

**SINTESIS $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ DENGAN DOPING Fe^{3+} MENGGUNAKAN METODE
LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

**Oleh:
NUR AZAH MUNADHIROH
15630005**



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

**SINTESIS $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ DENGAN DOPING Fe^{3+} MENGGUNAKAN METODE
LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

**Oleh
NUR AZAH MUNADHIROH
NIM. 15630005**

**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 SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ TERDOPING Fe^{3+} DENGAN METODE
LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

Oleh :
NUR AZAH MUANDHIROH
NIM. 15630005

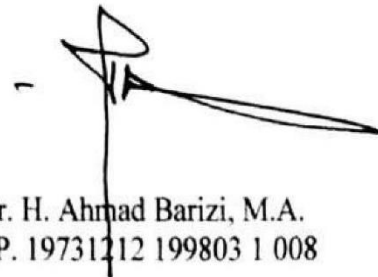
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 09 Maret 2021

Pembimbing I



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

Pembimbing II



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

Mengetahui,
Ketua Program Studi



Eluk Namilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ TERDOPING Fe^{3+} DENGAN METODE
LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

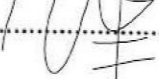
**Oleh :
NUR AZAH MUANDHIROH
NIM. 15630005**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 09 Maret 2021**

Penguji Utama : Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

(.....)

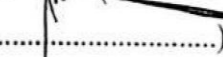

Ketua Penguji : Febi Yusniyanti, M.Sc
Lb. 68004

(.....)



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

(.....)


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

(.....)


Mengesahkan,
Ketua Program Studi


Eok Lailah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nur Azah Munadhiroh
NIM : 15630005
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Doping Fe^{3+} menggunakan Metode Lelehan Garam

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

Malang, 04 Mei 2021

Yang membuat pernyataan,



Nur Azah Munadhiroh
NIM 15630005

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala rahmat, hidayah serta kemurahan dan ridho-Nya. Dan tak lupa sholawat serta salam tetap tercurahkan kepada Nabi Agung, Nabi Muhammad SAW

Saya persembahkan karya ini untuk kedua orang tua ku tersayang Bapak Murji dan Ibu Nikmatul Rohmah yang selalu memberikan ku ketenangan, kenyamanan, motivasi, doa terbaik dan menyisihkan finansial nya, sehingga aku bisa menyelesaikan studi ku. Kalian sangat berarti bagiku.

Untuk Kakakku Muhammad Shanminan Aziz dan Adikku tersayang Muhammad Hafidz Bahtiar yang telah memberi dukungan, motivasi serta perhatiannya.

Terimakasih tak terhingga kepada Bapak Anton Prasetyo dan Bapak H. Ahmad Barizi selaku pembimbing, atas kesabaran dan kasih sayang yang telah membimbing saya menjadi seperti saat ini. Terimakasih juga kepada seluruh dosen laboran, dan staf jurusan kimia yang telah mendukung keberhasilan karya ini.

Dan tak lupa kepada seluruh sahabat-sahabatku yang selalu memberikan dukungan dan kehangatan dalam lingkup keluarga.

MOTTO

“Semua itu butuh proses, tidak ada yang tercipta secara instan, maka jalani setiap proses itu dengan ikhlas dan rasa syukur, seperti halnya kupu-kupu yang melewati proses menjadi kepompong sebelum menjadi makhluk yang indah”

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat, Taufiq dan Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi penelitian dengan judul **“Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Doping Fe^{3+} Menggunakan Metode Lelehan Garam”**. Sholawat serta salam semoga senantiasa selalu tercurahkan kepada Nabi Agung Muhammad SAW, yang telah menerangi dunia dengan cahaya iman dan islam.

Penyusunan skripsi penelitian dibuat untuk memenuhi salah satu kriteria kelulusan yang ada di Jurusan Kimia. Skripsi penelitian ini dapat disusun karena dukungan, motivasi serta bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, izinkan penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Kedua orangtua penulis yang telah memberikan semangat penuh, nasihat, do'a dan dukungan moral dan material sehingga dapat menuliskan skripsi penelitian ini dapat terselesaikan.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Bapak Dr. H. Ahmad Barizi M.A, Ibu Rachmawati Ningsih M.Si, dan Ibu Febi Yusniyanti, M.Sc selaku dosen pembimbing, konsultan, pembimbing agama dan penguji yang selalu sabar meluangkan waktu dalam memberikan bimbingan, pengarahan, dan motivasi, sehingga penulisan skripsi penelitian ini dapat terselesaikan.
4. Prof. Dr Abdul Haris, M.Ag. selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

5. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Prodi Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
6. Seluruh dosen Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan pengetahuan sebagai dasar atau pedoman bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi penelitian ini.
7. Teman-teman tim riset Aurivillius dan Perovskit yaitu Aldi, Vivin, Riv'ah, Hasal, Hanif dan Andi yang sudah banyak membantu dan selalu memberikan masukan dan semangat sehingga skripsi penelitian ini dapat terselesaikan.
8. Sahabat-sahabatku Safira, Fiya, Wida, Maghfir, Ain, Ila, Laila Niha, Tyas, Anggun, Ida, Lala serta teman-teman seperjuangan Kimia Angkatan 2015 khususnya teman-teman kimia A yang sudah memberikan motivasi dukungan dan do'a.
9. Seluruh pihak yang berkontribusi dalam penulisan skripsi penelitian ini yang penulis tidak mampu menyebutkan satu per satu.

Penulis sadar bahwa dalam penyusunan skripsi penelitian ini belum sempurna. Oleh karena itu, segala kritik dan saran akan kami terima dengan lapang hati dan mohon maaf kepada semua pihak apabila terdapat kesalahan selama penyusunan. Terlepas dari segala kekurangan, semoga tulisan ini dapat bermanfaat dan menambah ilmu pengetahuan, serta memberikan kontribusi positif serta bermanfaat bagi kita semua, Aamiin.

Malang, 19 Februari 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR LAMPIRAN	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR PERSAMAAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
ملخص	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Senyawa Bismut Titanat	7
2.2 Senyawa Bismut Titanat Sebagai Material Fotokatalis	8
2.3 Metode Lelehan Garam.....	10
2.4 Sintesis Bismut Titanat Menggunakan Metode Lelehan Garam.....	12
2.5 Sintesis Senyawa Aurivillius Terdoping Fe dengan Metode Lelehan Garam	15
2.6 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam Prespektif Islam	19
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	21
3.2 Alat dan Bahan	21
3.2.1 Alat	21
3.2.2 Bahan	21
3.3 Tahapan Penelitian	21
3.4 Prosedur Kerja	22
3.4.1 Preparasi Bahan.....	22
3.4.2 Sintesis Bismutfiltr Titanat dengan Metode Lelehan Garam	23
3.4.3 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ menggunakan XRD	23
3.4.4 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ menggunakan SEM	23
3.4.5 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ menggunakan UV-DRS.....	24
3.5 Analisis Data	24

BAB VI HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping Fe^{3+} dengan Metode Lelehan Garam.....	26
4.2 Karakterisasi hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ dengan XRD	27
4.3 Karakterisasi hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ dengan SEM-EDS	31
4.4 Karakterisasi hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ dengan UV-Vis DRS.....	33
4.5 Sintesis dan Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ dalam Prespektif Islam.....	35

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan.....	39
5.2 Saran.....	39

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

LAMPIRAN	43
-----------------------	-----------

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram alir	43
Lampiran 2. Perhitungan.....	44
Lampiran 3. Hasil karakterisasi menggunakan XRD	49
Lampiran 4. Perhitungan <i>Crystallite size</i>	60
Lampiran 5. Hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDS	62
Lampiran 6. Contoh Perhitungan Nilai Energi Celah Pita	67
Lampiran 7. Dokumentasi penelitian	73

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur senyawa bismut titanat	7
Gambar 2.2 Spektrum UV-DRS senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	9
Gambar 2.3 Pola XRD partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ disintering pada suhu 800°C selama 2 jam.....	13
Gambar 2.4 Morfologi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ pada suhu 800°C selama 2 jam.....	14
Gambar 2.5 Pola XRD pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Pr dengan variasi (800, 850, 900, dan 950°C)	15
Gambar 2.6 Morfologi sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ doping Pr^{3+} disintesis dengan variasi suhu (a) 800, (b) 850, (c) 900, dan (d) 950°C selama 4 jam.....	15
Gambar 2.7 Pola XRD sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe ($x= 2, 4, 6$, dan Au-2%)	16
Gambar 2.8 Morfologi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe ($x= 2, 4, 6$, dan Au-2%)	17
Gambar 2.9 Spektra DRS pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe ($x= 2, 4, 6$, dan Au-2%)	18
Gambar 4.1 Perubahan warna sampel setelah kalsinasi (a) sebelum penambahan garam, (b) setelah penambahan garam, dan (c) setelah penyaringan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15$; dan $0,2$)	27
Gambar 4.2 Pergeseran puncak difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15$; dan $0,2$).....	29
Gambar 4.3 Plot hasil <i>refinement</i> data senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,1$) dengan metode Le-bail.....	30
Gambar 4.4 Spektra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$; dan $0,2$)	33
Gambar 4.5 Dugaan diagram pita energi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ terdoping Fe	35

