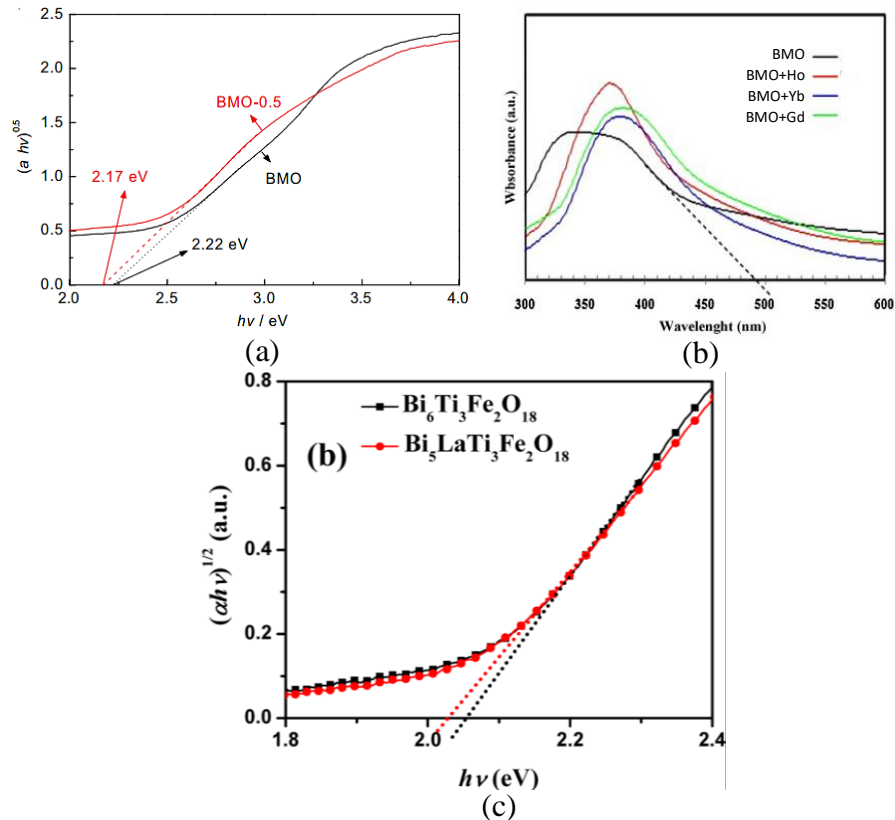
Nayak, dkk. (2017) melaporkan bahwa energi celah pita  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  adalah 2,93 eV. *Plotting* fungsi Kubelka-Munk yang ditampilkan pada Gambar 2.4 (a) dan dapat bekerja pada sinar dengan panjang gelombang 411 nm. Dilakukan uji fotoluminesens dengan energi eksitasi sebesar 3,54 eV (350 nm) yang hasilnya ditunjukkan oleh Gambar 2.4 (b) di mana teramati puncak spektra fotoluminesens

pada kisaran panjang gelombang 700 nm. Puncak tersebut muncul karena adanya rekombinasi pasangan elektron ( $e^-$ ) dan *hole* ( $h^+$ ) yang dapat mengurangi aktivitas  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  sebagai fotokatalis.

Kesimpulannya  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  memiliki potensi sebagai fotokatalis yang bagus namun karakter yang dimiliki  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  masih dapat ditingkatkan lagi. Beberapa upaya telah dilaporkan dapat meningkatkan efisiensi  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  sebagai fotokatalis dengan menurunkan laju rekombinasi material, menggeser nilai energi celah pita ke angka yang lebih kecil, serta memodifikasi morfologi partikel  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . Hal tersebut dapat dicapai antara lain dengan pemanasan material pada suhu tertentu, pendopinan kation atau anion, serta menggunakan sintesis dengan metode yang berbeda (Wang, dkk., 2016; Das, dkk., 2019; Tu, dkk., 2019; Razavi-Khosroshahi, dkk., 2020)

Penambahan doping tanah jarang pada senyawa Aurivillius telah dilaporkan dapat menggeser energi celah pita menjadi lebih kecil, sehingga dapat bekerja pada panjang gelombang yang lebih besar. Ditunjukkan oleh Gambar 2.5 (a) bahwa  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  yang telah disintesis oleh Zhang, dkk. (2020) mengalami pergeseran nilai energi celah pita dari semula 2,22 eV menjadi 2,17 eV setelah dilakukan doping dengan  $\text{Ce}^{3+}$  sebanyak 0,5 mol tiap 1 mol  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$ . Hasil serupa juga didapatkan oleh Alemi, dkk. (2014) pada Gambar 2.5 (b) di mana  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  yang didoping dengan  $\text{Gd}^{3+}$ ,  $\text{Ho}^{3+}$ , dan  $\text{Yb}^{3+}$  masing-masing 0,5 mol mengalami penurunan nilai energi celah pita dari semula 2,53 eV menjadi masing-masing 2,49 eV; 2,43 eV; dan 2,36 eV. Senyawa Aurivillius lapis lima  $\text{Bi}_6\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  juga dilaporkan mengalami penurunan energi celah pita saat didoping dengan  $\text{La}^{3+}$  menjadi  $\text{Bi}_5\text{LaTi}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  (Naresh & Mandal, 2015). *Plotting* Kubelka-Munk

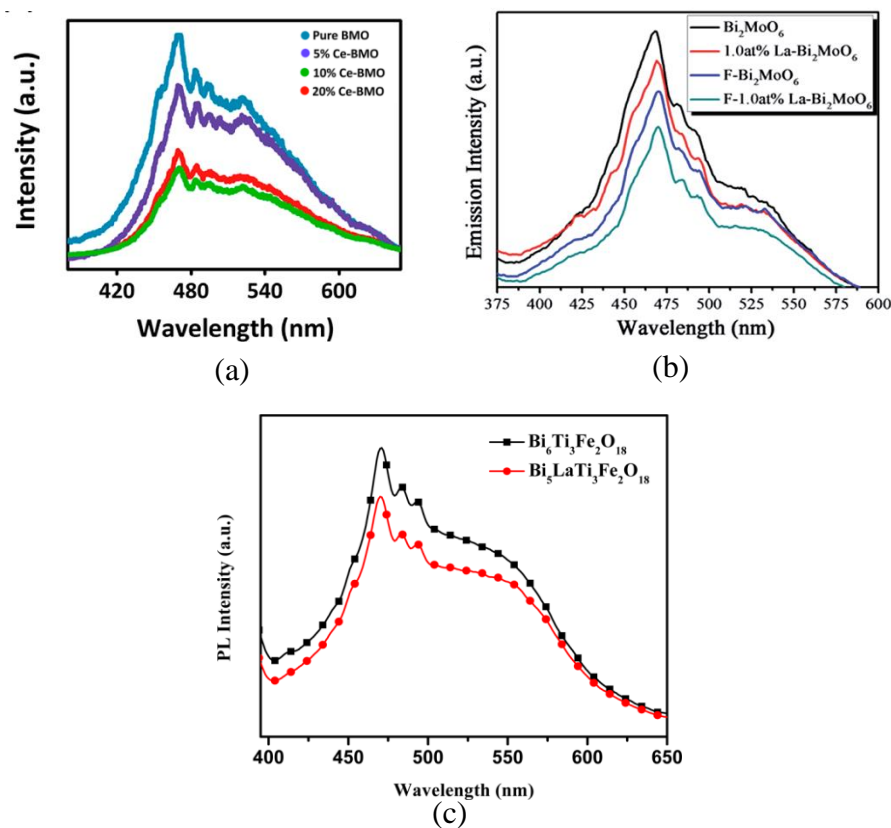
$\text{Bi}_6\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  dan  $\text{Bi}_5\text{LaTi}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  ditunjukkan pada Gambar 2.5 (c) menunjukkan bahwa doping  $\text{La}^{3+}$  dapat menurunkan energi celah pita dari 2,05 menjadi 2,02 eV.



Gambar 2.5 Hasil plot tauc senyawa  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  (a) didoping  $\text{Ce}^{3+}$  (Zhang, dkk., 2020) dan (b) didoping dengan  $\text{Ho}^{3+}$ ,  $\text{Yb}^{3+}$ , dan  $\text{Gd}^{3+}$  (Alemi, dkk., 2014); (c)  $\text{Bi}_5\text{LaTi}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  (Naresh & Mandal, 2015)

Pendopingan juga dapat menurunkan laju rekombinan dari senyawa Aurivillius. Penurunan emisi fotoluminesens teramati oleh Naresh & Mandal (2015), Dai, dkk. (2016) dan Wang, dkk. (2016) yang ditampilkan pada Gambar 2.6. Dai, dkk. (2016) melaporkan bahwa  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  mengalami penurunan laju rekombinan seiring ditambahkan doping  $\text{Ce}^{3+}$ . Hal tersebut diperlihatkan dengan turunnya intensitas fotoluminesens  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  pada Gambar 2.6 (a) dengan emisi

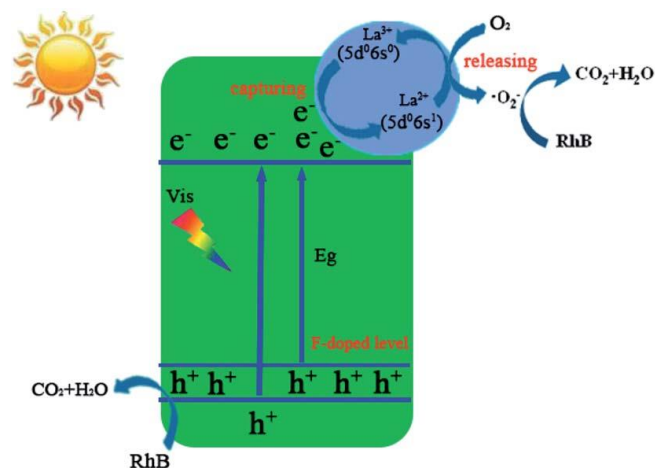
terendah didapat dengan komposisi  $\text{Ce}^{3+}$  sebanyak 10%. Peristiwa serupa juga dilaporkan oleh Wang, dkk. (2016) pada gambar 2.6 (b) di mana laju rekombinan  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  secara optimum ketika dilakukan doping dengan La-F dengan komposisi 1%. Tak hanya  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$ ,  $\text{Bi}_6\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  juga mengalami penurunan intensitas fotoluminesens setelah dilakukan doping dengan  $\text{La}^{3+}$  menjadi  $\text{Bi}_5\text{LaTi}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$ .



Gambar 2.6 Spektra fotoluminesens (a)  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  terdoping  $\text{Ce}^{3+}$  (Dai, dkk., 2016); (b)  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  terdoping La; F; dan La-F (Wang, dkk., 2016) dan (c)  $\text{Bi}_{6-x}\text{La}_x\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  ( $x = 0,1$ ) pada eksitasi 350 nm (Naresh & Mandal, 2015)

Beberapa pendekatan dilakukan untuk menjelaskan sebab turunnya laju rekombinasi dan energi celah pita karena pendopingan khususnya menggunakan  $\text{La}^{3+}$  pada senyawa Aurivillius. Hur, dkk. (2006) menjelaskan bahwa penyebab

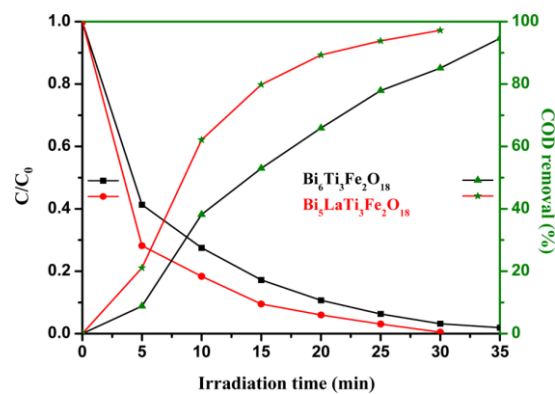
terjadinya fenomena tersebut adalah akibat dari perpanjangan dan pelemahan ikatan  $B-O$  karena adanya efek sterik dari ion pengganti pada situs  $A$  yang memiliki jari-jari yang lebih besar dari ion yang digantikan. Lebih lanjut melemahnya ikatan  $B-O$  menyebabkan energi *splitting* antara pita valensi dan pita konduksi jika dilihat dari pendekatan orbital molekul unit  $BO_6$ . Selain pengaruh sterik, Hur, dkk. (2006) juga mendeskripsikan adanya pengaruh efek induktif dari kation substitusi yang melemahkan ikatan ikatan  $B-O$  dengan menurunkan densitas elektron dari ikatan  $B-O$  di sekitarnya.



Gambar 2.7 Skema diagram fotodegradasi rhodamin b oleh  $Bi_2MoO_6$  terdoping  $La^{3+}$  (Wang, dkk., 2016)

Pendekatan lain dilakukan oleh Wang, dkk. (2016), di mana ia mengamati pengaruh doping  $La^{3+}$  pada  $Bi_2MoO_6$ . Dibuat beberapa perlakuan kontrol untuk mengetahui spesi aktif yang berperan dalam reaksi fotokatalisis, dan didapatkan bahwa radikal  $O_2^-$  dan *hole* ( $h^+$ ) memiliki peran penting dalam reaksi degradasi rhodamin b oleh  $Bi_2MoO_6$  terdoping  $La^{3+}$ . Lebih lanjut ia menjelaskan bahwa perlakuan doping  $La^{3+}$  dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik  $Bi_2MoO_6$  karena

$\text{La}^{3+}$  mensubstitusi kation A dalam hal ini  $\text{Bi}^{3+}$  menyebabkan munculnya cacat yang dapat menangkap elektron ( $e^-$ ) yang kemudian dapat digunakan untuk konversi  $\text{O}_2$  menjadi  $\bullet\text{O}_2^-$ . Proses yang melibatkan  $\text{La}^{3+}$  ini kemudian akan memperlambat laju rekombinasi pasangan elektron-hole sehingga secara tidak langsung akan meningkatkan pemisahan spesi elektron ( $e^-$ ) dan hole ( $h^+$ ) yang berperan penting dalam reaksi redoks fotokatalisis. Proses ini lebih jelas digambarkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.8 Fotodegradasi rhodamin b oleh  $\text{Bi}_{6-x}\text{La}_x\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  ( $x = 0,1$ ) (Naresh & Mandal, 2015)

Pendopingan  $\text{Bi}_6\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  dengan  $\text{La}^{3+}$  telah terbukti dapat menurunkan energi celah pita dan laju rekombinasinya. Ditunjukkan dalam Gambar 2.8 Naresh & Mandal (2015) melaporkan bahwa aktivitas fotokatalitik  $\text{Bi}_5\text{LaTi}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  lebih baik dibandingkan  $\text{Bi}_6\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  di mana masing-masing dapat mendegradasi rhodamin b sebanyak 99,8 dan 96,8% setelah 30 menit pengujian.

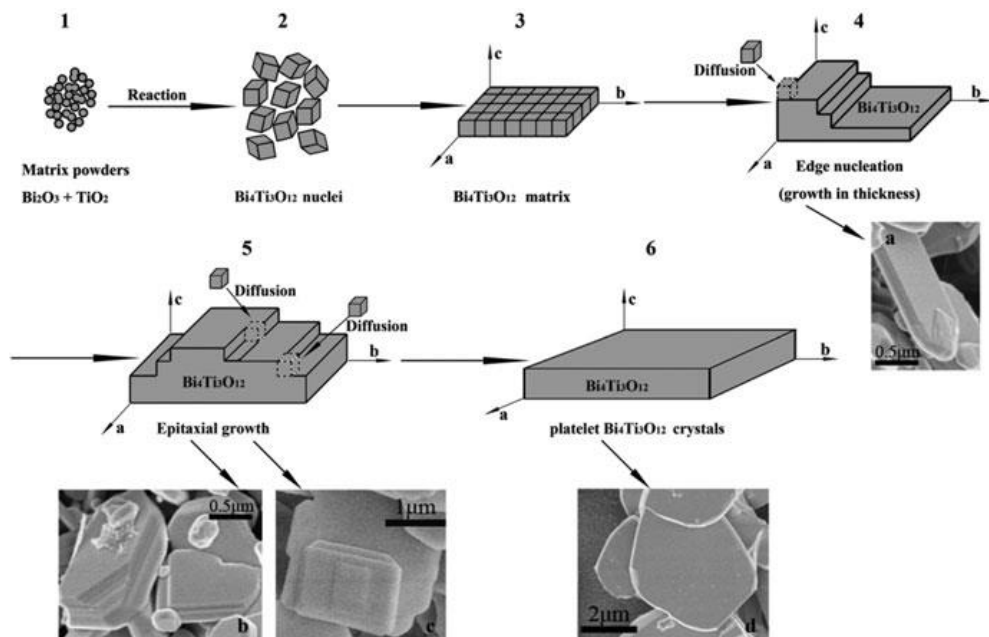
## 2.4 Sintesis Lelehan Garam

Sintesis senyawa aurivillius menggunakan metode reaksi keadaan padatan, sol-gel, juga modifikasi sol-gel dengan sonikasi menghasilkan material dengan kristalinitas dan morfologi yang kurang menguntungkan apabila diaplikasikan sebagai material fotokatalis di mana produk memiliki karakter amorf serta terjadi aglomerasi partikel (Xu, dkk., 2008; He, dkk., 2014).

Metode sintesis yang dilaporkan dapat menghasilkan partikel dengan morfologi unik adalah (a) hidrotermal dan (b) lelehan garam (Moure, 2018). Metode lelehan garam merupakan metode sintesis padatan di mana ia melibatkan lelehan garam atau campuran lelehan garam sebagai medium reaksi. Metode ini melibatkan dua mekanisme reaksi dasar dalam pembentukan produk, mekanisme pertama yang terjadi adalah pendifusian reaktan oksida yang telah larut di dalam lelehan garam agar kemudian bereaksi dalam waktu yang singkat, yang kemudian dilanjutkan dengan terdifusinya sebagian reaktan dengan reaktan lain untuk kemudian bereaksi dan menghasilkan produk dengan morfologi yang serupa dengan reaktan yang paling sulit larut (Xue, dkk., 2018).

Metode lelehan garam terbukti memiliki beberapa keunggulan dibandingkan metode sintesis lain yaitu (1) merupakan metode yang paling sederhana dan menghabiskan biaya yang relatif terjangkau; (2) waktu sintesis yang lebih cepat (He, dkk., 2014); (3) memerlukan suhu sintesis yang lebih rendah (He, dkk., 2014); dan menghasilkan morfologi yang dapat dikontrol berdasarkan pengaturan parameter proses yang ada (Xue, dkk., 2018). Salah satu karakter unik dari metode lelehan garam adalah hasil sintesis yang memiliki morfologi partikel *plate-like*, Zhao, dkk., (2014) menginvestigasi mekanisme pembentukan  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  dengan bentuk *plate-like* menggunakan metode sintesis lelehan garam, diketahui

bahwa mekanismenya meliputi empat proses besar yaitu: 1) Reaksi padatan dan nukleasi, 2) pembentukan struktur *plate-like*, 3) difusi dan nukleasi tepi, kemudian 4) difusi dan pertumbuhan kristal. Adapun ilustrasi proses tersebut di atas dapat dilihat pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Proses terbentuknya partikel plate-like  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  dengan sintesis lelehan garam (Zhao, dkk., 2014)

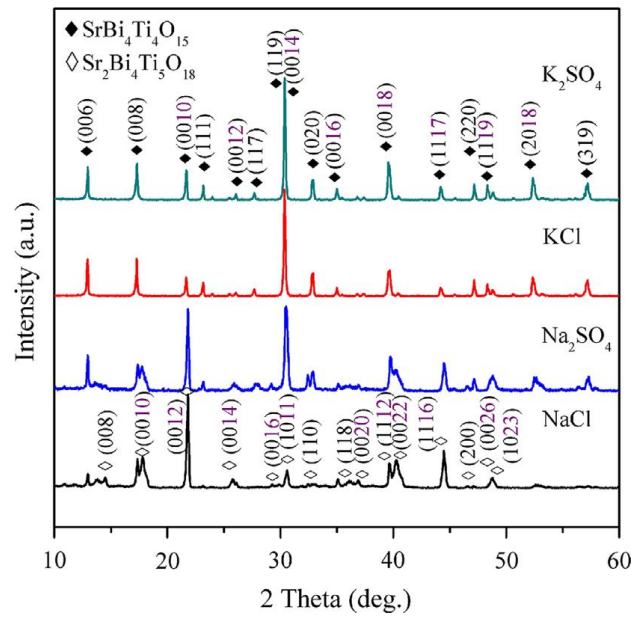
## 2.5 Sintesis Senyawa Aurivillius dengan Menggunakan Metode Lelehan Garam

Senyawa Aurivillius telah berhasil disintesis dengan metode lelehan garam, baik menggunakan garam tunggal seperti NaCl, KCl, atau menggunakan campuran garam eutektik seperti NaCl-KCl, NaOH-KOH,  $\text{NaNO}_3\text{-KNO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$ . Pemilihan jenis garam yang digunakan dapat mempengaruhi morfologi hasil sintesis ataupun kemurnian, hal ini dilaporkan oleh Chang, dkk. (2014) yang melakukan sintesis Aurivillius lapis empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan menggunakan

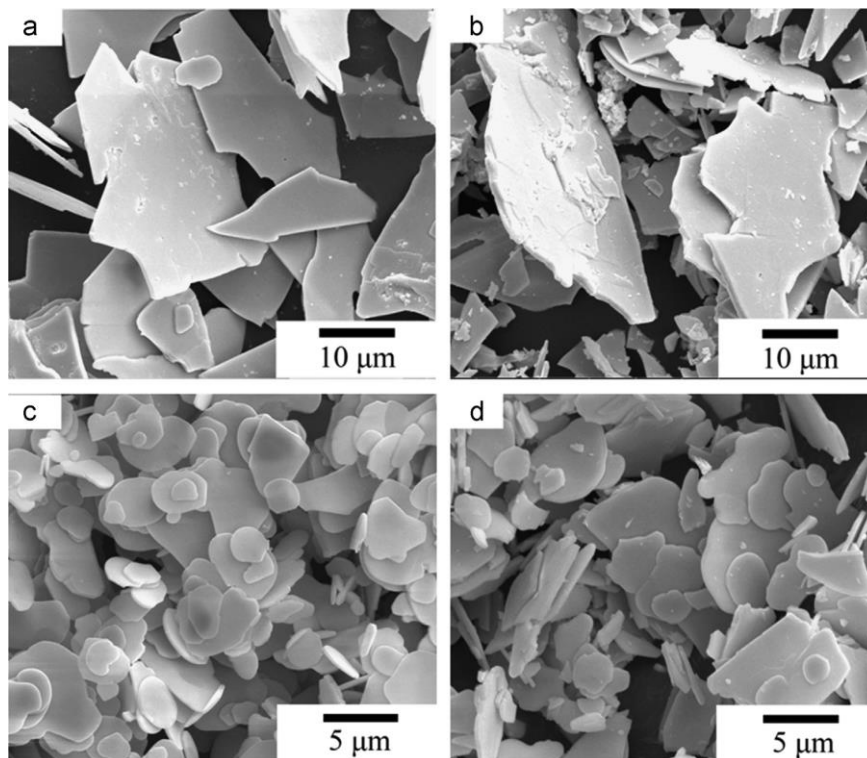
garam yang berbeda. Difraktogram senyawa dan hasil mikrograf SEM senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang disintesis oleh Chang, dkk. (2020) ditampilkan pada Gambar 2.10 dan 2.11.