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Tabel massa tiap-tiap bahan prekursor untuk mendapatkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$)	22
Tabel 4.1 Data <i>Crystallite size</i> $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)	29
Tabel 4.2 Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,15$)	30
Tabel 4.3 Persentase unsur-unsur penyusun $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ hasil EDS	32
Tabel 4.4 Nilai energi celah pita dan panjang gelombang $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$	34

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Persamaan Kubelka-Munk	24
Persamaan 3.1 Persamaan hubungan faktor Kubelka-Munk dengan energi celah pita	25

ABSTRAK

Munadhiroh, Nur Azah. 2021. **Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping Fe^{3+} dengan Metode Lelehan Garam**. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo M.Si. Pembimbing II: Dr. H. Ahmad Barizi M. A.

Keyword: $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$), doping Fe, energi celah pita, metode garam cair.

Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah senyawa Aurivillius tiga lapis yang terdiri dari $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ dan lapis $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]^{2+}$ yang memiliki sifat feroelektrik, sehingga berpeluang untuk digunakan sebagai bahan fotokatalis. Salah satu upaya untuk memperbaiki energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah dengan doping Fe^{3+} sehingga dapat bekerja pada daerah UV (450-600) nm. Dalam penelitian ini sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) menggunakan metode garam cair NaCl. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi Sinar-X (XRD) untuk menganalisa fasa yang terbentuk, *scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy* (SEM-EDS) untuk menganalisa morfologi serta komposisi unsur, dan *UV-Visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS) untuk mengetahui pola serapan sinar sampel. Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) menunjukkan bahwa sampel berhasil disintesis akan tetapi pada $x=0,2$ masih ditemukan pengotor berupa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dan Na_2TiO_3 . Gambar SEM menunjukkan bahwa morfologi partikel berbentuk *plate like*. Spektra EDS menunjukkan bahwa unsur penyusun senyawa Bi, Ti, Fe, dan O teridentifikasi pada sampel produk. Spektra UV-Vis DRS menunjukkan bahwa dopan Fe dapat menurunkan energi celah pita yang lebih rendah sehingga dapat bekerja pada daerah sinar tampak.

ABSTRACT

Munadhiroh, Nur Azah. 2021. **Synthesis of Material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Doped Fe^{3+} using the Molten Salt Method.** Department of Chemistry Science and Technology Faculty, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo M. Si, Supervisor II: Dr. H. Ahmad Barizi M. A.

Keyword: $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$), Fe doping, band gap energy, molten salt method.

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ compound is a three-layer Aurivillius compound composed of $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ layers and three $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]^{2+}$ layers which have ferroelectric properties, so they have the opportunity to be used as photocatalyst material. One effort to improve its energy band gap is by doping $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ with Fe^{3+} dopants so that it can work in the UV (450-600) nm region. Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ and } 0,2$) using the NaCl molten salt method. Synthesized samples were characterized using X-ray diffraction (XRD) techniques to analyze the phases formed, scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) to analyze morphology and elemental composition, and UV-Visible diffuse reflectance spectroscopy (UV-Vis DRS) to determine the light absorption pattern of the sample. The diffractogram of the $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ compound ($x= 0; 0.05; 0.1; 0.15; \text{ and } 0.2$) showed that the sample was successfully synthesized but at $x= 0.2$ impurities were still found $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ and Na_2TiO_3 . SEM images show that the particle morphology is plate-like. The EDS show that the constituent elements of Bi, Ti, Fe, and O compound were identified in the sample. The UV-Vis DRS spectra show that the dopant Fe can lower the band gap energy so that it can work in the visible area.