Chang, dkk. (2014) berhasil melakukan sintesis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  orientasi (001) menggunakan metode lelehan garam menggunakan garam KCl dan  $\text{K}_2\text{SO}_4$ , sedangkan pada sintesis menggunakan NaCl dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ditemukan adanya pengotor  $\text{Sr}_2\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$  yang ditunjukkan oleh difraktogram Gambar 2.10. Hasil difraktogram tersebut juga menunjukkan bahwa sintesis menggunakan garam NaCl dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  menghasilkan produk yang lebih amorf dibandingkan dengan garam KCl dan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  yang memiliki kristalinitas lebih tinggi, ini menunjukkan bahwa perbedaan jenis garam dapat mempengaruhi produk hasil sintesis baik dalam segi kemurnian maupun derajat kristalinitas.

Penggunaan jenis garam yang berbeda juga menghasilkan bentuk dan ukuran partikel yang berbeda. Terlihat dari Gambar 2.11 di mana penggunaan garam NaCl dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  menghasilkan padatan dengan bentuk lempengan tak beraturan sedangkan untuk garam KCl dan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  menghasilkan produk dengan partikel berbentuk *plate-like* yang lebih beraturan dibandingkan hasil garam natrium. Dilihat dari segi ukuran partikel hasil sintesis garam kalium KCl dan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  masing-masing memiliki ukuran rata-rata yang lebih kecil yaitu  $\sim 3,9 \mu\text{m}$  untuk KCl,  $\sim 4,9 \mu\text{m}$  untuk  $\text{K}_2\text{SO}_4$ , dibanding partikel dari garam natrium sebesar  $\sim 17,5 \mu\text{m}$ .



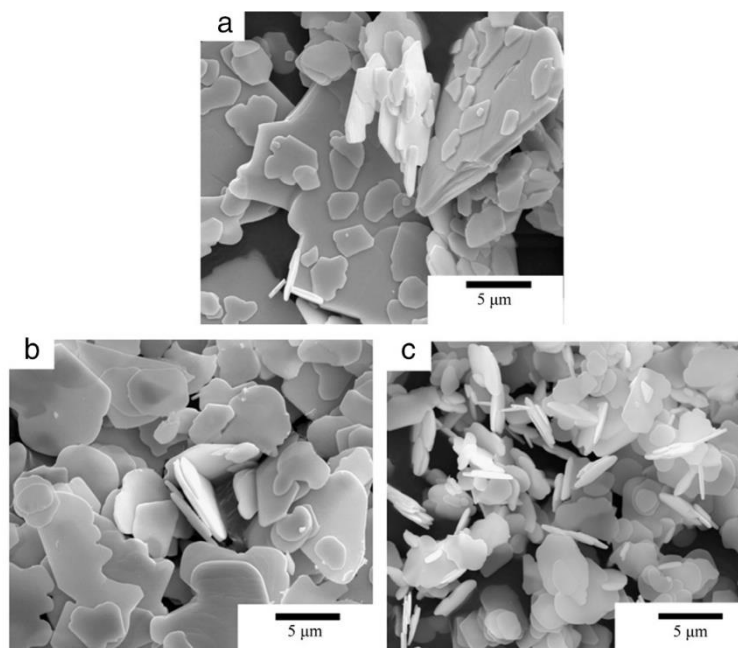
Gambar 2.10 Difraktogram XRD senyawa Aurivillius  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang disintesis dengan metode lelehan garam (Chang, dkk., 2014)



Gambar 2.11 Mikrograf senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang disintesis menggunakan garam (a) NaCl (b)  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (c) KCl dan (d)  $\text{K}_2\text{SO}_4$  (Chang, dkk., 2014)

Kuantitas garam yang digunakan dalam sintesis juga dapat mempengaruhi hasil akhir sintesis dalam segi morfologi partikel. Chang, dkk. (2016) melaporkan pengaruh komposisi dari fluks lelehan garam pada morfologi yang ditunjukkan pada Gambar 2.12. Bentuk partikel yang dihasilkan untuk sintesis dengan rasio KCl:oksida (a) 0,50:1,00 (b) 0,75:1,00 dan (c) 1,50:1,00 sama yaitu *plate-like* namun memiliki keseragaman yang berbeda di mana untuk perlakuan (a) 0,50:1,00 didapatkan tidak seragamnya ukuran partikel yang terbentuk, di mana terbentuk partikel yang terlampau besar ukurannya yaitu  $\sim 16,8 \mu\text{m}$  di samping juga terbentuk lempengan berukuran relatif kecil sebesar  $\sim 2,8 \mu\text{m}$ . Ketidakeragaman mulai tidak terlalu tampak pada perlakuan (b) 0,75:1,00 dan (c) 1,50:1,00, di mana untuk perlakuan (b) hanya pada rentang ukuran partikel  $\sim 5,2 \mu\text{m}$  dan  $\sim 3,1 \mu\text{m}$ , dan  $\sim 0,27 \mu\text{m}$  dan  $\sim 0,24 \mu\text{m}$  untuk perlakuan (c) sehingga dilihat dari sebaran distribusi ukuran partikelnya, perlakuan (c) memiliki partikel dengan bentuk dan ukuran yang paling seragam.

Peristiwa ini disebabkan karena jumlah fluks yang berbeda menyebabkan pemisahan masing-masing kristalit  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang sedang tumbuh, pada rasio 0,50:1,00 tampak bahwa jumlah fluks terlalu sedikit sehingga tidak efektif dalam pemisahan tersebut, menyebabkan kristalit  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  bergabung satu dengan yang lain menghasilkan satu partikel yang berukuran lebih besar, seiring ditambahkannya jumlah fluks KCl didapati bahwa ukuran partikel lebih seragam dan lebih kecil karena pemisahan antar kristalit lebih efektif sehingga menurunkan laju tumbuh kristalit  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (Chang, dkk., 2014).



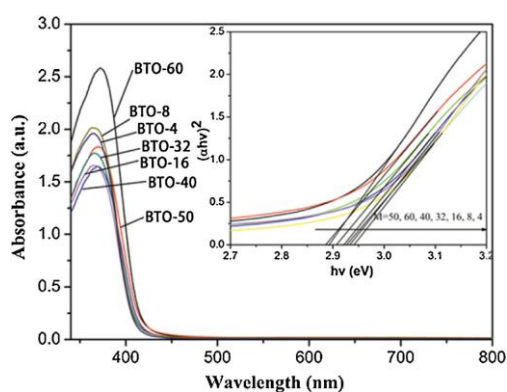
Gambar 2.12 Mikrograf SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> disintesis dengan rasio KCl:oksida (a) 0,50:1,00 (b) 0,75:1,00 dan (c) 1,50:1,00 (Chang, dkk., 2014)

## 2.6 Pengaruh Morfologi Partikel Pada Aktivitas Fotokatalitik

Ukuran partikel, morfologi dan besaran energi celah pita memiliki peran penting dalam karakter fotokatalis dan aktivitas fotokatalitiknya. Karakter seperti luas permukaan yang tinggi, keseragaman tinggi, partikel yang tipis, serta struktur ‘kosong’ dapat meningkatkan migrasi pasangan *electron-hole* ke permukaan sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalitik material (He, dkk., 2018). Besaran energi celah pita suatu material, dapat diperkecil dengan melakukan doping yang sudah dijabarkan pada bagian 2.3, sedang untuk mengatur ukuran dan morfologi dapat dilakukan pada pemilihan metode sintesis yang digunakan.

He, dkk. (2014) melaporkan bahwa penambahan jumlah rasio molar garam (*M*) yang digunakan untuk sintesis lelehan garam terbukti dapat mempengaruhi besaran energi celah pita yang dimiliki oleh Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub>, hal ini ditunjukkan oleh

Gambar 2.13. Ia menemukan bahwa bahwa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  yang disintesis pada suhu  $800^\circ\text{C}$  dengan metode lelehan garam memiliki nilai energi celah pita dengan besaran 2,88–2,94 eV dengan nilai terendah diperoleh perlakuan dengan rasio campuran garam  $M = 50$  dengan energi celah pita 2,88 eV, sedangkan perlakuan  $M = 4$  memiliki besaran paling besar yaitu 2,94 eV.



Gambar 2.13 Spektra UV-Vis DRS sampel  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (He, dkk., 2014)

Tabel 2.1 Nilai energi celah pita dan BET *surface area*  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

No.	Perlakuan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	Energi celah pita (eV)	BET <i>surface area</i> ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
1	$M=0$ ( <i>solid state reaction</i> )	Tidak diuji	1,425
2	$M=4$	2,942	2,303
3	$M=8$	2,934	3,129
4	$M=16$	2,927	3,582
5	$M=32$	2,921	5,120
6	$M=40$	2,906	6,023
7	$M=50$	2,880	6,467
8	$M=60$	2,892	6,277

He, dkk. (2014) juga menemukan bahwa perlakuan tersebut dapat mempengaruhi morfologi  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  yang dihasilkan. Berdasarkan perhitungan

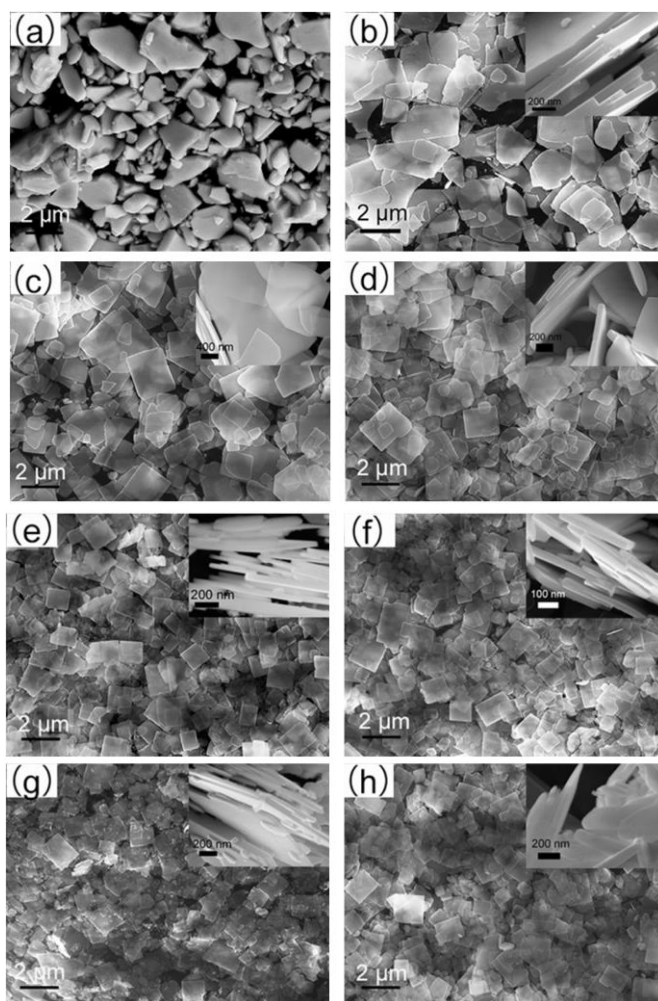
yang ia lakukan, luas permukaan Brunauer-Emmet-Teller (BET) *surface area* yang dimiliki  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  berkisar dari terendah 1,43  $\text{m}^2/\text{g}$  yang merupakan hasil sintesis metode reaksi keadaan padatan, dan yang tertinggi dimiliki oleh perlakuan  $M = 50$  dengan BET *surface area* sebesar 6,467  $\text{m}^2/\text{g}$ . Adapun tabel lengkap untuk besaran BET *surface area* serta energi celah pita  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  disajikan pada Tabel 2.1.

Hasil dari mikrograf SEM yang ditampilkan pada Gambar 2.14 menunjukkan bahwa partikel dengan ukuran terkecil dilihat dari panjangnya dimiliki oleh  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  perlakuan  $M = 50$  di mana frekuensi persebaran paling banyak pada rentang 0,3–0,5  $\mu\text{m}$ . Teramati bahwa semua produk hasil sintesis metode lelehan garam memiliki bentuk *plate-like*, dibandingkan hasil sintesis metode reaksi keadaan-padat yang membentuk partikel *bulk* yang tak beraturan.

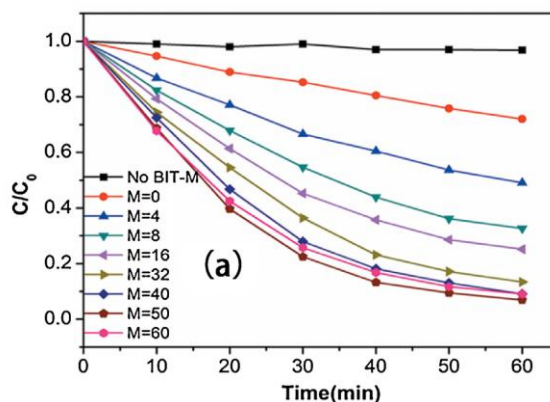
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  hasil sintesis metode lelehan garam memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi dibandingkan  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  hasil reaksi keadaan padat, Gambar 2.16 menunjukkan bahwa semua perlakuan  $M$  untuk  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  metode lelehan garam dapat mengurai rhodamin b lebih baik daripada  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  metode *solid state-reaction* (SSR). Hasil degradasi terbaik didapat dengan penggunaan perlakuan  $M = 50$  yang dapat mengurai rhodamin b hingga ~93% dalam waktu 60 menit dibandingkan  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -SSR yang hanya mampu mengurai ~25% rhodamin b dalam waktu yang sama.

Pergeseran nilai energi celah pita kurang memiliki kontribusi pada peningkatan aktivitas fotokatalitik yang teramati pada  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  karena margin angkanya yang kecil antara 2,94 dan 2,88 eV, maka ukuran dan morfologi partikel memiliki peran yang lebih besar dalam hal ini. Telah diketahui bahwa  $M=50$  memiliki aktivitas fotokatalitik terbaik karena selain besaran  $E_g$  yang paling kecil

(2,88 eV) ia juga memiliki ukuran partikel terkecil dan BET *surface area* yang lebih besar. Kedua hal ini penting dalam aktivitas fotokatalitik, karena kecilnya ukuran dapat mengurangi waktu untuk transfer *electron-hole* ke permukaan fotokatalis dan besarnya luas permukaan berarti lebih banyak situs aktif fotokatalis yang dapat bereaksi (He, dkk., 2014).



Gambar 2.14 Mikrograf SEM senyawa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (a) *solid-state reaction* dan metode lelehan garam pada  $800^\circ\text{C}$  dengan rasio mol garam:senyawa (b) 4 (c) 8 (d) 16 (e) 32 (f) 40 (g) 50 dan (h) 60 (He, dkk., 2014)



Gambar 2.15 Laju degradasi Rhodamin-B dengan sinar tampak pada pH = 5,3 (He, dkk., 2014)

## 2.7 Sintesis Fotokatalis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Terdoping $\text{La}^{3+}$ Dalam Perspektif Islam

Sintesis suatu material tentunya memerlukan bahan-bahan kimia yang menjadi prekursornya, tentunya memiliki kontribusi dalam konsumsi mineral dan logam global yang menjadi sumber bahan-bahan kimia. Jowitt, dkk. (2020) melaporkan bahwa kelangkaan yang dialami untuk mineral dan logam sifatnya sementara, karena dapat diatasi dengan daur ulang dan penemuan tambang baru. Di lain sisi proses terbentuknya kembali sumber mineral dan logam tersebut di alam memakan waktu yang lebih lama dibandingkan laju konsumsi manusia dewasa ini, hingga 1000 tahun atau bahkan jutaan tahun lamanya (Moreau, dkk., 2019). Hal ini menyebabkan mineral dan logam tersebut bukanlah sumber daya terbarukan dan dikhawatirkan akan terjadi ‘kelangkaan’ permanen di masa yang akan datang (Schmidt, 2019).

Dalam hal sifat konsumsi yang berlebihan, Allah SWT telah berfirman dalam QS. al-An’am (6):141:

وَهُوَ الَّذِي أَنْشَأَ جَنَّاتٍ مَعْرُوشَاتٍ وَغَيْرَ مَعْرُوشَاتٍ وَالنَّخْلَ وَالزَّرْعَ مُخْتَلِفًا أَكْثُهُ وَالزَّيْتُونَ وَالرُّمَّانَ  
مُتَشَابِهًا وَغَيْرَ مُتَشَابِهٍ ۚ كُلُوا مِنْ ثَمَرِهِ إِذَا أَثْمَرَ وَآتُوا حَقَّهُ يَوْمَ حَصَادِهِ ۗ وَلَا تُسْرِفُوا ۚ إِنَّهُ لَا يُحِبُّ  
الْمُسْرِفِينَ ﴿١٤١﴾

Artinya: “Dan Dialah yang menjadikan kebun-kebum yang berjunjung dan yang tidak berjunjung, pohon korma, tanam-tanaman yang bermacam-macam buahnya, zaitun dan delima yang serupa (bentuk dan warnanya) dan tidak sama (rasanya). Makanlah dari buahnya (yang bermacam-macam itu) bila dia berbuah, dan tunaikanlah haknya di hari memetik hasilnya (dengan disedekahkan kepada fakir miskin); dan janganlah kamu berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang yang berlebih-lebihan” (QS. al-An’am/6:141)

Ayat dengan redaksi serupa juga ditemui pada QS. al-A’raf (7): 31:

يَلْبَسِيْ ءَادَمَ خُدُوْا زِيْنَتَكُمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوْا وَاشْرَبُوْا وَلَا تُسْرِفُوْا ۚ إِنَّهُ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِيْنَ ﴿٣١﴾

Artinya: “Hai anak Adam, pakailah pakaianmu yang indah di setiap (memasuki) mesjid, makan dan minumlah, dan janganlah berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebih-lebihan.” (QS. al-A’raf/7:31)

*Israf* merupakan sikap yang dibenci oleh Allah SWT, secara definisi *israf* adalah tindakan yang melebihi batas kewajaran dalam segala sesuatu. Pemanfaatan nikmat-nikmat Allah secara berlebihan seperti mineral dan logam yang telah dilaporkan oleh peneliti sebelumnya merupakan salah satu bentuk sikap *israf* (Moreau, dkk., 2019; Schmidt, 2019; Tim Lajnah Pentashihan Mushaf, 2019; Jowitt, dkk., 2020).

Sikap *israf* ini bahkan dilarang untuk perbuatan kebaikan seperti sedekah. Diriwayatkan bahwa sebab diturunkannya QS. al-An’am/6:141 oleh Ibnu Jarir bahwa Abu al-‘Aliyah berkata “Dahulu, orang-orang memberikan sesuatu (dari hasil panennya) selain zakat. Bahkan mereka terlalu berlebih-lebihan”, dalam

riwayat lain Ibnu Jarir juga menjelaskan bahwa Tsabit bin Qais bin Syamas yang memiliki kebun kurma. Kemudian dia memanen hasil panennya kemudian membagikannya sehingga pada sore hari tidak ada sebiji kurma pun tersisa di rumahnya sehingga turunlah firman Allah dalam surah al-An'am ayat 141 ini (as-Suyuthi, 2018).

Melihat *asbabun-nuzul* tersebut dapat diketahui sesungguhnya selain membenci orang yang menghalalkan sesuatu yang haram dan sebaliknya, Allah juga tidak menyukai orang yang berlebih-lebihan dalam sesuatu yang di luar kewajibannya meskipun halal. Karena secara prinsip *israf* merupakan sesuatu yang dihasilkan oleh hawa nafsu, sehingga diperlukan kehati-hatian jika mulanya pada perkara halal dan kemudian jatuh pada suatu yang haram (Tim Lajnah Pentashihan Mushaf, 2019).

Sintesis fotokatalis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan perlakuan doping  $\text{La}^{3+}$  bertujuan untuk mengidentifikasi efektivitas material fotokatalis tersebut. Secara teori  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan doping  $\text{La}^{3+}$  dapat meningkatkan kemampuan fotokatalisnya, sehingga dapat melakukan degradasi limbah dengan lebih baik atau dengan dosis yang lebih kecil. Harapannya adalah dengan peningkatan efektivitas fotokatalis ini kita dapat terhindar dari sifat *israf* yang telah dibahas di atas, *wallahu a'lam*.

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada bulan Oktober–Desember 2020 yang bertempat di Laboratorium Kimia Fisik Edukasi Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

### **3.2 Alat dan Bahan**

#### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, seperangkat alat gelas, *mortar agate*, neraca analitik, tanur, *hotplate*, seperangkat instrumen XRD, instrumen SEM, instrumen UV-Vis DRS, dan UV-Vis spektroskopi

#### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (Sigma-Aldrich, 99,9% serbuk),  $\text{La}_2\text{O}_3$  (Sigma-Aldrich, 99,9% serbuk),  $\text{SrCO}_3$  (Sigma-Aldrich, 99,9% serbuk),  $\text{TiO}_2$  (Sigma-Aldrich, 99% serbuk),  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (Merck, serbuk),  $\text{K}_2\text{SO}_4$  (Merck, serbuk),  $\text{AgNO}_3$ , akuades dan aseton.

### **3.3 Rancangan Penelitian**

Adapun penelitian ini terdiri dari empat tahapan, yaitu:

a. Tahap preparasi bahan

Proses ini melingkupi pengadaan alat dan bahan, perhitungan dan penimbangan jumlah bahan, penggerusan *starting material*, dilanjutkan dengan proses homogenisasi menggunakan mortar agate dan aseton.

- b. Tahap sintesis  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) dengan metode lelehan garam

Tahap ini mencakup sintesis  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  sebanyak 5 perlakuan ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) dengan metode lelehan garam pada suhu kalsinasi 750 dan 850°C menggunakan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  (1:1) dengan perbandingan mol produk target terhadap mol fluks 1:7, kemudian dilanjutkan dengan pendinginan hingga suhu ruang, dan diakhiri penghilangan garam dengan air panas.

Metode ini merupakan modifikasi yang telah dilakukan Nayak, dkk. (2017) dan Zulhadjri, dkk. (2013).

- c. Tahap karakterisasi dan analisis

Proses ini mencakup (a) karakterisasi dan analisa produk sintesis menggunakan instrumen XRD untuk mengetahui struktur kisi kristal dan data kristalografi senyawa, (b) SEM-EDS untuk mengetahui morfologi permukaan produk serta komposisinya, dan (c) UV-Vis DRS untuk mengetahui nilai energi celah pita. Adapun data yang diperoleh adalah masing-masing untuk 5 perlakuan yang kemudian dianalisis sesuai fungsinya.

- d. Tahap uji aktivitas fotokatalitik dan analisis

Pengujian aktivitas fotokatalitik sampel dilakukan dengan degradasi larutan rhodamin b selama 60 menit. Rangkaian uji aktivitas fotokatalitik terdiri dari (a) penentuan panjang gelombang maksimum rhodamin b, (b) pembuatan kurva standar larutan rhodamin b, (c) uji kestabilan larutan rhodamin b, dan (d) uji degradasi larutan rhodamin b oleh sampel  $\text{SrBi}_4$ .

$x\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ). Semua data yang didapat kemudian dianalisis berdasarkan data yang telah didapatkan dari karakterisasi sampel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ). Pengujian ini merupakan hasil modifikasi dari yang telah dilakukan oleh Alemi, dkk. (2014).

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal

Senyawa  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) disintesis sejumlah 2,5 gram. Adapun komposisi berat prekursor yang digunakan dirangkum pada Tabel 3.1. Prekursor kemudian dihomogenkan dengan digerus menggunakan *mortar agate* selama satu jam. Hasil yang telah homogen kemudian dipanaskan pada suhu  $750^\circ\text{C}$  selama enam jam.

Tabel 3.1 Massa prekursor hasil perhitungan

x	Massa target (gr)	Massa pereaksi (gr)				Massa garam (gr)	
		$\text{Bi}_2\text{O}_3$	$\text{La}_2\text{O}_3$	$\text{SrCO}_3$	$\text{TiO}_2$	$\text{Na}_2\text{SO}_4$	$\text{K}_2\text{SO}_4$
0	2,5	1,7194	0,0000	0,2724	0,5894	1,8345	2,2506
0,05	2,5	1,7023	0,0151	0,2731	0,5909	1,8392	2,2564
0,10	2,5	1,6851	0,0302	0,2738	0,5925	1,8440	2,2623
0,15	2,5	1,6679	0,0454	0,2745	0,5940	1,8488	2,2682
0,20	2,5	1,6505	0,0607	0,2752	0,5956	1,8536	2,2741

### **3.4.2 Sintesis $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) menggunakan metode lelehan garam**

Sampel dari 3.4.2 dikeluarkan dari tanur dan didinginkan pada suhu ruang. Campuran tersebut dikalsinasi kembali menggunakan tanur pada suhu  $850^\circ\text{C}$  selama 6 jam. Setelah itu campuran dikeluarkan dari tanur dan didinginkan hingga suhu ruang untuk kemudian disaring dan dicuci pada corong dan kertas saring menggunakan air panas dan larutan  $\text{AgNO}_3$  digunakan untuk konfirmasi habisnya garam sulfat. Produk yang didapat kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu  $90^\circ\text{C}$  selama 3 jam.

### **3.4.3 Karakterisasi Sampel Produk $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ )**

#### **3.4.3.1 Karakterisasi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Menggunakan XRD**

Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui struktur kisi kristal dan data kristalografi senyawa. Pengukuran dilakukan pada suhu kamar menggunakan XRD dengan radiasi  $\text{Cu } K_\alpha$  ( $\lambda \sim 1,5405 \text{ \AA}$ ) dengan rentang  $2\theta = 20\text{--}90^\circ$  dengan laju pindai  $2^\circ/\text{menit}$ .

#### **3.4.3.2 Karakterisasi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Menggunakan SEM-EDS**

Karakterisasi SEM-EDS sampel bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan produk serta komposisinya. Produk hasil sintesis ditempatkan sebanyak 50 mg pada *sample holder*. Dilanjutkan dengan penempatan sampel pada instrument SEM-EDS dan dilakukan analisa menggunakan SEM-EDS dengan perbesaran 7.000 – 15.000x.

### **3.4.3.3 Karakterisasi SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) Menggunakan UV-Vis DRS**

Karakterisasi UV-Vis DRS sampel dilakukan untuk mengetahui mengetahui nilai energi celah pita yang dimiliki sampel. Sampel berbentuk bubuk ditempatkan pada *sample holder* yang kemudian diukur persentase reflektansinya pada rentang cahaya tampak ( $\lambda = 200 - 800$  nm).

### **3.4.4 Uji Aktivitas Fotokatalitik SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20)**

#### **3.4.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Rhodamin B**

Pengukuran panjang gelombang maksimum dilakukan untuk mengetahui berapa panjang gelombang dengan nilai absorbansi maksimum. Larutan rhodamin b dibuat dengan melarutkan sejumlah bubuk rhodamin b dalam 250 mL air. Larutan kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektroskopi UV-Vis pada rentang cahaya tampak ( $\lambda = 200-800$  nm).

#### **3.4.4.2 Pembuatan Kurva Standar Larutan Rhodamin B**

Pembuatan kurva standar larutan rhodamin b dilakukan untuk mendapatkan persamaan linear yang dapat digunakan sebagai acuan perhitungan pada tahap selanjutnya. Larutan rhodamin b dengan konsentrasi mulai  $1 \cdot 10^{-6}$  hingga  $1 \cdot 10^{-5}$  M (~0,48 – 4,8 ppm) yang dibuat dari larutan stok  $1 \cdot 10^{-3}$  M. Masing-masing larutan kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang yang didapat pada 3.4.4.1.

#### 3.4.4.3 Uji Kestabilan Larutan Rhodamin B

Uji kestabilan larutan rhodamin b dilakukan untuk mengetahui sifat larutan apabila dilakukan perlakuan tanpa sampel dan dengan/tanpa radiasi sinar UV. Larutan rhodamin b  $8 \cdot 10^{-6}$  M (~3,8 ppm) sebanyak 100 mL diukur absorbansinya pada panjang gelombang yang didapat pada 3.4.4.1 dengan spektroskopi UV-Vis setelah dilakukan radiasi menggunakan sinar UV selama 30 dan 60 menit.

#### 3.4.4.4 Pengujian Aktivitas Fotokatalitik $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Terhadap Larutan Rhodamin B

Uji aktivitas fotokatalitik sampel dilakukan untuk mengetahui kemampuan degradasi sampel terhadap larutan rhodamin b. Digunakan sampel sejumlah 0,1 gram untuk mendegradasi 100 mL larutan rhodamin b dengan konsentrasi  $8 \cdot 10^{-6}$  M (~3,8 ppm). Pengujian dilakukan di dalam fotoreaktor dengan jarak antara gelas beker dan lampu  $\pm 10$  cm. Uji didahului dengan 30 menit pengadukan dalam keadaan gelap baru kemudian diradiasi di bawah sinar UV (9 lampu ultraviolet Gaxindo T5 N093 8 Watt) dan diukur absorbansi setelah 30 dan 60 menit pada  $\lambda_{maks}$  menggunakan spektroskopi UV-Vis (Thermo Scientific Evolution 220).

### 3.4.5 Analisis Data

#### 3.4.5.1 Analisis Data XRD

Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan instrument XRD adalah difraktogram yang selanjutnya dibandingkan dengan standar  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  pada *inorganic crystal structure database* (ICSD). Data yang didapat juga dilakukan *refinement* menggunakan perangkat lunak Fullprof versi September 2020 yang bertujuan untuk mengidentifikasi data kristalografi, selain itu juga dapat

diketahui kristalinitas serta kemurnian  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) hasil sintesis.

#### 3.4.5.2 Analisis Data SEM-EDS

Hasil pencitraan oleh karakterisasi SEM-EDS dapat menunjukkan morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur penyusun senyawa  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) hasil sintesis. Mikrograf yang didapatkan diolah menggunakan perangkat lunak Image-J untuk mengetahui sebaran ukuran partikel hasil sintesis sehingga dapat dihubungkan pengaruh  $x$  terhadap morfologi. Adapun komposisi yang didapatkan dibandingkan dengan komposisi perhitungan untuk mengetahui apakah doping yang dilakukan memiliki komposisi yang tepat.

#### 3.4.5.3 Analisis Data UV-DRS

Hasil karakterisasi dengan UV-DRS berupa data reflektansi yang kemudian diolah menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada Persamaan 3.1. Pengolahan yang dilakukan bertujuan untuk mengetahui nilai energi celah pita sampel yang dapat ditentukan dari pembuatan plot antara energi foton ( $h\nu$ ) sebagai sumbu  $x$  dan  $(F(R).h\nu)^{1/2}$  sebagai sumbu  $y$ . Besaran energi foton dapat dihitung dari data panjang gelombang terukur, yaitu  $h\nu = hc/\lambda$  dengan  $c$  adalah kecepatan cahaya dan  $h$  adalah konstanta planck. Energi celah pita didapat pada nilai  $x$ , pada  $y = 0$  dari garis regresi linear yang didapat dari grafik.

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

Faktor Kubelka-Munk disimbolkan dengan  $F(R)$ ,  $K$  adalah koefisien absorpsi molar,  $S$  adalah koefisien *scattering*, dan  $R$  adalah nilai reflektan yang terukur. Data tersebut kemudian dapat diolah untuk membandingkan bagaimana pengaruh doping menggunakan La sebanyak  $x$  terhadap besaran energi celah pita  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) hasil sintesis (Sun, dkk., 2019).

#### 3.4.5.4 Analisis Data Aktivitas Fotokatalitik

Hasil data dari serangkaian uji aktivitas fotokatalitik antara lain adalah spektra UV-Vis rhodamin b yang didapat dengan melakukan *plotting* data absorbansi sebagai sumbu  $y$  dan panjang gelombang (nm) sebagai sumbu  $x$ . Ditentukan berapa nilai panjang gelombang maksimum yang dimiliki oleh larutan rhodamin b dari spektra tersebut. Pembuatan kurva standar dilakukan dengan membuat grafik *scatter*, konsentrasi sebagai sumbu  $x$  dan absorbansi pada  $\lambda_{maks}$  sebagai sumbu  $y$ . Dibuat regresi linear dari grafik tersebut dilakukan sehingga didapatkan persamaan serta angka  $R^2$  dari regresi linear tersebut.

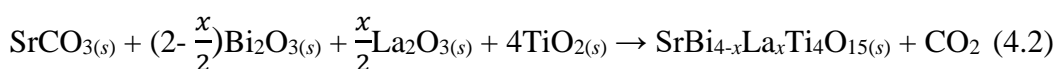
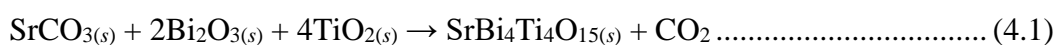
Kestabilan larutan dan besaran degradasi larutan rhodamin b oleh  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15 \text{ dan } 0,20$ ) dibuat dengan mengukur konsentrasi rhodamin b sebelum dan setelah uji berdasarkan persamaan regresi linear yang telah didapatkan. Angka tersebut kemudian diolah dan dihitung persentase rhodamin b yang terdegradasi pada waktu 30 dan 60 menit, kemudian dibuat grafik dengan waktu (menit) sebagai sumbu  $x$  dan persen degradasi sebagai sumbu  $y$ .

## BAB IV PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> terdoping lanthanum (SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>,  $x = 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) menggunakan metode lelehan garam campuran Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada suhu 750-850°C. Sampel yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan (a) teknik XRD untuk mengidentifikasi senyawa dan struktur kristalnya, (b) SEM-EDS untuk mengetahui morfologi permukaan partikel dan komposisi atom dalam sampel hasil sintesis, (c) UV-Vis DRS untuk mengetahui nilai energi celah pita material, dan (d) uji aktivitas fotokatalitik menggunakan reaktor buatan tangan dengan larutan target rhodamin b untuk mengetahui seberapa besar fotokatalis tersebut dapat mengurai limbah zat warna.

### 4.1 Sintesis SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Metode Lelehan Garam Campuran

Material SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) disintesis menggunakan metode lelehan garam campuran Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:1) dengan jumlah perbandingan mol garam:mol material 7:1. Sintesis dilakukan dengan melakukan penggerusan prekursor yang ditambah aseton selama 60 menit yang bertujuan untuk menghomogenkan campuran prekursor. Aseton selanjutnya dipisahkan dan dikalsinasi dalam *furnace* pada suhu 750 dan 850°C selama 6 jam agar reaksi dapat berjalan melalui medium garam yang telah meleleh. Reaksi yang berlangsung dalam sintesis SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) ditampilkan pada persamaan 4.1 dan 4.2.



Hasil sintesis  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) setelah dipanaskan dalam tanur pada suhu  $750$  dan  $850^\circ\text{C}$  selama  $6$  jam ditunjukkan pada Gambar 4.1. Tidak tampak perubahan mencolok dari sifat fisik setelah pemanasan  $750$  ke  $850^\circ\text{C}$ . Hua, dkk. (2005) melaporkan bahwa pada suhu  $750^\circ\text{C}$  mulai terjadi pelelehan garam fluks yang kemudian pada suhu  $905^\circ\text{C}$  terbentuk  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . Pada Gambar 4.1 dari kiri ke kanan tidak tampak perubahan warna yang terlihat mencolok, namun teramati adanya  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  yang menguap pada krusibel yang dapat menjadi tanda terjadinya reaksi kimia (Hao, dkk., 2007; Choi, dkk., 2012; Cao, dkk., 2015).

#### **4.2 Karakterisasi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X**

Difraktogram senyawa  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) ditampilkan pada Gambar 4.2. Profil difraktogram yang dimiliki sampel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) bersesuaian dengan standar  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  pada *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) nomor 51863. Pada sampel  $x = 0$  tidak ditemukan puncak tambahan yang mengindikasikan tidak adanya fasa pengotor yang terbentuk, sedangkan untuk sampel  $x = 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$  ditemukan puncak tambahan pada  $2\theta = 32,4^\circ$  yang mengindikasikan adanya  $\text{SrTiO}_3$  (ICSD nomor 91899). Fasa sekunder  $\text{SrTiO}_3$  telah dilaporkan oleh Hua, dkk. (2005) pada sintesis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  menggunakan metode reaksi keadaan padatan dengan suhu kalsinasi di bawah  $850^\circ\text{C}$ , namun kemudian setelah dilakukan pemanasan pada suhu  $1000 - 1200^\circ\text{C}$  tidak ditemukan lagi fasa sekunder  $\text{SrTiO}_3$ . Faktor lain adalah karena kation  $\text{La}^{3+}$  yang ditambahkan dapat menyebabkan ketidakstabilan pada struktur  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . Hal ini disebabkan  $\text{La}^{3+}$  telah terbukti dapat

menggantikan ion  $\text{Bi}^{3+}$  pada lapis  $\text{Bi}_2\text{O}_3^{2-}$  yang mengakibatkan tingkat *disorder* sistem kristal menjadi tinggi (Hou & Chen, 2004; Naresh & Mandal, 2014; Nayak, dkk., 2017).

Perlakuan doping  $\text{La}^{3+}$  menyebabkan perubahan panjang kisi kristal menjadi lebih kecil yang ditunjukkan dengan pergeseran puncak pada  $2\theta = 30,4^\circ$  menuju ke nilai  $2\theta$  yang lebih besar. Pergeseran  $2\theta$  yang dimaksud ditunjukkan pada Gambar 4.2 (inset). Penyebab dari peristiwa ini adalah turunnya distorsi orthorombik karena pergantian kation  $\text{Bi}^{3+}$  yang memiliki pasangan elektron bebas (PEB) oleh kation  $\text{La}^{3+}$  yang tidak memiliki PEB dan bukan karena faktor ukuran. Sebab kation  $\text{La}^{3+}$  memiliki ukuran yang hampir sama dengan  $\text{Bi}^{3+}$  yaitu  $1,17 \text{ \AA}$  dan  $1,16 \text{ \AA}$  (Shannon, 1976; Naresh & Mandal, 2014). Ukuran kristalit yang lebih kecil dilaporkan berdampak pada energi celah pita karena adanya efek kurungan kuantum (*quantum confinement*) pada material nanopartikel (Marotti, dkk., 2006).

Untuk mendapatkan data kristalografi maka dilakukan *refinement* dengan metode Rietveld. Proses *refinement* metode Rietveld adalah simulasi dan *fitting* terhadap data hasil observasi menggunakan data acuan. Kualitas *refinement* dapat dilihat dari nilai  $R_p$ ,  $R_{wp}$ , dan *goodness-of-fit* ( $\chi^2$ ) (Toby, 2006). Pada sampel  $x = 0$  didapatkan hasil murni, sehingga dilakukan *single phase refinement* (Tabel 4.1) sedangkan pada sampel  $x = 0,05$  hingga  $x = 0,20$  ditemukan fasa sekunder maka dilakukan *multiphase refinement* (Tabel 4.2) menggunakan piranti lunak Fullprof (versi September 2020).

*Refinement* fasa tunggal sampel  $x = 0$  memiliki nilai  $R_{wp}$  22,6% yang berarti kesesuaian antara data simulasi dan observasi memiliki ketidaksesuaian hingga 22,6%, namun plot hasil *refinement* pada Gambar 4.3 menunjukkan bahwa

antara difraktogram hasil sintesis dan hasil kalkulasi memiliki kesesuaian yang tinggi ditunjukkan dengan garis biru yang cenderung datar dari sudut  $2\theta = 3 - 90^\circ$ .

*Refinement* multifasa sampel  $x = 0,05$  hingga  $x = 0,20$  memiliki kualitas yang relatif sama dengan sampel  $x = 0$ , dengan nilai  $R_{wp}$  (%) masing-masing 24,4; 22,3; 22,6; dan 28,5. Diketahui bahwa *fitting* terburuk diperoleh dari *refinement* sampel  $x = 0,20$ . Hal ini berbanding lurus dengan data jumlah fasa sekunder yang ditemukan dalam sampel, semakin tinggi persentase pengotor didapatkan nilai  $R_{wp}$  dan *GoF* yang kurang baik. Adapun jumlah pengotor yang ditemukan dalam sampel hasil sintesis ditampilkan pada Tabel 4.3. Jumlah fasa pengotor yang ditemukan pada sampel mengalami penurunan dari  $x = 0,05$  hingga  $x = 0,15$  kemudian mencapai nilai tertinggi pada  $x = 0,20$ . Penyebab perbedaan jumlah pengotor dalam sampel adalah kation  $La^{3+}$  pada  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  untuk  $x \leq 0,15$  akan mengganti ion  $Bi^{3+}$  pada lapis perovskite yang dapat menurunkan distorsi ortorombik sistem, sedang untuk  $x > 0,15$  akan meningkatkan tingkat *disorder* sistem karena menggantikan ion  $Bi^{3+}$  pada lapis bismuth (Zhu, dkk., 2006; Nayak, dkk., 2017).

#### **4.3 Karakterisasi $SrBi_{4-x}La_xTi_4O_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Menggunakan *Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS)**

Morfologi permukaan dan distribusi luas partikel  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  ditampilkan pada Gambar 4.4 yang menunjukkan bahwa partikel  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  morfologi *plate-like*. Morfologi ini dilaporkan merupakan karakter khas dari senyawa Aurivillius lapis empat dan masih ditemukan aglomerat (ditandai lingkaran merah). Terbentuknya aglomerasi pada reaksi lelehan garam dapat disebabkan karena tingginya derajat saturasi (kejenuhan) dalam reaksi serta karena tingginya

viskositas garam sebagai medium reaksi (Tang, dkk., 2007; Kimura, 2011; Kikuchihara, dkk., 2012). Berdasarkan laporan oleh Zhao, dkk. (2015) partikel aglomerat yang ditemukan adalah fasa sekunder  $\text{SrTiO}_3$  yang terbentuk ketika sintesis. Perhitungan menggunakan software image-J diketahui bahwa partikel  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan bentuk *plate-like* mayoritas berukuran  $0\text{--}0,5 \mu\text{m}^2$  dan keseluruhan luas partikel pada rentang  $0\text{--}3,5 \mu\text{m}^2$ .

Gambar 4.5 menunjukkan morfologi permukaan dan distribusi luas partikel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ). Morfologi partikel *plate-like* yang dimiliki serupa dengan senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dan masih ditemukan aglomerasi, namun terjadi perubahan distribusi ukuran partikel. Peningkatan jumlah  $\text{La}^{3+}$  terbukti dapat memperkecil ukuran partikel yang terbentuk, hal ini dapat dilihat dari grafik distribusi partikel pada Gambar 4.5 di mana rentang ukuran partikel menjadi lebih kecil. Nayak, dkk. (2016) dan Zhang, dkk. (2018) melaporkan bahwa perlakuan doping  $\text{La}^{3+}$  pada  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dapat membuat ukuran partikel *plate-like* menjadi lebih kecil karena  $\text{La}^{3+}$  dapat menghambat laju pertumbuhan kristalit (Nayak, dkk., 2016; Zhang, dkk., 2018). Dari sampel  $x = 0,05$  hingga  $x = 0,20$  tampak bahwa distribusi ukuran partikel semakin bergeser ke arah lebih kecil (kiri). Jumlah aglomerat yang sangat tinggi pada sampel  $x = 0,20$  karena tingginya fase sekunder  $\text{SrTiO}_3$  menyebabkan sulitnya pengukuran ukuran partikel. Penambahan cacat berupa ion pada senyawa Aurivillius yang disintesis menggunakan metode lelehan garam dapat menyebabkan terbentuknya aglomerasi, sehingga perlu dilakukan sintesis pada suhu yang lebih tinggi. Tang, dkk. (2007) menemukan bahwa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  terbentuk tanpa aglomerasi ketika disintesis menggunakan metode lelehan garam, namun terbentuk aglomerasi ketika dilakukan

doping Nd/V menggunakan metode yang sama. Kemudian dilakukan penambahan suhu menjadi 1150°C dan tidak terbentuk aglomerat pada hasil sintesis. Sehingga disimpulkan bahwa perlakuan doping pada sintesis metode lelehan garam memerlukan suhu sintesis yang lebih tinggi agar viskositas garam sebagai medium menjadi lebih rendah, sehingga mobilitas reaksi antar spesi lebih tinggi dan tidak terbentuk aglomerat (Tang, dkk., 2007).

Data EDS menunjukkan bahwa tidak ada  $\text{La}^{3+}$  yang terdeteksi pada titik dilakukan uji. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan doping tidak merata pada seluruh permukaan sampel hasil sintesis. Beberapa perlakuan menunjukkan bahwa komposisi atom Bi melebihi nilai teoritis, sehingga disimpulkan bahwa kekurangan Bi bukanlah faktor penyebab terbentuknya pengotor dalam percobaan ini. Atom golongan tanah jarang banyak dilaporkan sebagai cacat interstisi, karena ukurannya yang besar dan cenderung menempati daerah antar-lapis pada suatu padatan oksida (Tilley, 2005; Zhou, dkk., 2010). Cacat interstisi termasuk dalam golongan nonstoikiometrik, atom dopan menempati ruang yang biasanya tidak ditempati atom, hal ini dapat menyebabkan atom dopan yang ditambahkan tidak dapat ditemukan secara merata pada sampel doping (Tilley, 2005).

#### **4.4 Karakterisasi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Menggunakan *Ultraviolet Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS)**

Data pola serapan sinar oleh  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) ditampilkan pada Gambar 4.6. Nilai energi celah pita untuk  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) diperoleh dengan melakukan *plotting* Tauc persamaan Kubelka-Munk yang ditampilkan pada Gambar 4.7. Hasil berupa energi

celah pita dirangkum pada Tabel 4.5 dan menunjukkan bahwa semua sampel bekerja pada sinar tampak pada daerah  $\lambda \sim 410$  nm.

Terjadi sedikit penurunan yang teramati pada nilai energi celah pita sampel  $x = 0$  hingga  $x = 0,20$  yang disebabkan karena menurunnya densitas elektron ikatan Ti-O dan naiknya kesterikan kation A karena substitusi ion  $\text{Bi}^{3+}$  oleh  $\text{La}^{3+}$  yang memiliki nilai jari-jari yang sedikit lebih besar (Hur, dkk., 2006) namun doping  $\text{La}^{3+}$  dilaporkan lebih berperan untuk menurunkan laju rekombinasi melalui pemisahan pasangan elektron ( $e^-$ ) dan hole ( $h^+$ ) dengan cara menangkap elektron ( $e^-$ ) yang dihasilkan oleh reaksi fotokatalisis (Wang, dkk., 2016). Ukuran kristal yang lebih kecil seiring dengan penambahan doping  $\text{La}^{3+}$  juga dapat menyebabkan turunnya energi celah pita karena adanya efek kurungan kuantum seperti yang telah dilaporkan oleh Marotti, dkk. (2006).

Nilai energi celah pita  $\text{SrTiO}_3$  dan  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  masing-masing 3,23 dan 3,06 eV. Terbentuknya fasa sekunder  $\text{SrTiO}_3$  tampak tidak mempengaruhi nilai energi celah pita. Komposisi fasa sekunder yang relatif kecil dibanding fasa utama  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  menyebabkan energi celah pita yang dimiliki sampel lebih mendekati nilai milik  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . (Maček Kržmanc, dkk., 2021).

#### **4.5 Uji Aktivitas Fotokatalis $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Terhadap Larutan Rhodamin B**

##### **4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Rhodamin B**

Spektrum rhodamin b ditampilkan pada Gambar 4.8. Diketahui bahwa panjang gelombang maksimumnya adalah 553,4 nm, hasil serupa juga telah dilaporkan pada penelitian-penelitian sebelumnya (Peng, dkk., 2017; Zhang, dkk., 2018).