ملخص

المناظرة، نور عزة. ٢٠٢١. . صناعة المستحضرة $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ محدر Fe^{3+} بطريقة الذوبان الملح. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، الجامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الأول: الدكتور أنطون فراسيتيو الماچستير الطبيعة و المشرف الثاني: الدكتور أحمد بريزي الماچستير الدين.

الكلمة الرئيسية: (0, 0,05; 0,1; 0,15; 0,2) : $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ منشطات الحديد, طاقة فجوة النطاق, طريقة الملح السائل.

المستحضرة $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ هي مستحضرة Aurivillius تتكون من ثلاثة الطبقات يعني من $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ طبقات وثلاث طبقات $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]^{2+}$ التي لها خصائص فيرو كهروضوئية , لذلك لديها فرصة لاستخدامها كمحفز ضوئي. تتمثل إحدى الجهود المبذولة لتحسين خصائصه الفيروكهربائية في تعاطي المنشطات $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ مع Fe^{3+} dopant لتقليل طاقة فجوة الحزمة بحيث يمكن أن يعمل في منطقة الأشعة فوق البنفسجية (400–600) نانومتر. في هذا البحث استخدام طريقة ملح السائل $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0$) تمييز العينات مستحضرة $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية (XRD) لتحليل المراحل المتكونة, ومسح التحليل الطيفي التشتت للطاقة بالمجهر الإلكتروني (SEM-EDS) لتحليل التشكل والتكوين العنصري, والتحليل الطيفي للانعكاس المنتشر للأشعة فوق البنفسجية (UV-Vis DRS) لمعرفة نمط امتصاص الضوء للعينات. أظهر الحيود مستحضرة $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) أن العينة تم تصنيعها بنجاح ولكن عند $x = 0.2$ شوائب لا تزال موجودة في شكل $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ و Na_2TiO_3 . صور SEM تظهر أن مورفولوجيا الجسيمات تشبه الصفيحة. توضح أطياف EDS أنه تم تحديد العناصر المكونة لمركبات Bi و Ti و Fe و O في عينة المنتج. تُظهر أطياف UV-Vis DRS أن الحديد المشوب يمكنه خفض طاقة فجوة النطاق بحيث يمكنه العمل في منطقة الضوء المرئي.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri yang semakin pesat seiring dengan kemajuan ilmu pengetahuan dan teknologi, memberikan manfaat yang besar dan kesejahteraan masyarakat. Akan tetapi memberikan dampak negatif, seperti halnya hasil dari limbah industri tekstil (Prado, dkk., 2008). Salah satu jenis limbah yang dihasilkan adalah limbah zat warna.

Manusia merupakan subjek penentu terhadap lingkungannya, karena tidak lain, untuk bekal manusia agar tercapailah tujuan manusia. Maka manusia perlu memperhatikan, keseimbangan ekologi, sumber alam, kelestarian hidup manusia, estetika, kenikmatan, dan efisiensi kehidupan manusia. Persoalan lingkungan hidup bukan sekedar masalah pencemaran lingkungan. Allah memerintahkan manusia untuk menjaga kelestarian lingkungan bukan untuk merusaknya, dan Allah mengancam manusia yang merusak alam seperti dalam surat QS. Al-A'raf (7) ayat 56:

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

Artinya : “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik” (al-A'raf (7): 56).

Dari ayat diatas menjelaskan tentang bahwa Allah SWT telah melarang berbuat kerusakan di bumi, alam semesta ini diciptakan Allah SWT, dalam keadaan yang harmonis, serasi dan memenuhi kebutuhan makhluk. Pada

hakikatnya manusia diciptakan dengan alam semesta semata-mata untuk menyembah Allah SWT. Agar manusia mendapatkan kedudukan yang lebih tinggi, maka manusia dituntut untuk bertanggung jawab atas perbuatannya.

Untuk mengatasi pencemaran lingkungan berbagai usaha telah dilakukan diantaranya biofilter anaerob-aerob, adsorpsi menggunakan karbon aktif atau zeolit, hal ini telah banyak dilakukan, namun hasilnya sering kurang efektif. Karena pada metode biofilter anaerob-aerob memiliki kelemahan yaitu kerja mikroba yang tidak efektif untuk limbah berkonsentrasi tinggi, serta proses penghilangan warna merupakan proses fermentasi yang akan menimbulkan gas yang berbau sebagai hasil pembusukan (Mohammed, dkk., 2014). Sedangkan pada metode adsorpsi memiliki kelemahan hanya memindahkan polutan dari cairan ke permukaan adsorben. Salah satu teknologi yang berpotensi digunakan untuk mengatasi permasalahan limbah zat warna adalah teknologi fotokatalis.