#### 4.5.2 Pembuatan Kurva Standar Larutan Rhodamin B

Kurva standar larutan rhodamin b dibuat dengan konsentrasi mulai dari  $1.10^{-6}$  M (~0,48 ppm) hingga  $1.10^{-5}$  M (~4,8 ppm) dan diukur pada lambda maksimum 553,4 nm. Hasil fitting linear nilai absorbansi yang diperoleh ditampilkan pada Gambar 4.9. Didapatkan persamaan regresi linear  $y = 0,99915x + 0,04527$  dengan nilai  $R^2 = 0,9990$ . Nilai  $R^2$  mendekati 1 menunjukkan bahwa persamaan yang didapat melalui *fitting* linear memiliki kemiripan yang tinggi, sehingga hasil perhitungan yang didasarkan pada kurva standar yang telah dibuat memiliki akurasi yang tinggi.

#### 4.5.3 Pengujian Aktivitas Fotokatalitik SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; dan 0,20) Terhadap Larutan Rhodamin B

##### 4.5.3.1 Uji Kestabilan Larutan Rhodamin B

Sebelum dilakukan uji degradasi menggunakan material sampel SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0; 0,05; 0,10; 0,15 dan 0,20) larutan rhodamin b  $8 \cdot 10^{-6}$  M (~3,8 ppm) diuji kestabilannya dalam keadaan gelap (tanpa radiasi sinar ultraviolet) dan di bawah radiasi sinar ultraviolet. Hal ini dilakukan untuk mengetahui apakah terdapat degradasi yang disebabkan oleh radiasi tanpa adanya fotokatalis. Hasil uji tersebut kemudian dirangkum dalam Gambar 4.10 yang menunjukkan bahwa larutan rhodamin b memiliki kestabilan yang tinggi karena tidak adanya penurunan intensitas yang signifikan dari pengukuran absorbansi dalam waktu 0–90 menit dalam keadaan gelap maupun di bawah radiasi sinar ultraviolet.

#### 4.5.3.2 Uji Degradasi Larutan Rhodamin B menggunakan $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ )

Uji degradasi larutan rhodamin b menggunakan sampel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15 \text{ dan } 0,20$ ) dilakukan di bawah radiasi sinar UV dengan konsentrasi larutan sebesar  $8 \cdot 10^{-6} \text{ M}$  (~3,8 ppm). Setelah diukur absorbansi dalam waktu 30 dan 60 menit dan diolah berdasarkan persamaan regresi linear didapatkan hasil dari pengukuran tersebut pada Gambar 4.11 dan Tabel 4.6. Aktivitas  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  sebagai material fotokatalis ketika dilakukan doping ion  $\text{La}^{3+}$  ataupun *intergrowth* dengan  $\text{SrTiO}_3$  untuk larutan rhodamin b belum pernah diselidiki sebelumnya. Hasil persentase degradasi larutan rhodamin b menunjukkan bahwa perlakuan tanpa doping memiliki aktivitas tertinggi yang kemudian diikuti oleh  $x = 0,20; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,05$  secara berurutan. Ditemukan dalam Penelitian ini bahwa perlakuan doping tidak dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik material  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ , namun adanya peningkatan doping dari 0,05 hingga 0,20 menunjukkan adanya peningkatan aktivitas fotokatalitik terhadap larutan rhodamin b.

Penurunan energi celah pita yang tidak signifikan pada seluruh sampel menunjukkan bahwa  $E_g$  tidak berperan utama dalam aktivitas fotokatalitik untuk sampel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15 \text{ dan } 0,20$ ). Adapun peristiwa turunnya aktivitas fotokatalitik  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dalam penelitian setelah dilakukan tambahan doping  $\text{La}^{3+}$  dapat disebabkan karena adanya pengotor  $\text{SrTiO}_3$  yang ditemukan dalam sampel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,05; 0,10; 0,15 \text{ dan } 0,20$ ). Ditemukannya fasa sekunder  $\text{SrTiO}_3$  dengan komposisi tertentu dapat menyebabkan penurunan aktivitas fotokatalitik suatu material yang terintegrasi dengannya (Tian & Mho, 2003; Zhao, dkk., 2015). Zhao, dkk. (2015) melaporkan

bahwa pada perlakuan sintesis hidrotermal selama 6 dan 8 jam terjadi saturasi jumlah  $\text{SrTiO}_3$  dalam material *intergrowth*  $\text{SrTiO}_3/\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ , yang menyebabkan aktivitas fotokatalis pada perlakuan tersebut menurun dibandingkan sampel  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  tanpa  $\text{SrTiO}_3$ .

Hasil degradasi larutan rhodamin b (~3,8 ppm) pada Gambar 4.11 mengonfirmasi adanya pengaruh pengotor dalam fotokatalis yang telah disintesis. Perlakuan  $x = 0$  yang terbentuk fasa tunggal menunjukkan aktivitas yang lebih tinggi dibandingkan  $x = 0,05-0,20$  yang memiliki fasa pengotor  $\text{SrTiO}_3$ . Adapun peningkatan aktivitas fotokatalitik untuk sampel  $x = 0,5$  hingga  $x = 0,20$  bersesuaian dengan analisis morfologi partikel yang telah disampaikan pada sub-bab 4.3 lebih tepatnya Gambar 4.5 di mana ukuran partikelnya bergeser ke ukuran yang lebih kecil.

#### **4.6 Sintesis Fotokatalis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Terdoping $\text{La}^{3+}$ Dalam Perspektif Islam**

Material fotokatalis  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) yang telah disintesis terbukti dapat mendegradasi larutan rhodamin b di bawah radiasi sinar *ultraviolet* dengan maksimal angka degradasi 29,77%. Membuktikan bahwa material yang dihasilkan dapat menjadi solusi untuk menanggulangi perbuatan manusia yang berlebih-lebihan (*israf*) seperti diungkapkan di QS. al-An'am (6):141 dan QS. al-A'raf (7):31 yang telah dibahas pada sub-bab 2.7.

Meskipun sintesis yang telah dilakukan tidak terbentuk fasa murni  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) sehingga tidak ditemukan peningkatan efektivitas material fotokatalis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  akibat doping  $\text{La}^{3+}$  tidak serta-merta menafikan manfaat dari penelitian ini. Karena telah diuraikan analisis mengenai

kemungkinan-kemungkinan penyebab terjadinya hal tersebut serta bagaimana cara menanggulangnya. Sehingga diharapkan penelitian ini dapat dijadikan rujukan agar penelitian selanjutnya membuahkan hasil yang lebih baik.

## **BAB V PENUTUP**

### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian disimpulkan bahwa material fotokatalis  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) berhasil disintesis menggunakan metode lelehan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4:\text{K}_2\text{SO}_4$ . Tidak ditemukan pengotor pada sampel  $x = 0$ , namun  $\text{SrTiO}_3$  sebagai fasa pengotor ditemukan pada sampel  $x = 0,05$  hingga  $x = 0,20$ . Sampel memiliki morfologi *platelike* khas senyawa lapis bismuth, walaupun ditemukan peningkatan aglomerat seiring naiknya jumlah dopan  $\text{La}^{3+}$ .  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) sebagai material fotokatalis dapat bekerja di bawah sinar tampak dengan energi celah pita sebesar  $2,97\text{--}3,06$  eV. Sampel  $x = 0$  terbukti memiliki kemampuan degradasi larutan rhodamin b tertinggi yaitu  $29,77\%$  dalam waktu 60 menit.

### **5.1 Saran**

Perlu dilakukan pengulangan sintesis hingga terbentuk fasa tunggal sampel  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,05; 0,10; 0,15$  dan  $0,20$ ) serta pengukuran menggunakan spektroskopi fotoluminesensi sehingga analisis material sebagai fotokatalis lebih jelas. Uji degradasi dapat dilanjutkan untuk waktu yang lebih lama serta beberapa pengulangan dan pengaplikasian untuk sampel riil dari lingkungan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Amin, M. 2016. Wawasan Al-Qur'an Tentang Manusia dan Lingkungan Hidup Sebuah Kajian Tafsir Tematik. *Nizham*, 05(02): 188-203.
- Alemi, A. A., Kashfi, R., dan Shabani, B. 2014. Preparation and characterization of novel Ln ( $Gd^{3+}$ ,  $Ho^{3+}$  and  $Yb^{3+}$ )-doped  $Bi_2MoO_6$  with Aurivillius layered structures and photocatalytic activities under visible light irradiation. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 392: 290-298.
- Cao, Z., Wang, C., Zhao, T., Yu, S., Wu, H., Wang, Y., Wang, Q., Liang, Y., Wei, T., Zhang, Y., Liu, Y., dan Tang, X. 2015. Piezoelectric Properties and Thermal Stabilities of Strontium Bismuth Titanate ( $SrBi_4Ti_4O_{15}$ ). *Ceramics International*, 41(10): 13974-13982.
- Chang, Y., Ning, H., Wu, J., Zhang, S., Lü, T., Yang, B., dan Cao, W. 2014. Formation Mechanism of (001) Oriented Perovskite  $SrTiO_3$  Microplatelets Synthesized by Topochemical Microcrystal Conversion. *Inorganic Chemistry*, 53(20): 11060-11067.
- Chang, Y., Wu, J., Yang, B., Zhang, S., Lü, T., dan Cao, W. 2014. Synthesis and Properties of High Aspect Ratio  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  Microplatelets. *Materials Letters*, 129: 126-129.
- Chatterjee, A. K. 2001. 8 - X-Ray Diffraction. *Handbook of Analytical Techniques in Concrete Science and Technology*. V. S. Ramachandran and James J. Beaudoin. Norwich, NY, William Andrew Publishing: 275-332.
- Choi, W. S., Chisholm, M. F., Singh, D. J., Choi, T., Jellison, G. E., dan Lee, H. N. 2012. Wide Bandgap Tunability in Complex Transition Metal Oxides by Site-Specific Substitution. *Nature Communications*, 3(1): 689.
- Chu, R. Q., Xu, Z. J., Zhu, Z. G., Li, G. R., dan Yin, Q. R. 2005. Synthesis of  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  Powder and Ceramic Via Auto-Combustion of Citrate-Nitrate Gel. *Materials Science and Engineering: B*, 122(2): 106-109.
- Dai, Z., Qin, F., Zhao, H., Ding, J., Liu, Y., dan Chen, R. 2016. Crystal Defect Engineering of Aurivillius  $Bi_2MoO_6$  by Ce Doping for Increased Reactive Species Production in Photocatalysis. *ACS Catalysis*, 6(5): 3180-3192.
- Das, K., Majhi, D., Bhoi, Y. P., dan Mishra, B. G. 2019. Combustion Synthesis, Characterization and Photocatalytic Application of  $CuS/Bi_4Ti_3O_{12}$  P-N Heterojunction Materials Towards Efficient Degradation of 2-Methyl-4-

Chlorophenoxyacetic Acid Herbicide under Visible Light. *Chemical Engineering Journal*, 362: 588-599.

Desario, P. A., dan Gray, K. A. 2012. 13 - Passive Systems to Improve Air Quality and Reduce Heat Retention in the Urban Environment. *Metropolitan Sustainability*. Frank Zeman, Woodhead Publishing: 292-316.

Ding, Z. Z., Tang, X. Q., Ren, J. C., Liu, X. Z., Chen, Y. K., Xia, Z. Y., Cao, L., Chen, X. Q., dan Yang, F. J. 2020. Tuning the Band Gaps of Ferroelectric Aurivillius Compounds by Transition Metal Substitution. *Ceramics International*, 46(6): 8314-8319.

Fujishima, A., dan Honda, K.. 1972. Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode. *Nature*, 238(5358): 37-38.

Grundmann, M. 2006. *The Physics of Semiconductors: An Introduction Including Devices and Nanophysics*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.

Hao, H., Liu, H., Liu, Y., Cao, M., dan Ouyang, S. 2007. Lead-Free SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> and Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> Material Fabrication Using the Microwave-Assisted Molten Salt Synthesis Method. *Journal of the American Ceramic Society*, 90(5): 1659-1662.

He, H., Yin, J., Li, Y., Zhang, Y., Qiu, H., Xu, J., Xu, T., dan Wang, C. 2014. Size Controllable Synthesis of Single-Crystal Ferroelectric Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> Nanosheet Dominated with (001) Facets toward Enhanced Visible-Light-Driven Photocatalytic Activities. *Applied Catalysis B: Environmental*, 156-157: 35-43.

He, R., Xu, D., Cheng, B., Yu, J., dan Ho, W. 2018. Review on Nanoscale Bi-Based Photocatalysts. *Nanoscale Horizons*, 3(5): 464-504.

Hoffmann, M. R., Martin, S. T., Choi, W., dan Bahnemann, D. W. 1995. Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Reviews*, 95(1): 69-96.

Hou, R. Z., dan Chen, X. M. 2004. La<sup>3+</sup> Substitution in Four-Layers Aurivillius Phase SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>. *Solid State Communications*, 130(7): 469-472.

Hur, S. G., Kim, T. W., Hwang, S., dan Choy, J. 2006. Influences of A- and B-Site Cations on the Physicochemical Properties of Perovskite-Structured A(In<sub>1/3</sub>Nb<sub>1/3</sub>B<sub>1/3</sub>)O<sub>3</sub> (A=Sr, Ba; B=Sn, Pb) Photocatalysts. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 183(1): 176-181.

- Jia, C., Chen, Y., dan Zhang, W. F. 2009. Optical Properties of Aluminum-, Gallium-, and Indium-Doped  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Thin Films. *Journal of Applied Physics*, 105(11): 113108.
- Katsir, I. 2019. *Tafsir Ibnu Katsir*. Solo: Insan Kamil.
- Kennedy, B. J., Zhou, Q., Ismunandar, Kubota, Y., dan Kato, K. 2008. Cation Disorder and Phase Transitions in the Four-Layer Ferroelectric Aurivillius Phases  $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $A=\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba}, \text{Pb}$ ). *Journal of Solid State Chemistry*, 181(6): 1377-1386.
- Kikuchihara, A., Sakurai, F., dan Kimura, T. 2012. Preparation of Platelike  $\text{NaNbO}_3$  Particles by Single-Step Molten Salt Synthesis. *Journal of the American Ceramic Society*, 95(5): 1556-1562.
- Kimura, T. 2011. Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders. *Advances in Ceramics - Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications*. Costas Sikalidis. IntechOpen, IntechOpen.
- Lewis, N. S. 2001. Light Work with Water. *Nature*, 414(6864): 589-590.
- Maček, K., Marjeta, D., Nina, Č., Alja, S., Saswati, K., Khaja M., Likozar, B., dan Spreitzer, M. 2021.  $\text{SrTiO}_3/\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Nanoheterostructural Platelets Synthesized by Topotactic Epitaxy as Effective Noble-Metal-Free Photocatalysts for pH-Neutral Hydrogen Evolution. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 13(1): 370-381.
- Marotti, R. E., Giorgi, P., Machado, G., dan Dalchiele, E. A. 2006. Crystallite Size Dependence of Band Gap Energy for Electrodeposited ZnO Grown at Different Temperatures. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 90(15): 2356-2361.
- Moure, A. 2018. Review and Perspectives of Aurivillius Structures as a Lead-Free Piezoelectric System. *Applied Sciences*, 8(1): 62.
- Naresh, G., dan Mandal, T. K. 2014. Excellent Sun-Light-Driven Photocatalytic Activity by Aurivillius Layered Perovskites,  $\text{Bi}_{5-x}\text{La}_x\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$  ( $x = 1, 2$ ). *ACS Appl Mater Interfaces*, 6(23): 21000-21010.
- Naresh, G., Malik, J., Meena, V., dan Mandal, T. K. 2018. pH-Mediated Collective and Selective Solar Photocatalysis by a Series of Layered Aurivillius Perovskites. *ACS Omega*, 3(9): 11104-11116.

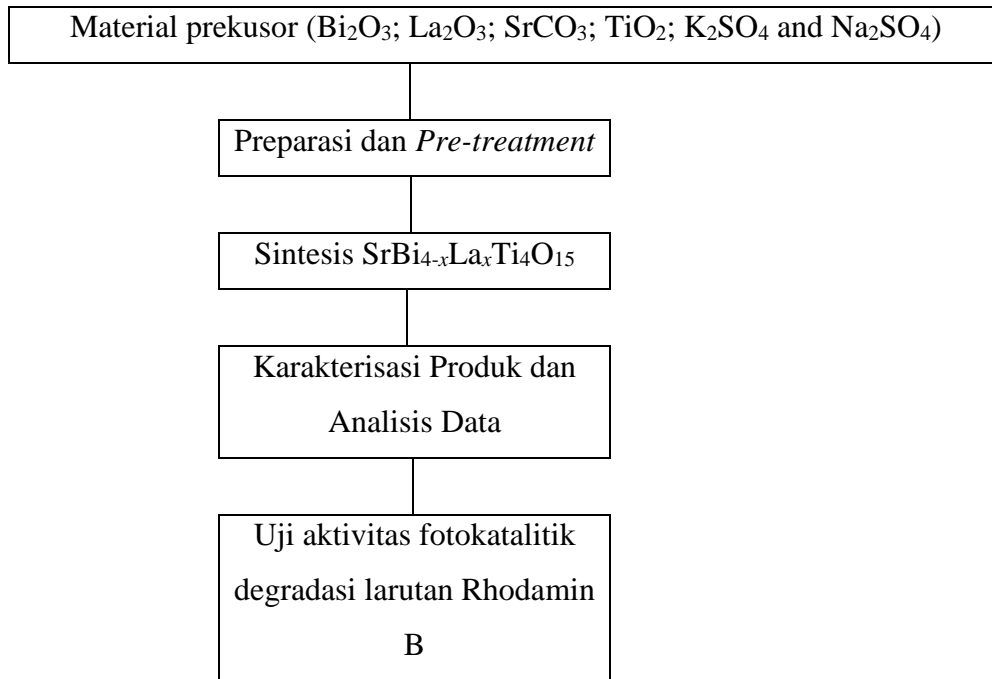
- Naresh, G., dan Mandal, T. K. 2015. Efficient COD Removal Coinciding with Dye Decoloration by Five-Layer Aurivillius Perovskites under Sunlight-Irradiation. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 3(11): 2900-2908.
- Nayak, P., Badapanda, T., dan Panigrahi, S. 2016. Dielectric and Ferroelectric Properties of Lanthanum Modified SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> Ceramics. *Materials Letters*, 172: 32-35.
- Nayak, P., Badapanda, T., dan Panigrahi, S. 2017. Investigation of Site Selectivity of Lanthanum in SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> Ceramic by Structural, Dielectric, Ferroelectric and Conduction Behavior. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28(1): 625-632.
- Nayak, P., Badapanda, T., Pattanayak, R., Mishra, A., Anwar, S., Sahoo, P., dan Panigrahi, S. 2014. Structural, Electrical, and Optical Behavior of Strontium Bismuth Titanate Ceramic. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45(4): 2132-2141.
- Niu, S., Zhang, R., Zhang, X., Xiang, J., dan Guo, C. 2020. Morphology-Dependent Photocatalytic Performance of Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub>. *Ceramics International*, 46(5): 6782-6786.
- Peng, Y., Zhang, Y., Tian, F., Zhang, J., dan Yu, J. 2017. Structure Tuning of Bi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> and Their Enhanced Visible Light Photocatalytic Performances. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 42(5): 347-372.
- Razavi-Khosroshahi, H., Mohammadzadeh, S., dan Fuji, M.. 2020. Bi<sub>4</sub>TaO<sub>8</sub>Cl/Graphene Nanocomposite for Photocatalytic Water Splitting. *Advanced Powder Technology*, 31(1): 381-386.
- Shihab, M. Q. 2002. Tafsir Al Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an. Jakarta: Lentera Hati.
- as-Suyuthi, I. J. 2018. *Asbabun Nuzul Latar Belakang Turunnya Ayat-Ayat Al-Quran*. Bandung: Penerbit Jamal.
- Shannon, R. 1976. Revised Effective Ionic Radii and Systematic Studies of Interatomic Distances in Halides and Chalcogenides. *Acta Crystallographica Section A*, 32(5): 751-767.
- Sun, H., Yao, T., Xie, X., Lu, Y., Wang, Y., Xu, Z., Han, J., dan Chen, X. 2019. Ni, Eu-Co Doping Effect on the Photocatalytic Activity and Magnetic Recyclability in Multifunctional Single-Phase Photocatalysts Bi<sub>5</sub>FeTi<sub>3</sub>O<sub>15</sub>. *Journal of Colloid and Interface Science*, 534: 499-508.

- Tang, Q., Kan, Y., Wang, P., Li, Y., dan Zhang, G. 2007. Nd/V Co-Doped  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Powder Prepared by Molten Salt Synthesis. *Journal of the American Ceramic Society*, 90(10): 3353-3356.
- Tian, L., dan Mho, S. 2003. Enhanced Luminescence of  $\text{SrTiO}_3:\text{Pr}^{3+}$  by Incorporation of  $\text{Li}^+$  Ion. *Solid State Communications*, 125(11): 647-651.
- Tilley, R. J. D. 2005. Defects in Solids. *Encyclopedia of Inorganic Chemistry*.
- Toby, B. H. 2006. R Factors in Rietveld Analysis: How Good Is Good Enough? *Powder Diffraction*, 21(1): 67-70.
- Tu, S., Zhang, Y., Reshak, A. H., Auluck, S., Ye, L., Han, X., Ma, T., dan Huang, H. 2019. Ferroelectric Polarization Promoted Bulk Charge Separation for Highly Efficient  $\text{CO}_2$  Photoreduction of  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . *Nano Energy*, 56: 840-850.
- Wang, D., Shen, H., Guo, L., Wang, C., Fu, F., dan Liang, Y. 2016. La and F co-Doped  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  Architectures with Enhanced Photocatalytic Performance Via Synergistic Effect. *RSC Advances*, 6(75): 71052-71060.
- Xie, H., Wang, K., Yao, Y., Zhao, Y., dan Wang, X. 2013. Pechini Sol-Gel Preparation and Photocatalytic Properties of  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . *Advances in Material Chemistry*, 01(01): 1-4.
- Xie, X., Sun, H., Xu, Z., Wang, M., Chen, X., dan Han, J. 2019. Aurivillius  $\text{Bi}_7\text{Fe}_{3-x}\text{Ni}_x\text{Ti}_3\text{O}_{21}$  Nanostructures as Recyclable Photocatalysts. *New Journal of Chemistry*, 43(37): 14714-14719.
- Xu, Z., Chu, R., Hao, J., Li, G., dan Yin, Q. 2008. A Novel Hybrid Method of Sol-Gel and Ultrasonic Atomization Synthesis and Piezoelectric Properties of  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 91(3): 910-913.
- Xue, P., Wu, H., Lu, Y., dan Zhu, X. 2018. Recent Progress in Molten Salt Synthesis of Low-Dimensional Perovskite Oxide Nanostructures, Structural Characterization, Properties, and Functional Applications: A Review. *Journal of Materials Science & Technology*, 34(6): 914-930.
- Yin, X., Li, X., Gu, W., Zou, W., Liu, H., Zhu, L., Fu, Z., dan Lu, Y. 2018. Morphology Effect on Photocatalytic Activity in  $\text{Bi}_3\text{Fe}_{0.5}\text{Nb}_{1.5}\text{O}_9$ . *Nanotechnology*, 29(26): 265706.

- Yin, X., Li, X., Liu, H., Gu, W., Zou, W., Zhu, L., Fu, Z., dan Lu, Y.. 2018. Realizing Selective Water Splitting Hydrogen/Oxygen Evolution on Ferroelectric  $\text{Bi}_3\text{Ti}_n\text{BO}_9$  Nanosheets. *Nano Energy*, 49: 489-497.
- Zarubin, I. A., Vlasenko, V. G., Shuvaev, A. T., Petin, G. P., dan Shuvaeva, E. T. 2008. Effect of Doping on the Crystal Structure and Dielectric Properties of the Aurivillius Phase  $\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 72(10): 1406-1409.
- Zhang, P., Yi, Y., Yu, C., Li, W., Liao, P., Tian, R., Zhou, M., Zhou, Y., Li, B., Fan, M., dan Dong, L.. 2018. High Photocatalytic Activity of Lanthanum Doped  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  Nanosheets with Exposed (0 0 1) Facets. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 29(10): 8617-8629.
- Zhang, X., Zhang, H., Jiang, H., Yu, F., dan Shang, Z.i. 2020. Hydrothermal Synthesis and Characterization of  $\text{Ce}^{3+}$  Doped  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  for Water Treatment. *Catalysis Letters*, 150(1): 159-169.
- Zhao, W., Wang, H., Feng, X., Jiang, W., Zhao, D., dan Li, J. 2015. Hydrothermal Synthesis and Photocatalytic Activities of  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{SrTiO}_3$  Composite Micro-Platelets. *Materials Research Bulletin*, 70: 179-183.
- Zhao, Z., Li, X., Ji, H., dan Deng, M.. 2014. Formation Mechanism of Plate-Like  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Particles in Molten Salt Fluxes. *Integrated Ferroelectrics*, 154(1): 154-158.
- Zhou, J., Wang, Y., Liu, B., dan Li, F. 2010. Energy Transfer between Eu–Mn and Photoluminescence Properties of  $\text{Ba}_{0.75}\text{Al}_{11}\text{O}_{17.25}\text{--BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}:\text{Eu}^{2+}, \text{Mn}^{2+}$  Solid Solution. *Journal of Applied Physics*, 108(3): 033106.
- Zhu, J., He, J., dan Chen, X. 2006. Substitution Site of Lanthanum Ions in La-Doped  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  and  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}\text{--SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . *Integrated Ferroelectrics*, 79(1): 265-271.
- Zulhadjri, Afni, Ella, S., dan Arief, S. 2013. Sintesis Senyawa Aurivillius  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Yang Didoping Kation  $\text{La}^{3+}$  Dengan Metode Lelehan Garam. Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung, 6.

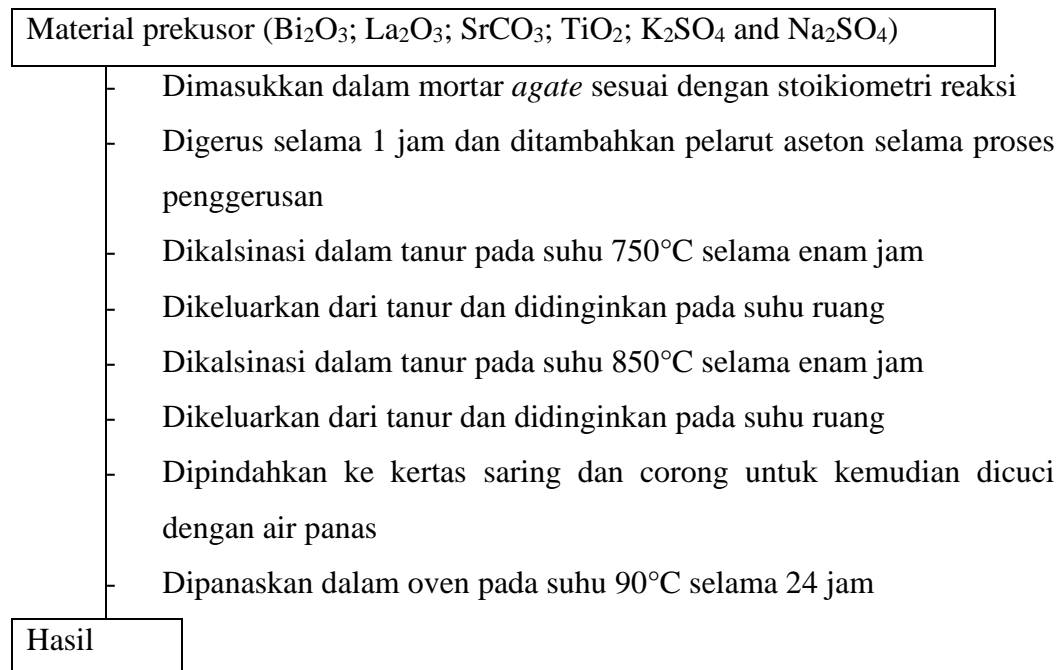
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Penelitian

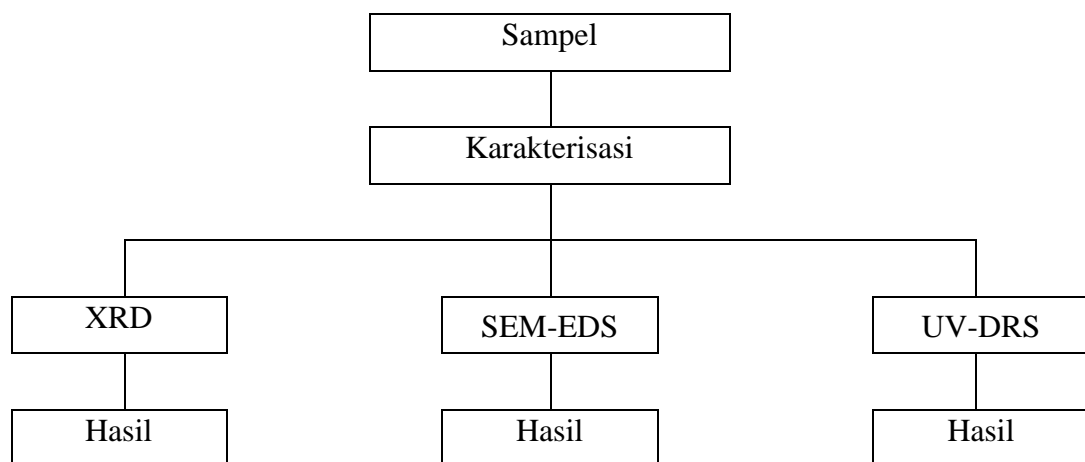


## Lampiran 2. Diagram Alir

### 1. Sintesis $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Metode Lelehan Garam

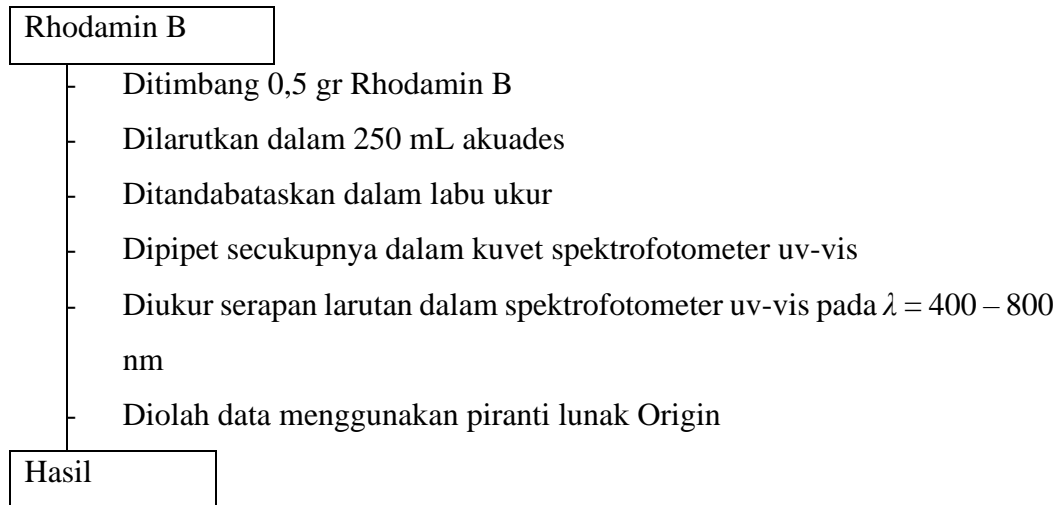


### 2. Karakterisasi $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$

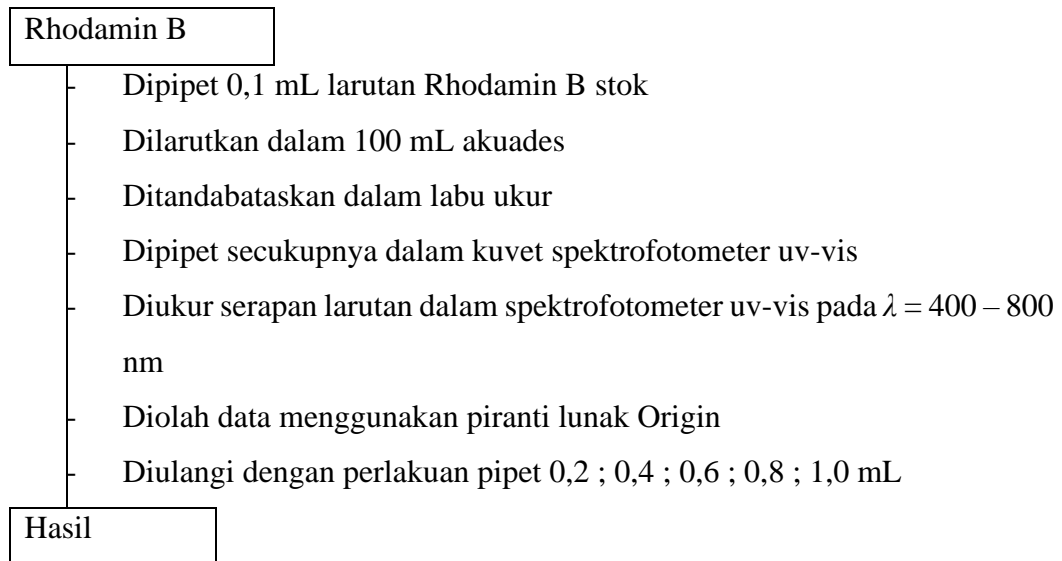


### 3. Uji Aktivitas Fotokatalitik $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; \text{ dan } 0,20$ ) Terhadap Larutan Rhodamin B

#### a. Penentuan Lambda Maksimum Larutan Rhodamin B



#### b. Pembuatan Kurva Standar Larutan Rhodamin B



**c. Uji Kestabilan Larutan Rhodamin B**

Rhodamin B
------------

Dipipet 0,8 mL larutan stok Rhodamin B  
Dilartukan dalam 100 mL akuades  
Ditandabatkan dalam labu ukur  
Dipipet secukupnya dalam kuvet spektrofotometer uv-vis  
Diukur serapan larutan dalam spektrofotometer uv-vis pada  $\lambda = 400 - 800$  nm  
Dituang 50 mL larutan dalam gelas beker  
Disimpan dalam fotoreaktor dalam keadaan gelap  
Diukur serapan larutan dalam spektrofotometer uv-vis pada  $\lambda = 400 - 800$  nm setelah waktu (t) = 10 menit  
Diulangi dengan perubahan waktu t = 20; 30; 40; 50; 60 menit serta untuk perlakuan di bawah radiasi UV oleh fotoreaktor  
Diolah data menggunakan piranti lunak Origin

Hasil
-------

**d. Uji Aktivitas Fotokatalitik SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> ( $x = 0; 0,05; 0,10; 0,15;$  dan  $0,20$ ) Untuk Degradasi Larutan Rhodamin B**

Rhodamin B

Dipindahkan ke gelas beker 50 mL

Dipipet secukupnya untuk uji spektrofotometer uv-vis

Diukur serapan larutan dalam spektrofotometer uv-vis pada  $\lambda = 400 - 800$  nm

Ditambahkan 0,1 gram sampel  $x = 0$

Dimasukkan dalam fotoreaktor tanpa radiasi UV dan diaduk dengan stirrer selama 30 menit

Diradiasi dengan sinar UV selama 30 menit

Dikeluarkan dari fotoreaktor

Disaring ke dalam tabung reaksi

Dipipet secukupnya untuk uji spektrofotometer uv-vis

Diukur serapan larutan dalam spektrofotometer uv-vis pada  $\lambda = 400 - 800$  nm

Diulangi dengan perubahan waktu  $t = 60$  menit serta untuk sampel  $x = 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$

Diolah data menggunakan piranti lunak Origin

Hasil

### Lampiran 3. Perhitungan Dalam Sintesis Material

#### 1. Reaksi dan Perhitungan dalam Sintesis Material

Reaksi:



#### 2. Perhitungan Berat Prekursor yang digunakan

Diketahui:

Mr SrBi <sub>4</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub>	= 1355 gr/mol
Mr Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	= 465,96 gr/mol
Mr La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	= 325,81 gr/mol
Mr SrCO <sub>3</sub>	= 147,63 gr/mol
Mr TiO <sub>2</sub>	= 79,87 gr/mol
Mr Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	= 142,04 gr/mol
Mr K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	= 174.26 gr/mol
Target sintesis	= 2,5 gr

$$x = 0$$

Diketahui:

$$\text{Mr SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 1355 \text{ gr/mol}$$

- Perhitungan mol

$$\text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{4 \text{ gr}}{1355 \text{ gr/mol}} = 0,001845 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol SrCO}_3 &= \text{Mol SrCO}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 1 \times 0,001845 \text{ mol} \\ &= 0,001845 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol La}_2\text{O}_3 &= \text{Mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 0 \times 0,001845 \text{ mol} \\ &= 0 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 2 \times 0,001845 \text{ mol} \\ &= 0,00369 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_2 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 4 \times 0,001845 \text{ mol} \\ &= 0,00738 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 7 \times 0,001845 \text{ mol} \\ &= 0,0129 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \\ &= 0,0129 \text{ mol} \end{aligned}$$

- Perhitungan massa

$$\begin{aligned} \text{Massa SrCO}_3 &= \text{Mol SrCO}_3 \times \text{Mr SrCO}_3 = 0,001845 \text{ mol} \times 147,63 \text{ gr/mol} \\ &= 0,2724 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa La}_2\text{O}_3 &= \text{Mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mr La}_2\text{O}_3 = 0 \text{ mol} \times 325,81 \text{ gr/mol} \\ &= 0 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Bi}_2\text{O}_3 = 0,00369 \text{ mol} \times 465,96 \text{ gr/mol} \\
 &= 1,7194 \text{ gr} \\
 \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_2 \times \text{Mr TiO}_2 = 0,00738 \text{ mol} \times 79,87 \text{ gr/mol} \\
 &= 0,5894 \text{ gr} \\
 \text{Massa Na}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr Na}_2\text{SO}_4 = 0,0129 \text{ mol} \times 142,04 \text{ gr/mol} \\
 &= 1,8345 \text{ gr} \\
 \text{Massa K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol K}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr K}_2\text{SO}_4 = 0,0129 \text{ mol} \times 174,26 \text{ gr/mol} \\
 &= 2,2506 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

$$x = 0,05$$

Diketahui:

$$\text{Mr SrBi}_{3,95}\text{La}_{0,05}\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 1351,50 \text{ gr/mol}$$

- Perhitungan mol

$$\text{Mol SrBi}_{3,95}\text{La}_{0,05}\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{4 \text{ gr}}{1351,5 \text{ gr/mol}} = 0,001850 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol SrCO}_3 &= \text{Mol SrCO}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 1 \times 0,001850 \text{ mol} \\
 &= 0,001850 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol La}_2\text{O}_3 &= \text{Mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{0,05}{2} \times 0,001850 \text{ mol} \\
 &= 0,00005 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{(4-0,05)}{2} \times 0,001850 \text{ mol} \\
 &= 0,00365 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_2 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 4 \times 0,001850 \text{ mol} \\
 &= 0,00740 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 7 \times 0,001850 \text{ mol} \\
 &= 0,0129 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \\
 &= 0,0129 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

- Perhitungan massa

$$\begin{aligned}
 \text{Massa SrCO}_3 &= \text{Mol SrCO}_3 \times \text{Mr SrCO}_3 = 0,001850 \text{ mol} \times 147,63 \text{ gr/mol} \\
 &= 0,2724 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa La}_2\text{O}_3 &= \text{Mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mr La}_2\text{O}_3 = 0,00005 \text{ mol} \times 325,81 \text{ gr/mol} \\
 &= 0,0151 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Bi}_2\text{O}_3 = 0,00365 \text{ mol} \times 465,96 \text{ gr/mol} \\
 &= 1,7023 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_2 \times \text{Mr TiO}_2 = 0,00740 \text{ mol} \times 79,87 \text{ gr/mol} \\
 &= 0,5894 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Na}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr Na}_2\text{SO}_4 = 0,0129 \text{ mol} \times 142,04 \text{ gr/mol} \\
 &= 1,8345 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol K}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr K}_2\text{SO}_4 = 0,0129 \text{ mol} \times 174,26 \text{ gr/mol} \\
 &= 2,2564 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

$$x = 0,10$$

Diketahui:

$$\text{Mr SrBi}_{3,90}\text{La}_{0,10}\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 1348 \text{ gr/mol}$$

- Perhitungan mol

$$\text{Mol SrBi}_{3,90}\text{La}_{0,10}\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{4 \text{ gr}}{1348 \text{ gr/mol}} = 0,001855 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol SrCO}_3 &= \text{Mol SrCO}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 1 \times 0,001855 \text{ mol} \\ &= 0,001855 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol La}_2\text{O}_3 &= \text{Mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{0,10}{2} \times 0,001855 \text{ mol} \\ &= 0,00009 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{(4-0,10)}{2} \times 0,001855 \text{ mol} \\ &= 0,00369 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_2 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 4 \times 0,001855 \text{ mol} \\ &= 0,00738 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 7 \times 0,001855 \text{ mol} \\ &= 0,0130 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \\ &= 0,0130 \text{ mol} \end{aligned}$$

- Perhitungan massa

$$\begin{aligned} \text{Massa SrCO}_3 &= \text{Mol SrCO}_3 \times \text{Mr SrCO}_3 = 0,001855 \text{ mol} \times 147,63 \text{ gr/mol} \\ &= 0,2738 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa La}_2\text{O}_3 &= \text{Mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mr La}_2\text{O}_3 = 0,00009 \text{ mol} \times 325,81 \text{ gr/mol} \\ &= 0,0302 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Bi}_2\text{O}_3 = 0,00369 \text{ mol} \times 465,96 \text{ gr/mol} \\ &= 1,6851 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_2 \times \text{Mr TiO}_2 = 0,00738 \text{ mol} \times 79,87 \text{ gr/mol} \\ &= 0,5925 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Na}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr Na}_2\text{SO}_4 = 0,0130 \text{ mol} \times 142,04 \text{ gr/mol} \\ &= 1,8440 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol K}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr K}_2\text{SO}_4 = 0,0130 \text{ mol} \times 174,26 \text{ gr/mol} \\ &= 2,2623 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$x = 0,15$$

Diketahui:

$$\text{Mr SrBi}_{3,85}\text{La}_{0,15}\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 1344,50 \text{ gr/mol}$$

- Perhitungan mol

$$\text{Mol SrBi}_{3,85}\text{La}_{0,15}\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{4 \text{ gr}}{1344,5 \text{ gr/mol}} = 0,001859 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol SrCO}_3 &= \text{Mol SrCO}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 1 \times 0,001859 \text{ mol} \\
 &= 0,001859 \text{ mol} \\
 \text{Mol La}_2\text{O}_3 &= \text{Mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{0,15}{2} \times 0,001859 \text{ mol} \\
 &= 0,00014 \text{ mol} \\
 \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{(4-0,15)}{2} \times 0,001859 \text{ mol} \\
 &= 0,00358 \text{ mol} \\
 \text{Mol TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_2 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 4 \times 0,001859 \text{ mol} \\
 &= 0,00744 \text{ mol} \\
 \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 7 \times 0,001859 \text{ mol} \\
 &= 0,0130 \text{ mol} \\
 \text{Mol K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \\
 &= 0,0130 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

- Perhitungan massa

$$\begin{aligned}
 \text{Massa SrCO}_3 &= \text{Mol SrCO}_3 \times \text{Mr SrCO}_3 = 0,001859 \text{ mol} \times 147,63 \text{ gr/mol} \\
 &= 0,2745 \text{ gr} \\
 \text{Massa La}_2\text{O}_3 &= \text{Mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mr La}_2\text{O}_3 = 0,00014 \text{ mol} \times 325,81 \text{ gr/mol} \\
 &= 0,0454 \text{ gr} \\
 \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Bi}_2\text{O}_3 = 0,00358 \text{ mol} \times 465,96 \text{ gr/mol} \\
 &= 1,6679 \text{ gr} \\
 \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_2 \times \text{Mr TiO}_2 = 0,00744 \text{ mol} \times 79,87 \text{ gr/mol} \\
 &= 0,5940 \text{ gr} \\
 \text{Massa Na}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr Na}_2\text{SO}_4 = 0,0130 \text{ mol} \times 142,04 \text{ gr/mol} \\
 &= 1,8488 \text{ gr} \\
 \text{Massa K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol K}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr K}_2\text{SO}_4 = 0,0130 \text{ mol} \times 174,26 \text{ gr/mol} \\
 &= 2,2682 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

$$x = 0,20$$

Diketahui:

$$\text{Mr SrBi}_{3,80}\text{La}_{0,20}\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 1340,99 \text{ gr/mol}$$

- Perhitungan mol

$$\begin{aligned}
 \text{Mol SrBi}_{3,80}\text{La}_{0,20}\text{Ti}_4\text{O}_{15} &= \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{4 \text{ gr}}{1340,99 \text{ gr/mol}} = 0,001864 \text{ mol} \\
 \text{Mol SrCO}_3 &= \text{Mol SrCO}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 1 \times 0,001864 \text{ mol} \\
 &= 0,001864 \text{ mol} \\
 \text{Mol La}_2\text{O}_3 &= \text{Mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{0,20}{2} \times 0,001864 \text{ mol} \\
 &= 0,00019 \text{ mol} \\
 \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{(4-0,15)}{2} \times 0,001864 \text{ mol} \\
 &= 0,00354 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_2 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 4 \times 0,001864 \text{ mol} \\ &= 0,00746 \text{ mol} \\ \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{O},00354\text{SO}_4 \times \text{Mol SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = 7 \times 0,001864 \text{ mol} \\ &= 0,00131 \text{ mol} \\ \text{Mol K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \\ &= 0,00131 \text{ mol} \end{aligned}$$

- Perhitungan massa

$$\begin{aligned} \text{Massa SrCO}_3 &= \text{Mol SrCO}_3 \times \text{Mr SrCO}_3 = 0,001864 \text{ mol} \times 147,63 \text{ gr/mol} \\ &= 0,2752 \text{ gr} \\ \text{Massa La}_2\text{O}_3 &= \text{Mol La}_2\text{O}_3 \times \text{Mr La}_2\text{O}_3 = 0,00019 \text{ mol} \times 325,81 \text{ gr/mol} \\ &= 0,0607 \text{ gr} \\ \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Bi}_2\text{O}_3 = 0,00354 \text{ mol} \times 465,96 \text{ gr/mol} \\ &= 1,6505 \text{ gr} \\ \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_2 \times \text{Mr TiO}_2 = 0,00746 \text{ mol} \times 79,87 \text{ gr/mol} \\ &= 0,5956 \text{ gr} \\ \text{Massa Na}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol Na}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr Na}_2\text{SO}_4 = 0,00131 \text{ mol} \times 142,04 \text{ gr/mol} \\ &= 1,8536 \text{ gr} \\ \text{Massa K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol K}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr K}_2\text{SO}_4 = 0,00131 \text{ mol} \times 174,26 \text{ gr/mol} \\ &= 2,2741 \text{ gr} \end{aligned}$$

#### Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD

GROUP\_COUNT = 1  
 GONIO = MiniFlex 300/600, 150  
 ATTACHMENT = Standard Sample Stage  
 ASC = 0, 0, 0.000000, 0.000000  
 FILTER = K-beta(x1.5)  
 C\_MONOCHRO = None, 0.000000  
 SLIT\_NAME = 0, IHS  
 SLIT\_NAME = 1, DS  
 SLIT\_NAME = 2, SS  
 SLIT\_NAME = 3, RS  
 COUNTER = D/teX Ultra2, 0  
 POS\_FORMAT = 0  
 SCAN\_AXIS = 2theta/theta  
 MEAS\_MODE = Continuous Scanning  
 TARGET = 29  
 XRAY\_CHAR = K-ALPHA  
 WAVE\_LENGTH1 = 1.54059  
 WAVE\_LENGTH2 = 1.54441  
 THICKNESS = 0, 0.000000  
 MU = 0, 0.000000  
 SCAN\_MODE = 2theta/theta  
 SPEED\_DIM = sec./step  
 XUNIT = deg.  
 YUNIT = cps  
 SCALE\_MODE = 1  
 REP\_COUNT = 0  
 SE\_COUNT = 0  
 SEC\_COUNT = 1  
 TSPEC\_SIZE = 0  
 EXTRA\_SIZE = 0

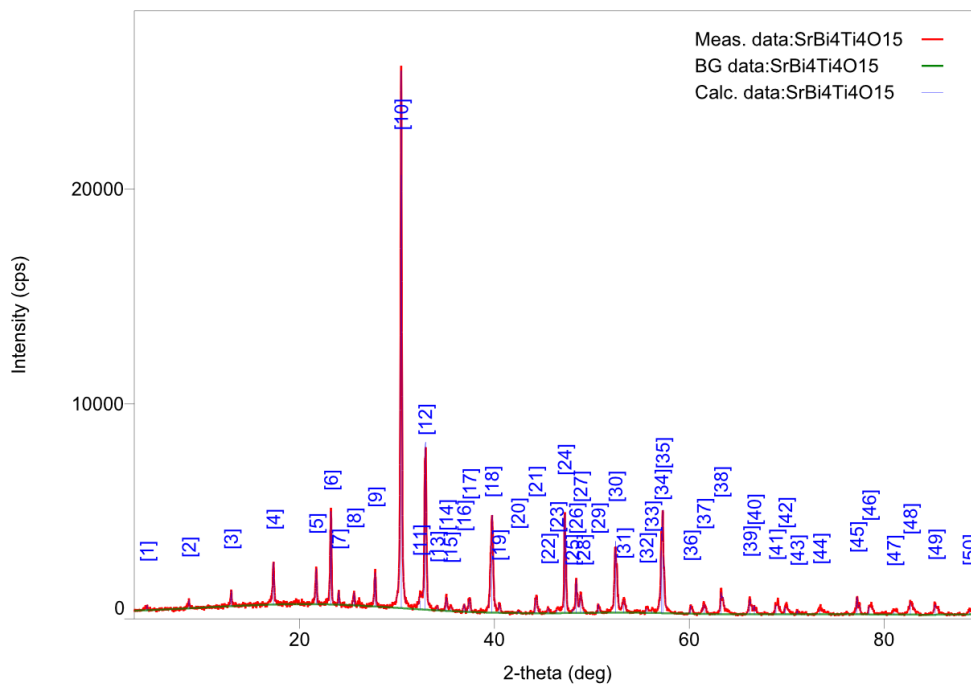
BEGIN  
 GROUP = 0  
 START = 3  
 STOP = 90  
 STEP = 0.02  
 OFFSET = 0.000000  
 SPEED = 0.12  
 SLIT\_SPEC = 0, 10.0mm, 10, 0.000000  
 SLIT\_SPEC = 1, 1.250deg, 1.25, 0.000000  
 SLIT\_SPEC = 2, 13.0mm(Open), 13, 0.000000  
 SLIT\_SPEC = 3, 0.3mm, 0.3, 0.000000

## Peak List

### General information

Analysis date	2020/11/16 13:52:35	Measurement date	2020/11/16 13:31:17
Sample name		Operator	administrator
File name	SrBi4Ti4O15.ras		
Comment			

### Measurement profile



### Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	4.32(2)	20.45(11)	175(38)	0.16(3)	46(7)	0.26(9)	1.2(8)
2	8.630(8)	10.238(9)	275(48)	0.12(3)	61(6)	0.22(6)	1.0(8)
3	12.954(12)	6.829(6)	564(69)	0.10(2)	101(7)	0.18(3)	0.7(4)
4	17.305(13)	5.120(4)	1395(108)	0.164(13)	352(10)	0.25(3)	1.3(5)
5	21.683(11)	4.095(2)	1191(100)	0.156(10)	242(8)	0.20(2)	1.0(3)
6	23.204(7)	3.8301(11)	3226(164)	0.144(5)	606(12)	0.188(13)	1.7(4)
7	24.02(2)	3.702(3)	483(63)	0.103(14)	58(6)	0.12(3)	3(4)
8	25.58(4)	3.479(5)	437(60)	0.16(4)	82(12)	0.19(5)	2(3)
9	27.719(9)	3.2157(11)	1290(104)	0.129(13)	239(9)	0.19(2)	0.7(3)
10	30.409(2)	2.9371(2)	20177(410)	0.125(3)	3561(24)	0.177(5)	1.56(14)
11	32.351(17)	2.7651(14)	405(58)	0.32(5)	166(19)	0.41(11)	0.81(11)
12	32.873(6)	2.7224(5)	6034(224)	0.182(5)	1415(24)	0.235(13)	0.81(11)
13	34.12(4)	2.626(3)	149(35)	0.16(4)	26(7)	0.18(9)	3(4)
14	35.043(10)	2.5586(7)	479(63)	0.173(15)	94(7)	0.20(4)	1.2(3)

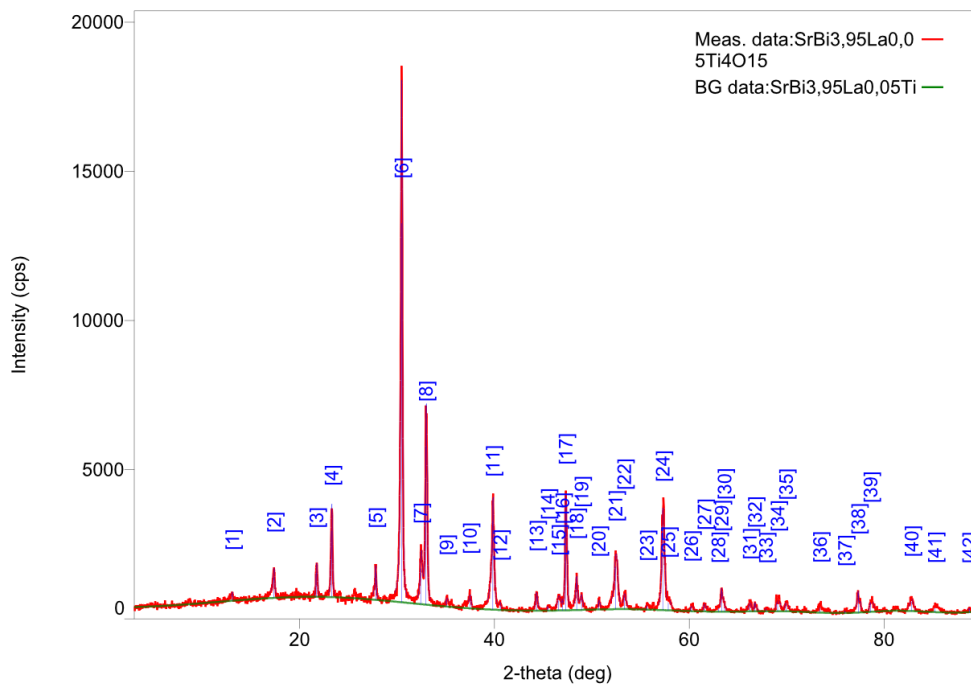
15	35.481(18)	2.5280(13)	162(37)	0.28(4)	52(5)	0.32(10)	1.2(3)
16	36.874(17)	2.4356(11)	269(47)	0.15(3)	42(4)	0.15(4)	1.9(8)
17	37.43(2)	2.4005(15)	445(61)	0.23(2)	111(8)	0.25(5)	1.9(8)
18	39.739(10)	2.2664(6)	3289(166)	0.259(8)	1069(16)	0.33(2)	1.9(3)
19	40.469(8)	2.2272(4)	333(53)	0.122(16)	56(4)	0.17(4)	0.50(13)
20	42.43(3)	2.1288(15)	124(32)	0.13(3)	17(4)	0.14(7)	0.7(7)
21	44.205(5)	2.0472(2)	616(72)	0.218(14)	150(8)	0.24(4)	0.50(18)
22	45.51(4)	1.9915(15)	198(41)	0.18(4)	42(6)	0.21(8)	3(3)
23	46.41(5)	1.955(2)	156(36)	0.29(9)	76(10)	0.48(18)	0.7(6)
24	47.210(3)	1.92369(13)	4324(190)	0.122(4)	690(11)	0.159(9)	0.96(12)
25	48.007(8)	1.8936(3)	125(32)	0.04(2)	6(3)	0.05(3)	1.0(2)
26	48.374(6)	1.8801(2)	1372(107)	0.129(8)	222(9)	0.162(19)	1.0(2)
27	48.814(13)	1.8641(5)	668(75)	0.24(3)	198(13)	0.30(5)	1.0(2)
28	49.13(4)	1.8527(15)	115(31)	0.19(10)	27(11)	0.24(16)	1.0(2)
29	50.652(19)	1.8007(6)	376(56)	0.124(19)	54(7)	0.14(4)	1.2(8)
30	52.420(6)	1.74408(19)	2796(153)	0.181(8)	763(12)	0.273(19)	1.8(3)
31	53.24(4)	1.7192(11)	426(60)	0.28(3)	132(10)	0.31(7)	1.1(5)
32	55.60(4)	1.6516(11)	206(41)	0.21(4)	46(5)	0.23(7)	0.7(5)
33	56.12(5)	1.6375(13)	97(29)	0.26(8)	27(5)	0.28(13)	0.7(5)
34	57.127(4)	1.61105(10)	2938(156)	0.143(14)	669(74)	0.23(4)	0.9(2)
35	57.261(4)	1.60761(9)	2648(149)	0.113(13)	477(73)	0.18(4)	0.9(2)
36	60.120(15)	1.5378(4)	372(56)	0.162(17)	65(6)	0.18(4)	0.7(3)
37	61.474(18)	1.5071(4)	384(57)	0.29(3)	134(7)	0.35(7)	1.2(3)
38	63.236(5)	1.46933(10)	951(89)	0.184(19)	332(9)	0.35(4)	0.50(19)
39	66.216(12)	1.4102(2)	599(71)	0.219(19)	175(10)	0.29(5)	2.3(5)
40	66.676(7)	1.40163(14)	363(55)	0.120(17)	58(6)	0.16(4)	2.3(5)
41	68.901(9)	1.36169(15)	432(60)	0.34(3)	186(9)	0.43(8)	0.58(17)
42	69.856(9)	1.34539(16)	356(55)	0.28(3)	124(7)	0.35(7)	0.58(17)
43	71.08(3)	1.3253(5)	168(37)	0.12(3)	23(5)	0.14(6)	2(2)
44	73.42(3)	1.2886(5)	234(44)	0.36(4)	122(10)	0.52(14)	1.7(5)
45	77.199(10)	1.23470(14)	789(81)	0.156(14)	189(7)	0.24(3)	0.6(2)
46	78.470(8)	1.21785(11)	408(58)	0.30(3)	150(8)	0.37(7)	0.50(16)
47	80.99(3)	1.1862(3)	163(37)	0.40(8)	85(9)	0.52(17)	0.7(6)
48	82.666(9)	1.16635(11)	508(65)	0.32(3)	273(9)	0.54(9)	0.5(2)
49	85.22(2)	1.1378(2)	458(62)	0.25(2)	182(7)	0.40(7)	0.9(4)
50	88.75(3)	1.1014(3)	195(40)	0.29(4)	86(8)	0.44(13)	1.4(4)

## Peak List

### General information

Analysis date 2020/11/16 13:57:03  
 Sample name SrBi3,95La0,05Ti4O15.ras  
 Measurement date 2020/11/16 13:43:15  
 File name SrBi3,95La0,05Ti4O15.ras Operator administrator  
 Comment

### Measurement profile



### Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	13.074(13)	6.766(7)	202(41)	0.22(6)	88(9)	0.44(13)	2(3)
2	17.37(2)	5.100(6)	686(76)	0.24(2)	275(10)	0.40(6)	2.6(12)
3	21.721(14)	4.088(3)	798(82)	0.181(11)	160(10)	0.20(3)	0.8(3)
4	23.295(9)	3.8154(14)	2237(137)	0.169(7)	497(11)	0.222(18)	1.6(4)
5	27.804(12)	3.2061(14)	902(87)	0.12(2)	197(10)	0.22(3)	1.7(9)
6	30.471(5)	2.9312(4)	12719(326)	0.187(5)	3268(27)	0.257(9)	2.2(3)
7	32.422(8)	2.7592(6)	1202(100)	0.234(14)	391(15)	0.33(4)	0.63(9)
8	32.952(5)	2.7160(4)	5309(210)	0.183(6)	1355(19)	0.255(14)	0.63(9)
9	35.075(17)	2.5563(12)	221(43)	0.23(9)	79(9)	0.36(11)	0.6(8)
10	37.463(12)	2.3987(7)	321(52)	0.26(5)	125(10)	0.39(9)	1.5(13)
11	39.829(5)	2.2615(3)	2961(157)	0.193(12)	1054(12)	0.36(2)	1.5(2)
12	40.592(19)	2.2207(10)	150(35)	0.17(4)	27(5)	0.18(7)	3.1(17)
13	44.297(11)	2.0432(5)	487(64)	0.20(2)	142(6)	0.29(5)	1.4(4)
14	45.464(16)	1.9934(7)	135(34)	0.20(4)	47(6)	0.35(13)	0.5(5)

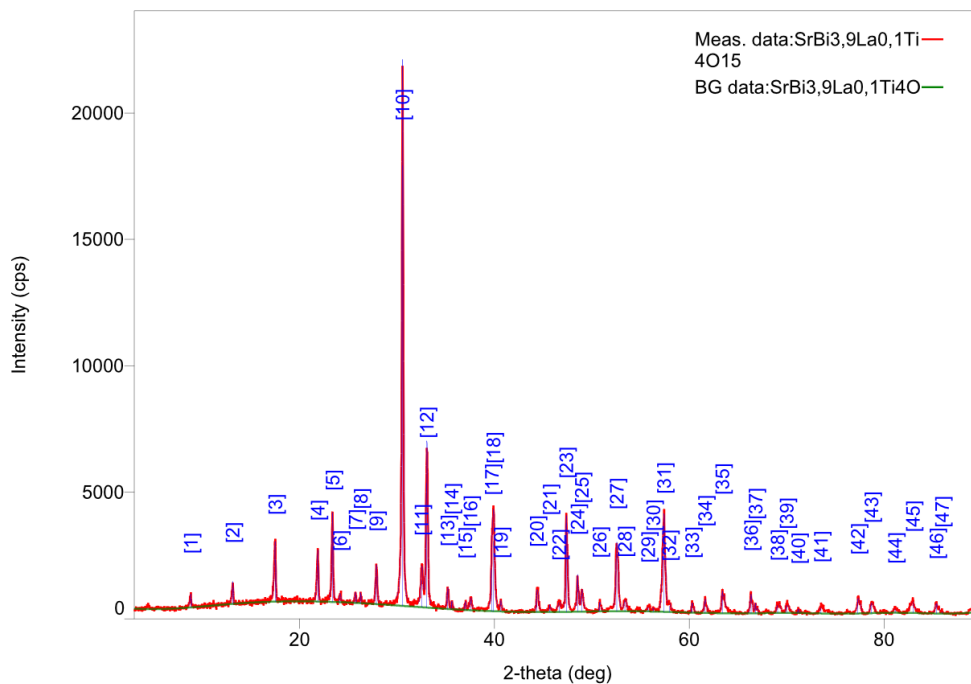
15	46.582(13)	1.9481(5)	343(53)	0.35(3)	147(7)	0.43(9)	1.14(13)
16	46.955(8)	1.9335(3)	249(46)	0.088(18)	27(6)	0.11(4)	1.14(13)
17	47.308(4)	1.91992(17)	3381(168)	0.154(5)	644(12)	0.190(13)	1.14(13)
18	48.428(7)	1.8781(3)	882(86)	0.16(2)	232(13)	0.26(4)	2.7(7)
19	48.929(12)	1.8600(4)	379(56)	0.23(4)	141(15)	0.37(9)	2.7(7)
20	50.691(10)	1.7994(3)	268(47)	0.14(3)	52(6)	0.19(6)	0.5(5)
21	52.427(9)	1.7439(3)	1432(109)	0.328(15)	701(16)	0.49(5)	0.80(10)
22	53.321(11)	1.7167(3)	424(59)	0.23(3)	147(10)	0.35(7)	0.80(10)
23	55.64(4)	1.6506(10)	125(32)	0.26(15)	53(10)	0.42(19)	0.5(8)
24	57.247(3)	1.60797(7)	2803(153)	0.272(9)	956(15)	0.34(2)	0.81(15)
25	57.82(2)	1.5933(5)	263(47)	0.40(5)	134(12)	0.51(14)	0.81(15)
26	60.20(5)	1.5359(13)	161(37)	0.28(5)	48(7)	0.29(11)	0.7(5)
27	61.53(3)	1.5058(6)	224(43)	0.22(4)	72(6)	0.32(9)	1.4(8)
28	62.99(3)	1.4745(6)	130(33)	0.44(5)	73(8)	0.6(2)	1.7(3)
29	63.310(6)	1.46778(12)	688(76)	0.164(10)	144(8)	0.21(4)	1.7(3)
30	63.610(10)	1.4616(2)	161(37)	0.11(2)	23(5)	0.14(6)	1.7(3)
31	66.20(4)	1.4106(7)	239(45)	0.32(5)	83(7)	0.35(9)	1.4(6)
32	66.733(16)	1.4006(3)	286(49)	0.16(2)	50(5)	0.18(5)	1.4(6)
33	67.86(3)	1.3799(6)	104(29)	0.21(7)	26(5)	0.26(12)	1.0(4)
34	69.07(4)	1.3588(8)	302(50)	0.40(5)	146(10)	0.48(11)	1.0(4)
35	69.92(3)	1.3443(5)	267(47)	0.28(5)	89(8)	0.34(9)	1.0(4)
36	73.40(5)	1.2889(7)	175(38)	0.50(6)	135(11)	0.8(2)	1.2(4)
37	75.95(5)	1.2518(7)	73(25)	0.12(8)	15(5)	0.20(14)	0.8(16)
38	77.313(15)	1.2332(2)	646(73)	0.189(18)	201(7)	0.31(5)	1.7(7)
39	78.580(12)	1.21643(15)	316(51)	0.35(4)	120(10)	0.38(9)	0.5(2)
40	82.81(4)	1.1647(5)	317(51)	0.43(4)	144(12)	0.45(11)	2.2(10)
41	85.21(9)	1.1379(9)	148(35)	0.66(6)	103(10)	0.7(2)	0.7(4)
42	88.719(16)	1.10175(16)	137(34)	0.20(7)	47(6)	0.34(13)	0.5(7)

# Peak List

## General information

Analysis date 2020/11/16 14:07:18  
 Sample name SrBi3,9La0,1Ti4O15.ras  
 Measurement date 2020/11/16 13:54:56  
 File name SrBi3,9La0,1Ti4O15.ras  
 Operator administrator  
 Comment

## Measurement profile



## Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	8.83(2)	10.01(3)	360(55)	0.16(3)	87(6)	0.24(5)	3(4)
2	13.113(5)	6.746(2)	641(73)	0.124(13)	123(7)	0.19(3)	0.8(3)
3	17.487(9)	5.067(3)	1664(118)	0.190(8)	418(11)	0.25(2)	2.4(6)
4	21.862(10)	4.0621(18)	1427(109)	0.177(8)	301(10)	0.21(2)	2.3(6)
5	23.370(6)	3.8033(9)	2634(148)	0.139(8)	532(11)	0.202(16)	2.6(7)
6	24.14(4)	3.683(6)	245(45)	0.17(3)	45(8)	0.19(7)	1.1(9)
7	25.73(2)	3.460(3)	301(50)	0.14(2)	48(7)	0.16(5)	3(2)
8	26.264(11)	3.3905(14)	333(53)	0.10(3)	58(5)	0.18(4)	2.1(12)
9	27.875(15)	3.1981(17)	1113(96)	0.191(11)	263(11)	0.24(3)	1.4(5)
10	30.548(3)	2.9241(3)	17429(381)	0.133(4)	3387(26)	0.194(6)	1.20(13)
11	32.519(10)	2.7511(8)	1068(94)	0.246(17)	343(15)	0.32(4)	1.16(17)
12	33.048(7)	2.7083(6)	4928(203)	0.194(6)	1243(21)	0.252(15)	1.16(17)
13	35.166(13)	2.5499(9)	707(77)	0.156(15)	141(7)	0.20(3)	0.6(2)
14	35.614(10)	2.5189(7)	292(49)	0.092(19)	34(4)	0.12(3)	0.6(2)

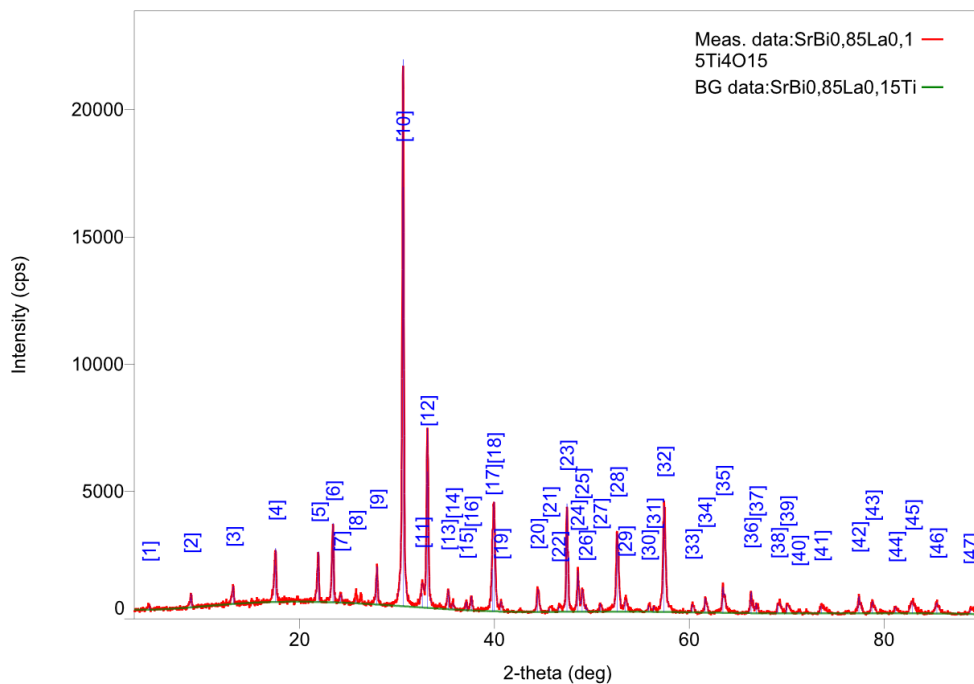
15	37.00(3)	2.428(2)	261(47)	0.14(3)	39(6)	0.15(5)	1.4(12)
16	37.527(16)	2.3947(10)	423(59)	0.17(3)	115(8)	0.27(6)	0.62(19)
17	39.728(6)	2.2670(3)	1662(118)	0.123(15)	291(94)	0.18(7)	1.5(4)
18	39.899(9)	2.2577(5)	2788(152)	0.22(3)	858(97)	0.31(5)	1.5(4)
19	40.653(11)	2.2175(6)	344(54)	0.110(17)	46(6)	0.13(4)	2.9(13)
20	44.349(5)	2.0409(2)	808(82)	0.164(17)	195(7)	0.24(3)	0.5(2)
21	45.66(2)	1.9855(9)	237(44)	0.10(3)	48(5)	0.20(6)	1.2(13)
22	46.618(14)	1.9467(5)	275(48)	0.32(3)	120(7)	0.44(10)	1.01(13)
23	47.365(4)	1.91775(15)	3520(171)	0.136(5)	652(9)	0.185(12)	1.01(13)
24	48.514(7)	1.8750(3)	1266(103)	0.128(10)	243(10)	0.19(2)	1.4(4)
25	48.975(10)	1.8584(4)	705(77)	0.18(2)	192(10)	0.27(4)	1.4(4)
26	50.800(17)	1.7958(5)	353(54)	0.131(18)	49(6)	0.14(4)	0.9(5)
27	52.533(3)	1.74061(9)	2255(137)	0.233(10)	682(14)	0.30(2)	0.94(19)
28	53.375(10)	1.7151(3)	370(56)	0.25(3)	118(8)	0.32(7)	0.94(19)
29	55.76(6)	1.6473(16)	161(37)	0.26(6)	47(8)	0.29(11)	1.0(9)
30	56.29(3)	1.6329(7)	138(34)	0.12(3)	19(4)	0.13(6)	1.0(9)
31	57.395(7)	1.60418(17)	2894(155)	0.271(7)	917(44)	0.32(3)	2.8(3)
32	57.94(3)	1.5904(8)	241(45)	0.46(16)	128(40)	0.5(3)	2.8(3)
33	60.285(14)	1.5340(3)	385(57)	0.150(15)	62(6)	0.16(4)	0.9(3)
34	61.631(19)	1.5037(4)	473(63)	0.20(2)	114(7)	0.24(5)	2.7(16)
35	63.377(10)	1.4664(2)	799(82)	0.200(17)	300(9)	0.38(5)	0.71(15)
36	66.322(12)	1.4082(2)	693(76)	0.182(13)	151(7)	0.22(3)	2.0(6)
37	66.799(9)	1.39934(17)	385(57)	0.120(14)	55(5)	0.14(3)	2.0(6)
38	69.040(12)	1.3593(2)	300(50)	0.36(4)	121(8)	0.40(9)	0.51(18)
39	69.976(10)	1.34337(17)	313(51)	0.29(3)	100(6)	0.32(7)	0.51(18)
40	71.18(3)	1.3236(6)	167(37)	0.12(3)	22(6)	0.13(7)	1.2(14)
41	73.51(4)	1.2872(6)	245(45)	0.38(7)	141(10)	0.58(15)	1.1(5)
42	77.309(6)	1.23322(8)	554(68)	0.221(13)	172(5)	0.31(5)	0.50(5)
43	78.70(3)	1.2149(3)	381(56)	0.29(3)	120(8)	0.31(7)	1.2(4)
44	81.10(4)	1.1849(5)	177(38)	0.26(5)	49(8)	0.28(11)	1.2(8)
45	82.926(13)	1.16335(15)	339(53)	0.43(3)	174(10)	0.51(11)	4(2)
46	85.354(17)	1.13636(18)	385(57)	0.248(16)	110(7)	0.29(6)	1.7(5)
47	85.929(19)	1.1302(2)	79(26)	0.13(5)	12(4)	0.16(10)	1.7(5)