Fotokatalis dapat didefinisikan suatu proses kimia yang melibatkan cahaya sebagai pemicunya atau sebagai proses kombinasi antara fotokimia dan katalis (Castellote, dkk., 2011). Pemanfaatan teknologi fotokatalis pada pengolahan limbah di antaranya digunakan sebagai degradasi alizarin (Roopaei, dkk., 2014), degradasi limbah fenol (Hakim dan Haris., 2016), serta produksi biodiesel (Kartika dan Widyaningsih, 2012). Liao, dkk. (2012) menyatakan bahwa teknologi fotokatalis dapat digunakan untuk proses *water splitting* yaitu proses pemecahan air menjadi hidrogen dan oksigen sebagai sumber energi terbaru. Adapun material yang digunakan sebagai material fotokatalis adalah material semikonduktor. Beberapa material semikonduktor yang dilaporkan berpotensi sebagai material fotokatalis adalah TiO_2 , WO_3 , dan SnO_2 , atau yang mengandung material tersebut (Scaife, dkk., 2005).

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ merupakan salah satu keluarga senyawa Aurivillius dengan lapis tiga yang disusun atas struktur perovskite $[\text{A}_{x-1}\text{B}_x\text{O}_{3x+1}]^{2-}$ berlapis dan lapis $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$, dimana x merupakan jumlah lapis perovskite. Kation A adalah kation dengan muatan besar seperti Na^+ , Pb^{2+} , dan Bi^{3+} , dan kation B adalah kation dengan muatan kecil seperti Fe^{3+} , Ti^{4+} , Ta^{5+} , dan W^{6+} . Material ini dilaporkan mempunyai beberapa sifat menarik yaitu sifat feroelektrik sehingga berpeluang digunakan pada dunia elektronika misal sebagai kapasitor atau *Ferroelectric Random Access Memorys* (FRAMs) (Hushur, dkk., 2002). Selain itu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ini dilaporkan juga berpeluang digunakan sebagai material fotokatalis, akan tetapi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tidak terlalu efisien untuk fotokatalis karena celah pita yang besar yaitu 2,92 eV (Yao, dkk., 2003).

Banyak upaya yang dilakukan untuk modifikasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan tujuan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik. Doping logam adalah metode yang efektif untuk menurunkan energi celah pita sehingga bekerja pada daerah 450-600 nm (cahaya tampak) (Liu, dkk., 2016). Dutta dan Tyagi., (2016) dalam penelitiannya melaporkan bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang di doping dengan Ag mengalami penurunan nilai energi celah pita menjadi sekitar 2,8 eV. Hou, dkk., (2011) juga melaporkan bahwa energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang di doping Cr, mengalami penurunan energi celah pita dimana untuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{Cr}_{0,1}\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{Cr}_{0,2}\text{O}_{12}$, dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,6}\text{Cr}_{0,4}\text{O}_{12}$ adalah 3,33; 3,11; 2,56, dan 2,42 eV, hasil tersebut menunjukkan bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Cr}_x\text{O}_{12}$ memiliki potensi kemampuan kinerja fotokatalitik di bawah iradiasi cahaya tampak.

Logam Fe dapat dijadikan doping dalam senyawa Aurivillius dengan menggantikan Ti^{4+} , karena Fe^{3+} memiliki ukuran jari-jari yang hampir sama (Yang, dkk. 2014). Liu, dkk. (2016), melaporkan telah mendoping $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

dengan Fe dan energi celahnya lebih kecil dibandingkan dengan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan perubahan nilai energi celah pita: (a) 2% Fe/ $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah 2,43 eV, (b) 4% Fe/ $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah 2,36 eV, (c) 6% Fe/ $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah 2,28 eV. Hal tersebut menyatakan bahwa semakin besar persen doping Fe maka energi celah pita semakin rendah. Selain doping, yang mempengaruhi aktivitas fotokatalis yaitu ukuran partikel kecil, morfologi, dan luas permukaan.