## Peak List

### General information

Analysis date 2020/11/16 14:18:50  
 Sample name SrBiO,85La0,15Ti4O15.ras  
 Measurement date 2020/11/16 14:06:32  
 File name SrBiO,85La0,15Ti4O15.ras Operator administrator  
 Comment

### Measurement profile



### Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	4.56(4)	19.36(17)	131(33)	0.25(4)	35(8)	0.27(12)	3(3)
2	8.829(11)	10.007(13)	366(55)	0.169(17)	101(7)	0.28(6)	0.84(19)
3	13.198(5)	6.703(3)	482(63)	0.231(17)	139(9)	0.29(6)	4(3)
4	17.538(4)	5.0527(13)	1434(109)	0.229(8)	457(10)	0.32(3)	3.2(4)
5	21.915(11)	4.052(2)	1373(107)	0.185(9)	336(10)	0.24(3)	2.7(8)
6	23.420(8)	3.7954(12)	2187(135)	0.195(6)	548(10)	0.25(2)	2.1(4)
7	24.21(4)	3.673(6)	241(45)	0.22(3)	63(8)	0.26(8)	1.5(12)
8	25.77(3)	3.454(4)	152(36)	0.63(8)	102(17)	0.7(3)	0.5(3)
9	27.942(13)	3.1905(14)	1088(95)	0.170(15)	271(8)	0.25(3)	2.3(10)
10	30.606(4)	2.9187(4)	16477(371)	0.156(4)	3589(29)	0.218(7)	1.54(19)
11	32.569(14)	2.7471(11)	574(69)	0.30(3)	232(15)	0.40(8)	1.23(17)
12	33.100(6)	2.7042(5)	5369(212)	0.180(5)	1300(20)	0.242(13)	1.23(17)
13	35.24(2)	2.5448(17)	554(68)	0.20(2)	142(12)	0.26(5)	1.5(8)
14	35.72(3)	2.512(2)	191(40)	0.27(6)	65(9)	0.34(12)	1.5(8)

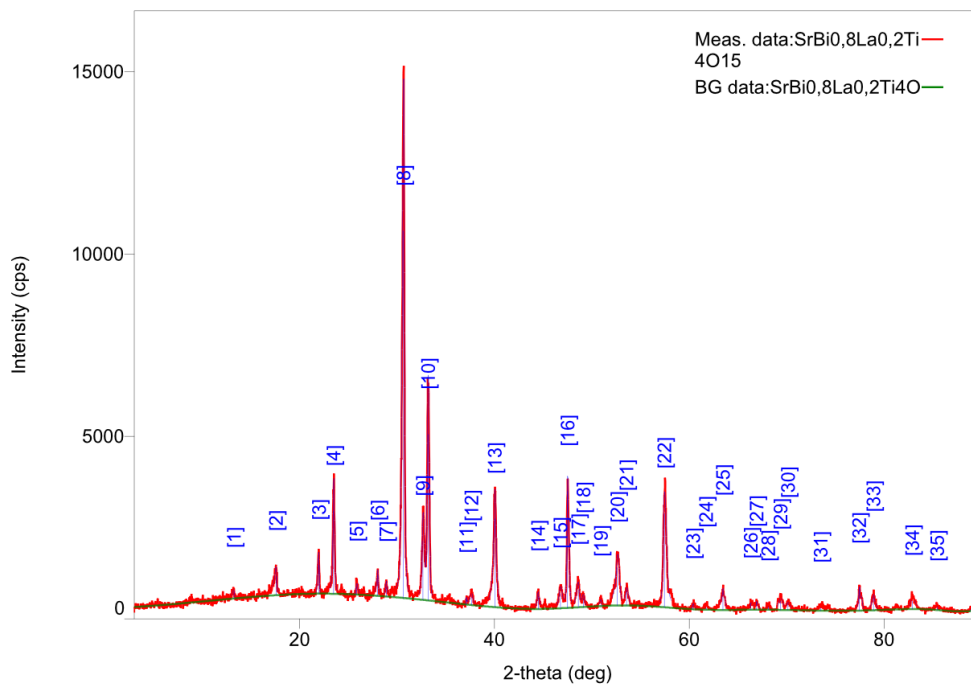
15	37.093(15)	2.4217(9)	257(46)	0.16(3)	48(4)	0.18(5)	3.0(13)
16	37.645(17)	2.3875(10)	408(58)	0.21(2)	102(7)	0.25(5)	3.0(13)
17	39.781(8)	2.2641(4)	1670(118)	0.150(18)	372(103)	0.22(8)	1.4(4)
18	39.948(7)	2.2550(4)	2916(156)	0.19(3)	824(105)	0.28(5)	1.4(4)
19	40.67(3)	2.2169(17)	283(49)	0.16(3)	53(7)	0.19(6)	1.4(12)
20	44.416(4)	2.03800(18)	698(76)	0.242(12)	187(7)	0.27(4)	0.8(2)
21	45.65(2)	1.9856(10)	140(34)	0.31(5)	56(6)	0.40(14)	0.50(15)
22	46.604(17)	1.9473(7)	187(39)	0.22(4)	53(5)	0.28(9)	0.50(15)
23	47.432(4)	1.91521(17)	3762(177)	0.137(5)	682(11)	0.181(12)	1.5(2)
24	48.536(3)	1.87419(9)	1414(109)	0.124(7)	252(9)	0.18(2)	0.55(10)
25	48.988(5)	1.85792(17)	744(79)	0.182(14)	196(7)	0.26(4)	0.55(10)
26	49.360(7)	1.8448(2)	231(44)	0.069(14)	23(4)	0.10(4)	0.55(10)
27	50.86(2)	1.7939(7)	279(48)	0.15(2)	50(6)	0.18(5)	1.8(13)
28	52.565(8)	1.7396(3)	2651(149)	0.208(11)	802(12)	0.30(2)	0.79(14)
29	53.41(3)	1.7140(9)	390(57)	0.23(4)	117(9)	0.30(7)	0.7(4)
30	55.815(11)	1.6458(3)	240(45)	0.16(3)	47(6)	0.20(6)	0.5(4)
31	56.339(11)	1.6317(3)	180(39)	0.12(3)	25(4)	0.14(5)	0.5(4)
32	57.392(8)	1.6042(2)	3539(172)	0.218(10)	1095(16)	0.31(2)	1.2(2)
33	60.290(9)	1.5339(2)	313(51)	0.17(2)	62(6)	0.20(5)	0.6(3)
34	61.623(6)	1.50386(14)	537(67)	0.161(17)	115(7)	0.21(4)	0.5(3)
35	63.437(13)	1.4651(3)	929(88)	0.177(17)	297(9)	0.32(4)	0.9(3)
36	66.344(11)	1.4078(2)	780(81)	0.166(12)	165(7)	0.21(3)	2.0(7)
37	66.873(12)	1.3980(2)	354(54)	0.16(2)	71(5)	0.20(5)	2.0(7)
38	69.095(8)	1.35833(14)	395(57)	0.30(3)	156(7)	0.39(8)	0.50(14)
39	70.031(8)	1.34246(14)	335(53)	0.25(3)	108(6)	0.32(7)	0.50(14)
40	71.21(6)	1.3231(9)	98(29)	0.21(6)	22(6)	0.23(13)	0.9(10)
41	73.55(3)	1.2867(4)	290(49)	0.31(4)	139(9)	0.48(11)	1.1(5)
42	77.384(13)	1.23221(17)	620(72)	0.189(18)	181(8)	0.29(5)	0.7(2)
43	78.80(3)	1.2136(3)	412(59)	0.26(3)	134(8)	0.32(7)	2.1(11)
44	81.16(4)	1.1841(4)	247(45)	0.23(4)	85(7)	0.34(9)	1.5(14)
45	82.87(4)	1.1640(5)	388(57)	0.43(5)	213(11)	0.55(11)	1.6(7)
46	85.40(2)	1.1359(3)	386(57)	0.29(3)	154(9)	0.40(8)	2.5(12)
47	88.860(19)	1.10037(19)	199(41)	0.37(6)	134(8)	0.67(18)	0.5(3)

## Peak List

### General information

Analysis date 2020/11/16 14:39:29  
 Sample name SrBi0,8La0,2Ti4O15.ras  
 Measurement date 2020/11/16 14:17:55  
 File name SrBi0,8La0,2Ti4O15.ras  
 Operator administrator  
 Comment

### Measurement profile



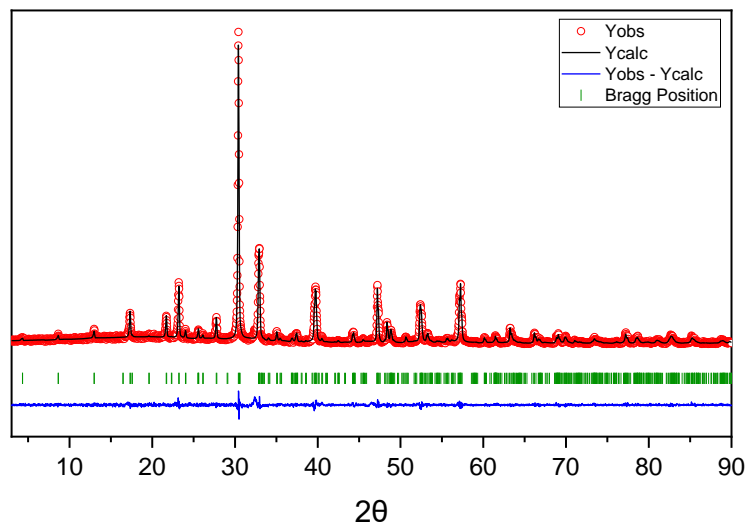
### Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	13.236(17)	6.684(9)	166(37)	0.25(8)	69(10)	0.41(15)	4(9)
2	17.57(2)	5.044(7)	536(67)	0.29(3)	285(12)	0.53(9)	2.8(13)
3	21.971(12)	4.042(2)	794(81)	0.180(11)	156(9)	0.20(3)	3.8(16)
4	23.482(11)	3.7855(18)	2274(138)	0.186(10)	581(14)	0.26(2)	1.0(3)
5	25.84(6)	3.445(8)	221(43)	0.19(5)	50(10)	0.23(9)	0.7(9)
6	28.010(15)	3.1830(16)	563(69)	0.12(3)	128(10)	0.23(4)	2.3(17)
7	28.899(12)	3.0870(12)	269(47)	0.16(3)	52(8)	0.19(6)	3(4)
8	30.670(5)	2.9127(4)	10078(290)	0.235(5)	3125(25)	0.310(11)	3.1(4)
9	32.646(6)	2.7407(5)	1619(116)	0.250(10)	518(12)	0.32(3)	0.91(8)
10	33.167(5)	2.6989(4)	4566(195)	0.215(4)	1260(16)	0.276(15)	0.91(8)
11	37.114(12)	2.4204(8)	185(39)	0.07(2)	14(4)	0.08(4)	1.9(12)
12	37.63(5)	2.388(3)	214(42)	0.35(4)	80(11)	0.37(12)	1.9(12)
13	40.022(12)	2.2510(6)	2435(142)	0.253(16)	995(14)	0.41(3)	1.2(3)
14	44.47(3)	2.0354(12)	356(54)	0.22(4)	118(8)	0.33(7)	2.0(12)

15	46.754(17)	1.9414(7)	412(59)	0.36(3)	209(11)	0.51(10)	1.1(2)
16	47.501(6)	1.9126(2)	3210(164)	0.148(7)	669(13)	0.209(15)	1.1(2)
17	48.59(3)	1.8722(10)	481(63)	0.35(2)	187(14)	0.39(8)	2.2(9)
18	49.11(2)	1.8534(8)	246(45)	0.27(6)	74(10)	0.30(9)	2.2(9)
19	50.90(6)	1.792(2)	129(33)	0.20(7)	27(9)	0.21(12)	2(4)
20	52.602(7)	1.7385(2)	1047(93)	0.36(2)	573(20)	0.55(7)	1.0(2)
21	53.544(13)	1.7101(4)	399(58)	0.25(4)	151(13)	0.38(9)	1.0(2)
22	57.421(16)	1.6035(4)	2579(147)	0.29(2)	1071(20)	0.42(3)	0.9(2)
23	60.39(4)	1.5317(9)	143(35)	0.16(4)	25(6)	0.17(9)	1.1(11)
24	61.72(12)	1.502(3)	84(26)	0.30(9)	27(7)	0.32(19)	1(2)
25	63.448(18)	1.4649(4)	484(64)	0.24(3)	214(9)	0.44(8)	1.7(7)
26	66.314(16)	1.4084(3)	178(39)	0.21(5)	55(7)	0.31(11)	0.6(4)
27	66.881(11)	1.3978(2)	217(42)	0.16(3)	49(5)	0.22(7)	0.6(4)
28	68.09(3)	1.3760(6)	99(29)	0.28(10)	30(8)	0.30(17)	1.3(17)
29	69.34(5)	1.3541(9)	251(46)	0.43(6)	134(11)	0.53(14)	1.6(8)
30	70.12(4)	1.3410(6)	184(39)	0.27(7)	62(8)	0.34(11)	1.6(8)
31	73.47(4)	1.2878(6)	86(27)	0.97(11)	91(12)	1.1(5)	0.5(3)
32	77.439(14)	1.23148(19)	608(71)	0.201(18)	179(8)	0.29(5)	0.7(2)
33	78.90(2)	1.2122(3)	343(53)	0.33(3)	125(8)	0.37(8)	2.6(10)
34	82.86(8)	1.1641(9)	230(44)	0.54(6)	142(12)	0.62(17)	1.0(6)
35	85.43(6)	1.1355(6)	102(29)	0.41(9)	58(9)	0.6(3)	2.3(11)
36	88.93(9)	1.0996(9)	85(27)	0.37(10)	34(7)	0.4(2)	0.8(7)

## Lampiran 5. Hasil Rietveld *Refinement*

### 1. $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0$ )



#### Metric information:

##### Direct cell parameters:

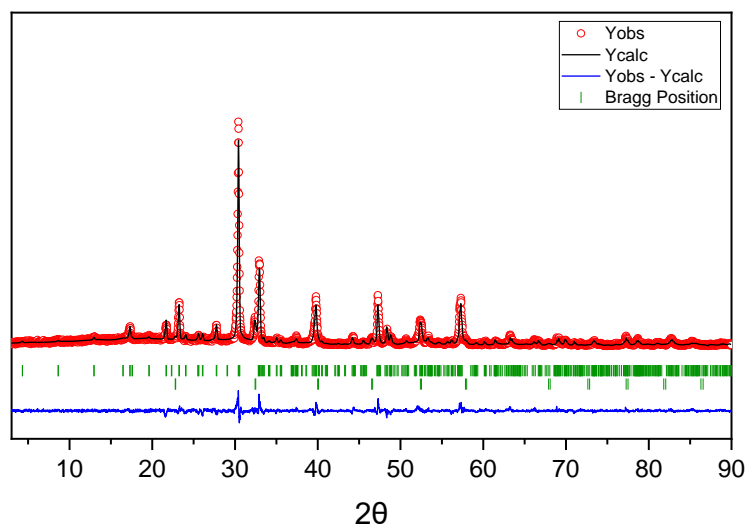
$a = 5.4503$     $b = 5.4343$     $c = 40.9527$   
 $\alpha = 90.000$     $\beta = 90.000$     $\gamma = 90.000$   
 Direct Cell Volume = 1212.9432

##### Reciprocal cell parameters:

$a^* = 0.183478$     $b^* = 0.184017$     $c^* = 0.024418$   
 $\alpha^* = 90.000$     $\beta^* = 90.000$     $\gamma^* = 90.000$   
 Reciprocal Cell Volume = 0.00082444

Conventional Rietveld  $R_p, R_{wp}, R_e$  and  $\chi^2$ : 21.6   22.6   7.12   10.09

## 2. $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0,05$ )



Fasa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$

Metric information:

Direct cell parameters:

$$\begin{aligned} a &= 5.4388 & b &= 5.4268 & c &= 40.9751 \\ \alpha &= 90.000 & \beta &= 90.000 & \gamma &= 90.000 \\ \text{Direct Cell Volume} &= 1209.4032 \end{aligned}$$

Reciprocal cell parameters:

$$\begin{aligned} a^* &= 0.183863 & b^* &= 0.184269 & c^* &= 0.024405 \\ \alpha^* &= 90.000 & \beta^* &= 90.000 & \gamma^* &= 90.000 \\ \text{Reciprocal Cell Volume} &= 0.00082685 \end{aligned}$$

Fasa  $\text{SrTiO}_3$

Metric information:

Direct cell parameters:

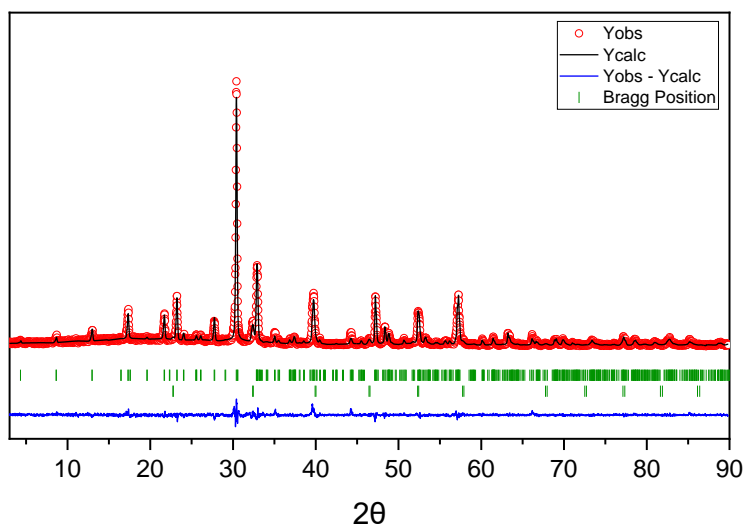
$$\begin{aligned} a &= 3.9015 & b &= 3.9015 & c &= 3.9015 \\ \alpha &= 90.000 & \beta &= 90.000 & \gamma &= 90.000 \\ \text{Direct Cell Volume} &= 59.3882 \end{aligned}$$

Reciprocal cell parameters:

$$\begin{aligned} a^* &= 0.256311 & b^* &= 0.256311 & c^* &= 0.256311 \\ \alpha^* &= 90.000 & \beta^* &= 90.000 & \gamma^* &= 90.000 \\ \text{Reciprocal Cell Volume} &= 0.01683836 \end{aligned}$$

Conventional Rietveld  $R_p, R_{wp}, R_e$  and  $\chi^2$ : 24.6 24.4 7.65 10.14

### 3. SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0,10)



Fasa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>

Metric information:

Direct cell parameters:

$$\begin{aligned}
 a &= 5.4508 & b &= 5.4347 & c &= 40.9800 \\
 \alpha &= 90.000 & \beta &= 90.000 & \gamma &= 90.000 \\
 \text{Direct Cell Volume} &= 1213.9668
 \end{aligned}$$

Reciprocal cell parameters:

$$\begin{aligned}
 a^* &= 0.183458 & b^* &= 0.184004 & c^* &= 0.024402 \\
 \alpha^* &= 90.000 & \beta^* &= 90.000 & \gamma^* &= 90.000 \\
 \text{Reciprocal Cell Volume} &= 0.00082375
 \end{aligned}$$

Fasa SrTiO<sub>3</sub>

Metric information:

Direct cell parameters:

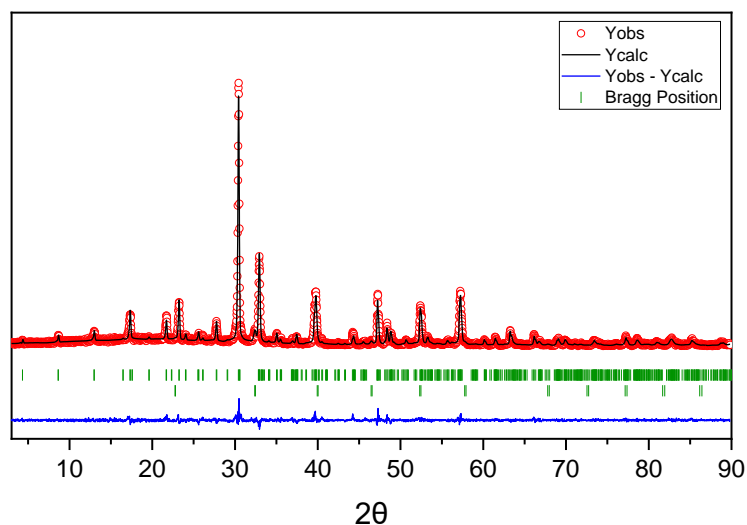
$$\begin{aligned}
 a &= 3.9078 & b &= 3.9078 & c &= 3.9078 \\
 \alpha &= 90.000 & \beta &= 90.000 & \gamma &= 90.000 \\
 \text{Direct Cell Volume} &= 59.6746
 \end{aligned}$$

Reciprocal cell parameters:

$$\begin{aligned}
 a^* &= 0.255900 & b^* &= 0.255900 & c^* &= 0.255900 \\
 \alpha^* &= 90.000 & \beta^* &= 90.000 & \gamma^* &= 90.000 \\
 \text{Reciprocal Cell Volume} &= 0.01675756
 \end{aligned}$$

Conventional Rietveld Rp,Rwp,Re and Chi2: 17.3 19.3 5.98 10.37

#### 4. $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0,15$ )



Fasa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$

Metric information:

Direct cell parameters:

$$\begin{aligned} a &= 5.4482 & b &= 5.4357 & c &= 40.9844 \\ \alpha &= 90.000 & \beta &= 90.000 & \gamma &= 90.000 \\ \text{Direct Cell Volume} &= 1213.7307 \end{aligned}$$

Reciprocal cell parameters:

$$\begin{aligned} a^* &= 0.183548 & b^* &= 0.183970 & c^* &= 0.024400 \\ \alpha^* &= 90.000 & \beta^* &= 90.000 & \gamma^* &= 90.000 \\ \text{Reciprocal Cell Volume} &= 0.00082391 \end{aligned}$$

Fasa  $\text{SrTiO}_3$

Metric information:

Direct cell parameters:

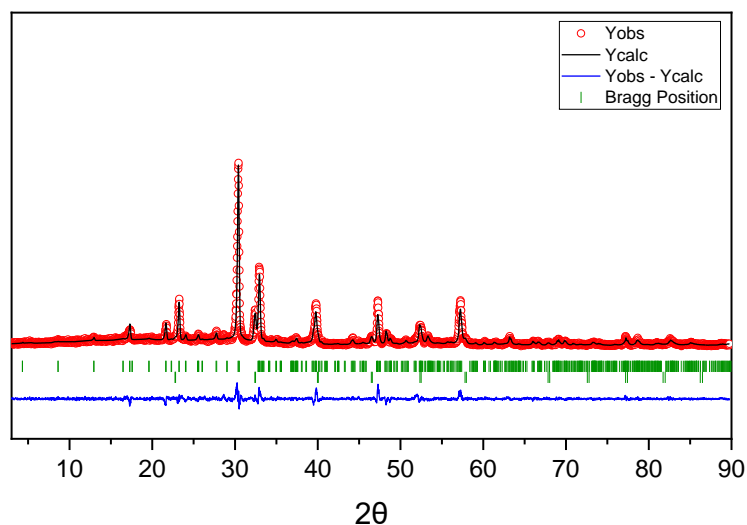
$$\begin{aligned} a &= 3.9079 & b &= 3.9079 & c &= 3.9079 \\ \alpha &= 90.000 & \beta &= 90.000 & \gamma &= 90.000 \\ \text{Direct Cell Volume} &= 59.6792 \end{aligned}$$

Reciprocal cell parameters:

$$\begin{aligned} a^* &= 0.255893 & b^* &= 0.255893 & c^* &= 0.255893 \\ \alpha^* &= 90.000 & \beta^* &= 90.000 & \gamma^* &= 90.000 \\ \text{Reciprocal Cell Volume} &= 0.01675627 \end{aligned}$$

Conventional Rietveld  $R_p, R_{wp}, R_e$  and  $\chi^2$ : 21.8 22.6 7.20 9.869

### 5. $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0,20$ )



Fasa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$

Metric information:

Direct cell parameters:

$$\begin{aligned} a &= 5.4365 & b &= 5.4327 & c &= 41.0383 \\ \alpha &= 90.000 & \beta &= 90.000 & \gamma &= 90.000 \\ \text{Direct Cell Volume} &= 1212.0610 \end{aligned}$$

Reciprocal cell parameters:

$$\begin{aligned} a^* &= 0.183942 & b^* &= 0.184071 & c^* &= 0.024367 \\ \alpha^* &= 90.000 & \beta^* &= 90.000 & \gamma^* &= 90.000 \\ \text{Reciprocal Cell Volume} &= 0.00082504 \end{aligned}$$

Fasa  $\text{SrTiO}_3$

Metric information:

Direct cell parameters:

$$\begin{aligned} a &= 3.9046 & b &= 3.9046 & c &= 3.9046 \\ \alpha &= 90.000 & \beta &= 90.000 & \gamma &= 90.000 \\ \text{Direct Cell Volume} &= 59.5277 \end{aligned}$$

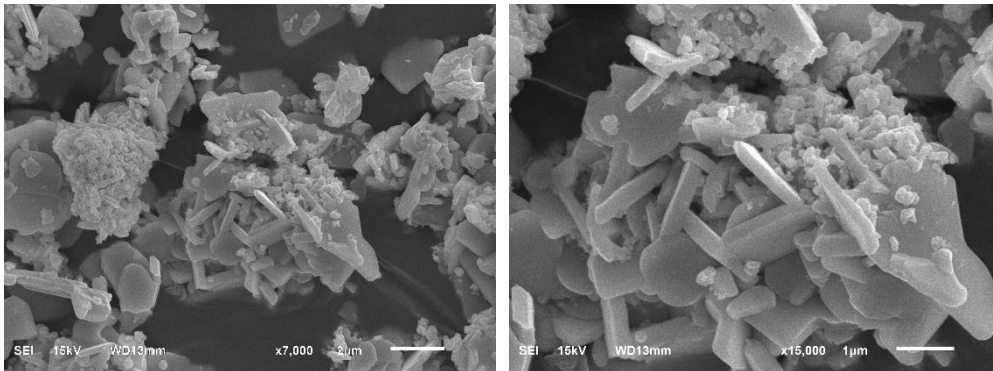
Reciprocal cell parameters:

$$\begin{aligned} a^* &= 0.256110 & b^* &= 0.256110 & c^* &= 0.256110 \\ \alpha^* &= 90.000 & \beta^* &= 90.000 & \gamma^* &= 90.000 \\ \text{Reciprocal Cell Volume} &= 0.01679890 \end{aligned}$$

Conventional Rietveld  $R_p, R_{wp}, R_e$  and  $\chi^2$ : 28.4 28.5 7.74 13.58

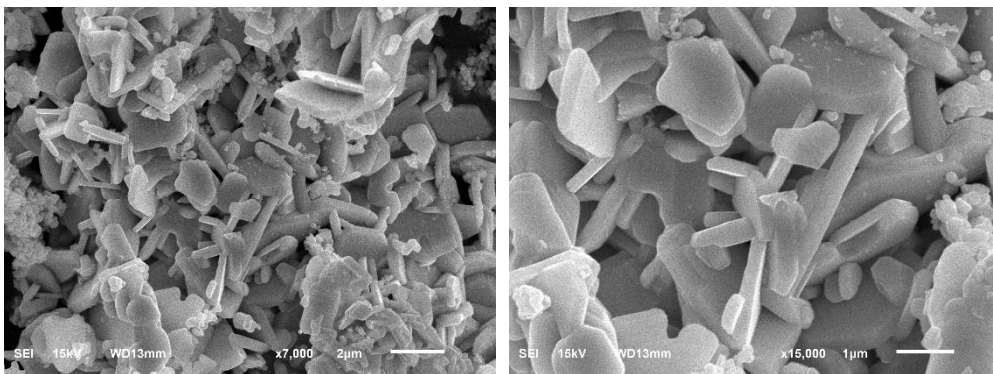
## Lampiran 6. Mikrograf SEM

### 1. $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0$ )



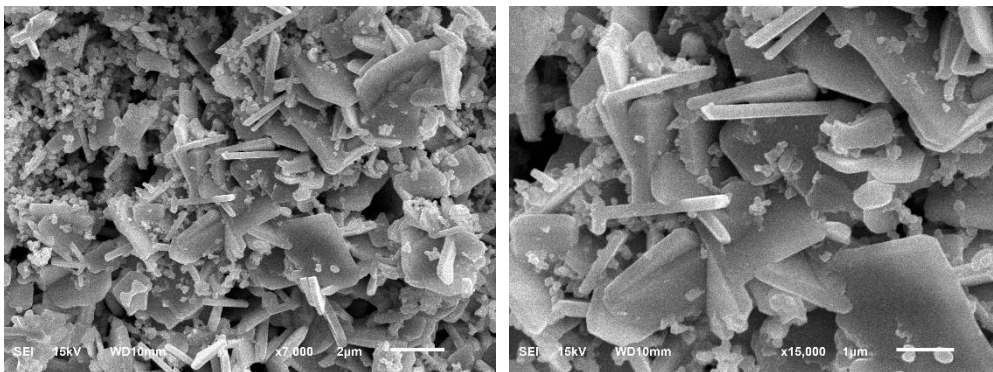
Gambar L.6.1 Mikrograf SEM  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0$ ) perbesaran (kiri) 7000x (kanan) 15000x

### 2. $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0,05$ )



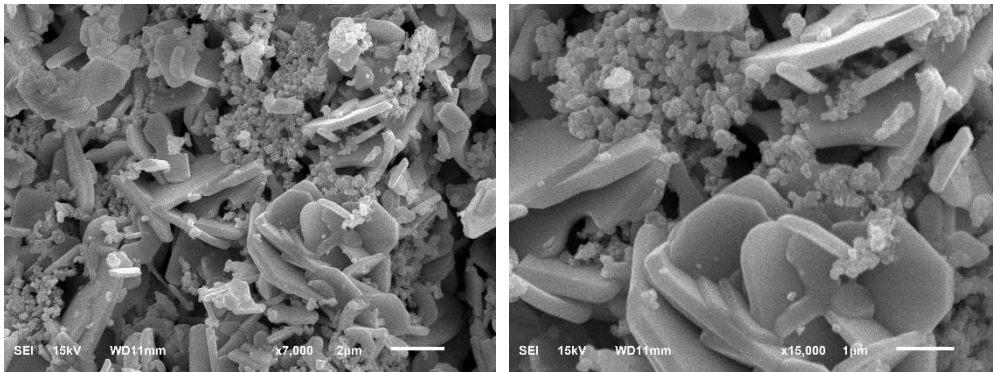
Gambar L.6.2 Mikrograf SEM  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,05$ ) perbesaran (kiri) 7000x (kanan) 15000x

### 3. $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0,10$ )



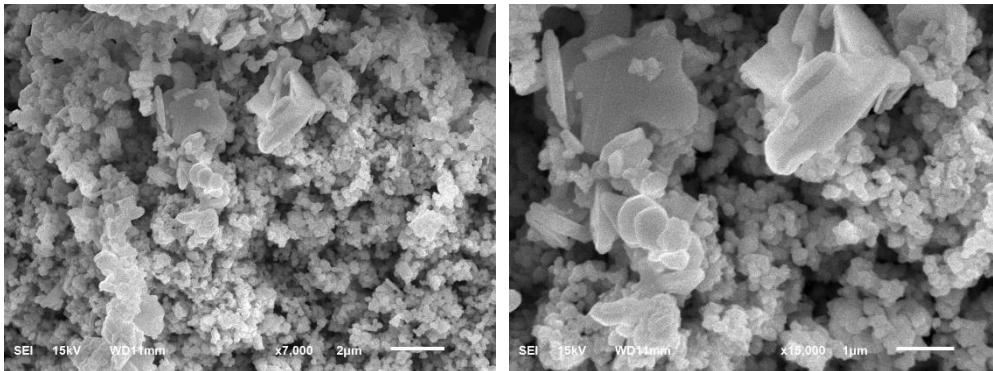
Gambar L.6.3 Mikrograf SEM  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,10$ ) perbesaran (kiri) 7000x (kanan) 15000x

#### 4. $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0,15$ )



Gambar L.6.4 Mikrograf SEM  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,15$ ) perbesaran (kiri) 7000x (kanan) 15000x

#### 5. $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0,20$ )



Gambar L.6.5 Mikrograf SEM  $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0,20$ ) perbesaran (kiri) 7000x (kanan) 15000x

## Lampiran 7. Hasil Karakterisasi SEM-EDS

### 1. SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0,00)



Title : IMG1<sup>1/1</sup>

Instrument : 6510 (LA)

Volt : 15.00 kV

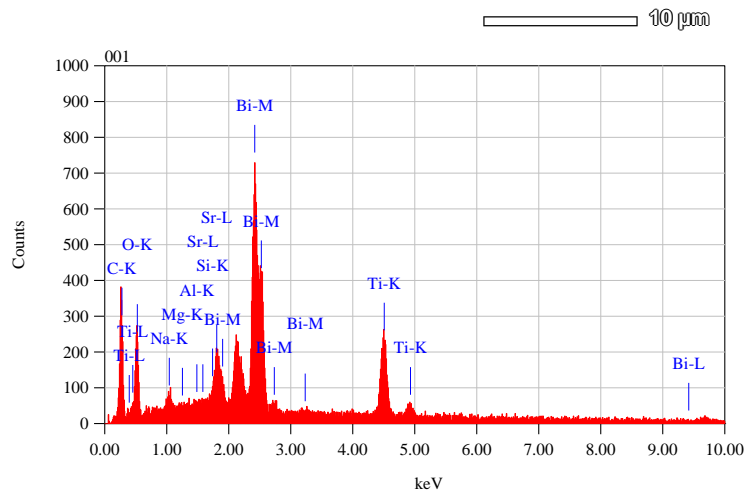
Mag. : x 3,000

Date : 2021/01/06

Pixel : 512 x 384



001



Acquisition Parameter

Instrument : 6510 (LA)

Acc. Voltage : 15.0 kV

Probe Current: 1.00000 nA

PHA mode : T3

Real Time : 30.41 sec

Live Time : 30.00 sec

Dead Time : 1 %

Counting Rate: 1711 cps

Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4162

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	27.95	0.09	64.28				14.7899
O K	0.525	12.25	0.17	21.15				13.1079
Na K	1.041	0.65	0.09	0.79				0.6770
Mg K	1.253	0.03	0.08	0.04				0.0341
Al K	1.486	0.03	0.08	0.03				0.0369
Si K	1.739	0.31	0.10	0.30				0.4200
Ti K*	4.508	10.83	0.23	6.24				14.9181
Sr L*	1.806	4.51	0.30	1.42				6.4909
Bi M*	2.419	43.43	0.39	5.74				49.5251
Total		100.00		100.00				

## 2. SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0,05)



Title : IMG1<sup>1/1</sup>

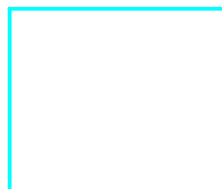
Instrument : 6510(LA)

Volt : 15.00 kV

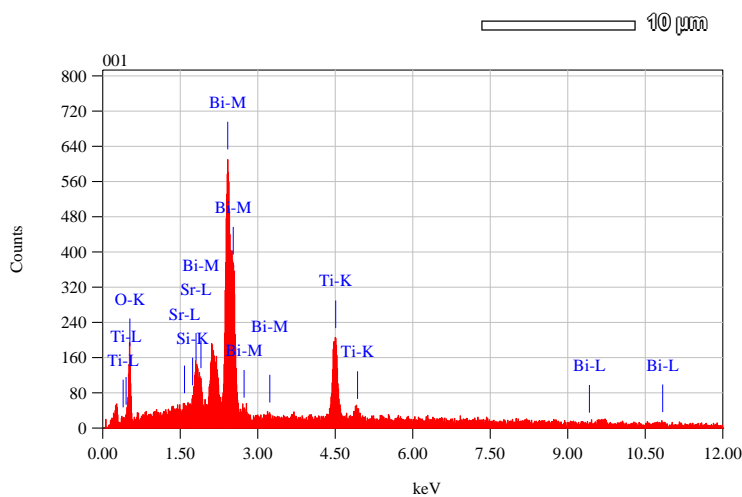
Mag. : x 3,000

Date : 2021/01/07

Pixel : 512 x 384



001



Acquisition Parameter

Instrument : 6510(LA)

Acc. Voltage : 15.0 kV

Probe Current: 1.00000 nA

PHA mode : T3

Real Time : 30.35 sec

Live Time : 30.00 sec

Dead Time : 1 %

Counting Rate: 1245 cps

Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.5297

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K*	0.525	10.91	0.19	48.57				13.1174
Si K*	1.739	0.26	0.16	0.66				0.2822
Ti K*	4.508	15.38	0.37	22.87				17.2404
Sr L*	1.806	6.12	0.48	4.97				7.0342
Bi M*	2.419	67.32	0.62	22.93				62.3259
Total		100.00		100.00				

### 3. SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0,10)



Title : IMG1<sup>1/1</sup>

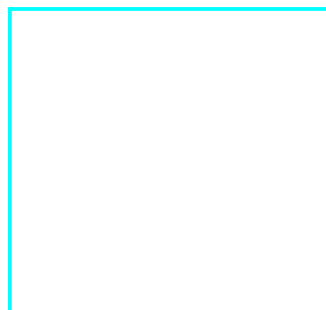
Instrument : 6510(LA)

Volt : 15.00 kV

Mag. : x 3,000

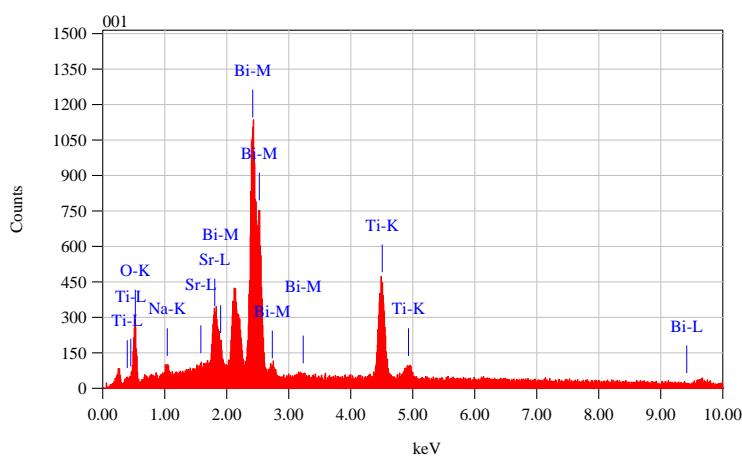
Date : 2021/01/07

Pixel : 512 x 384



001

10 μm



Acquisition Parameter

Instrument : 6510(LA)

Acc. Voltage : 15.0 kV

Probe Current: 1.00000 nA

PHA mode : T3

Real Time : 30.67 sec

Live Time : 30.00 sec

Dead Time : 2 %

Counting Rate: 2576 cps

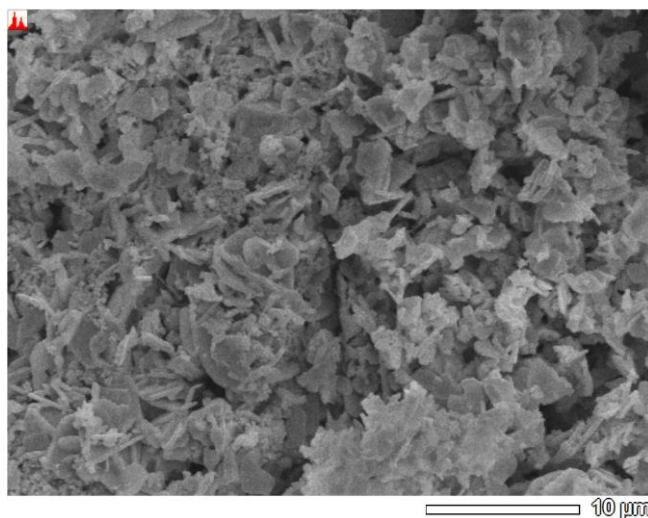
Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

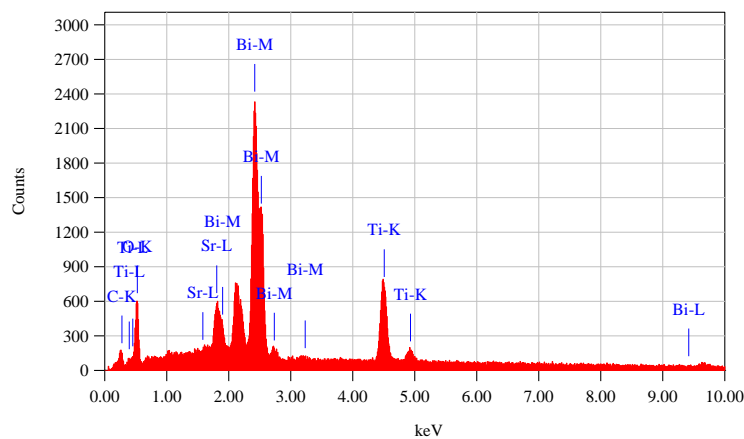
Fitting Coefficient : 0.4514

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	9.40	0.20	42.47				10.6578
Na K	1.041	0.72	0.13	2.25				0.6015
Ti K	4.508	17.53	0.35	26.46				19.8942
Sr L	1.806	7.90	0.37	6.52				9.1731
Bi M*	2.419	64.45	0.60	22.30				59.6735
Total		100.00		100.00				

#### 4. $\text{SrBi}_{4-x}\text{La}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ( $x = 0,15$ )



Title : IMG1<sup>1/1</sup>  
 -----  
 Instrument : 6510(LA)  
 Volt : 15.00 kV  
 Mag. : x 3,000  
 Date : 2021/01/07  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 6510(LA)  
 Acc. Voltage : 15.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 51.36 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 2 %  
 Counting Rate: 3041 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4247

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	4.55	0.12	22.56				1.8948
O K	0.525	9.88	0.17	36.73				11.6932
Ti K	4.508	14.58	0.31	18.11				16.9051
Sr L	1.806	6.04	0.32	4.10				7.2066
Bi M*	2.419	64.94	0.52	18.49				62.3003
Total		100.00		100.00				

## 5. SrBi<sub>4-x</sub>La<sub>x</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (x = 0,20)

■

Title : IMG1<sup>1/1</sup>

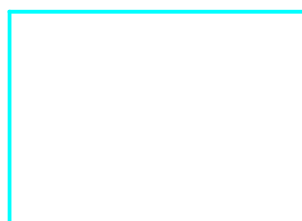
Instrument : 6510(LA)

Volt : 15.00 kV

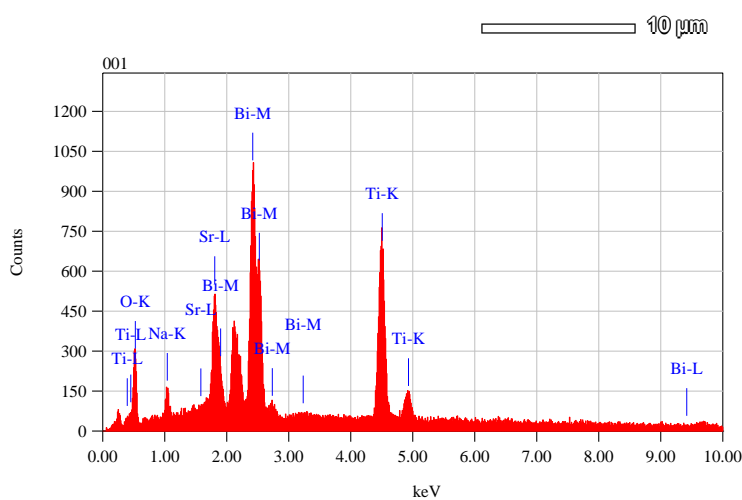
Mag. : x 3,000

Date : 2021/01/07

Pixel : 512 x 384



001



Acquisition Parameter

Instrument : 6510(LA)

Acc. Voltage : 15.0 kV

Probe Current: 1.00000 nA

PHA mode : T3

Real Time : 30.71 sec

Live Time : 30.00 sec

Dead Time : 2 %

Counting Rate: 3008 cps

Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4292

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	11.24	0.24	42.37				10.4446
Na K	1.041	1.52	0.13	3.99				1.2753
Ti K	4.508	24.95	0.34	31.40				28.7400
Sr L	1.806	10.66	0.36	7.34				12.4688
Bi M*	2.419	51.62	0.61	14.89				47.0713
Total		100.00		100.00				