Metode reaksi yang banyak digunakan untuk sintesis Aurivillius, yaitu menggunakan reaksi keadaan padatan yang biasanya memerlukan suhu tinggi dan pemanasan ulang. Akan tetapi metode keadaan padatan mempunyai kekurangan yaitu membutuhkan suhu yang tinggi, waktu reaksi sangat panjang, homogenitas campuran yang rendah, reaktan, dan difusi ionik lambat (Zulhadjri, dkk., 2011). Pengembangan metode keadaan padatan adalah metode lelehan garam. Metode lelehan garam mempunyai kelebihan yaitu waktu reaksi lebih pendek, suhu sintesis lebih rendah, produk yang dihasilkan memiliki kemurnian lebih tinggi (Kimura, 2011), jarak difusinya kecil karena campuran oksida dalam garam, reaktivitas garam dan mobilitas garam tinggi (Villegas, dkk., 1999).

Metode lelehan garam didasarkan pada penggunaan garam dengan titik leleh rendah, seperti alkali klorida, sulfat, karbonat, atau hidroksida, sebagai media reaksi. Suhu yang digunakan relatif rendah karena adanya laju difusi yang jauh lebih tinggi antara komponen reaksi dalam media cair menghasilkan bubuk yang memiliki fase tunggal dengan kemurnian tinggi (Kim, dkk., 2004). Zhao, dkk. (2014) melaporkan telah mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam, dengan jenis garam $\text{K}_2\text{SO}_4\text{-Na}_2\text{SO}_4$ dengan perbedaan suhu 2 jam. Hasil difraktogram menunjukkan bahwa suhu sintering berbeda akan meningkatkan kemurnian $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Namun pada suhu yang berbeda muncul

puncak fasa $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$, hal ini disebabkan adanya prekursor Bi_2O_3 dapat diketahui bahwa peningkatan suhu mempunyai ukuran dan partikel yang ditunjukkan dengan peningkatan ketebalan partikel.

Dari uraian di atas maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Fe^{3+} ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ dengan $x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) menggunakan metode lelehan garam NaCl . Hasil sintesis akan dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk fasa senyawa tertentu, *Scanning electron microscopy (SEM)*-EDS untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsur dari sampel, dan UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana struktur, morfologi, dan nilai energi celah pita dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ dengan $x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$ yang disintesis dengan menggunakan metode lelehan garam sebagai fotokatalis?

1.3 Tujuan

Mengetahui struktur, morfologi, dan nilai energi celah pita dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Fe^{3+} menggunakan metode lelehan garam sebagai fotokatalis.

1.4 Batasan Masalah

- a. Jenis garam yang digunakan adalah NaCl dengan perbandingan molar 1:7.
- b. Pemanasan yang digunakan dengan suhu 850°C .

1.5 Manfaat

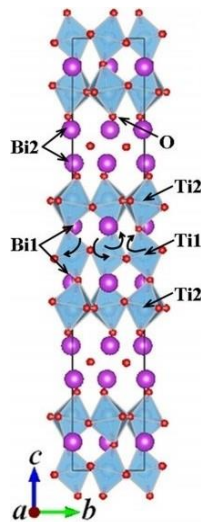
Manfaat dari penelitian ini yaitu dapat memberikan informasi ilmiah kepada masyarakat dan peneliti tentang karakteristik struktur, ukuran partikel, dan aktivitas material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan terdoping Fe^{3+} menggunakan metode lelehan garam. Selain itu juga dapat membantu pengembangan ilmu dan teknologi material mengenai karakteristik dan desain material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Bismut Titanat

Senyawa Aurivillius pertama kalinya ditemukan oleh Bengt Aurivillius pada tahun 1949. Fase baru yang ditemukan oleh Bengt Aurivillius dengan struktur berlapis dalam sistem $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$. Rumus umum Aurivillius adalah $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+} (\text{Am} - 1\text{B}_m\text{O}_{3m} + 1)^{2-}$. Secara umum Aurivillius tersusun oleh kation A berukuran besar yang memiliki koordinasi dodekahedral. Biasanya kation A berupa logam alkali, alkali tanah, dan unsur tanah jarang. Kation B adalah kation tri, tetra, penta, atau heksavalen kecil, dan m adalah bilangan bulat yang menunjukkan jumlah lapisan senyawa perovskite (Jardiel, dkk., 2008). $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ disusun oleh lapisan $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ fluoritetype dan $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]^{2-}$. Lapisan $[\text{Bi}_2\text{Ti}_3\text{O}_{10}]^{2-}$ terdiri dari tiga lapisan oktahedral TiO_6 dengan Bi^{3+} di situs- A , yang diapit antara lapisan $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ sepanjang sumbu C (Renieri, dkk., 2013).



Gambar 2.1. Struktur senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Roy, dkk., 2013).

Pseudo-perovskite unit $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki parameter kisi $a = 0,5450$, $b = 0,54059$, dan $c = 3,2832$ nm, dan polarisasi spontan $P_s = 50$ dan $4 \mu\text{C}/\text{cm}^2$

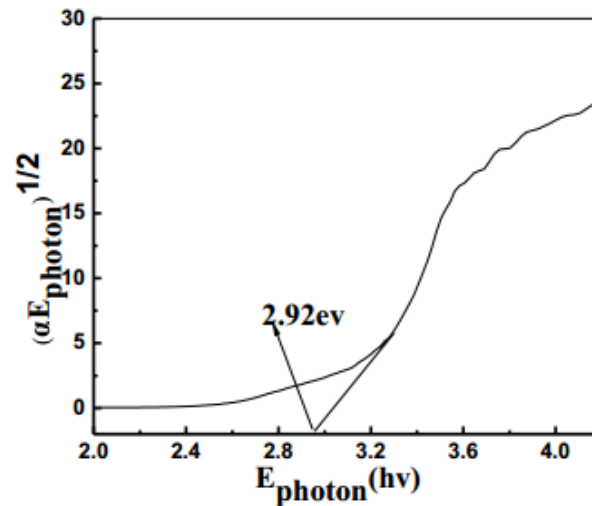
masing-masing sepanjang sumbu a dan c (Ranieri, dkk., 2013). Senyawa Aurivillius dengan jumlah unit perovskite yang berbeda adalah sebagai berikut Bi_2WO_6 ($n = 1$), $\text{Bi}_2\text{SrTa}_2\text{O}_9$ ($n = 2$), $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ($n = 3$), $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($n = 4$), dan $\text{Sr}_2\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$ ($n = 5$) (Petrovic dan Bobic, 2018). Adapun struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ seperti Gambar 2.1 (Roy, dkk., 2013).

2.2 Senyawa Bismut Titanat Sebagai Material Fotokatalis

Fotokatalis merupakan suatu bahan atau unsur yang digunakan dalam meningkatkan laju reaksi oksidasi dan reduksi yang dibantu oleh cahaya. Salah satu bahan yang menjanjikan untuk dijadikan sebagai bahan fotokatalis adalah titania. Dari tiga bentuk struktur kristal yang dimiliki titania *anatase* adalah polimorf dan merupakan fase yang paling aktif dalam hal aktivitas fotokatalis (Stucchi, dkk., 2014). Senyawa semikonduktor untuk mendegradasi polutan organik dalam air limbah telah menarik banyak perhatian. Hal ini diketahui bahwa, ketika semikonduktor menyerap foton dengan energi yang sama atau lebih tinggi dari energi celah pita, sebuah elektron bebas akan tereksitasi ke pita konduksi, meninggalkan lubang positif di pita valensi. Pasangan lubang *photoexcited electron* dapat digunakan untuk degradasi polutan organik. Lubang-lubang itu bisa bereaksi dengan air (H_2O) atau gugus hidroksil (OH^-) yang diserap permukaan untuk menghasilkan radikal hidroksil (OH^\bullet), dan elektron dapat terperangkap oleh oksigen terlarut spesies untuk membentuk radikal anion superoksida ($\text{O}_2^{\bullet-}$).

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah salah satu senyawa semikonduktor yang berpotensi digunakan sebagai material fotokatalis dengan energi celah pita sebesar ($E_g = 2,92$ eV) dan tingkat rekombinasi yang tinggi dari pasangan lubang elektron yang

dihasilkan foton. Spektra DRS (*diffusi reflectance spectroscopy*) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditunjukkan dalam Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Spektrum UV-DRS senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Wang, dkk., 2013)

Chen, dkk. (2016) mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode sol-gel dan hidrotermal. Hasil yang diperoleh yaitu $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,6}\text{Cr}_{0,4}\text{O}_{12}$ dengan energi celah pita 2,42 eV menunjukkan kinerja fotokatalitik yang paling baik dibawah radiasi sinar UV, sehingga dapat mendegradasi metil oranye (MO) dalam larutan air dan evolusi H_2 . Selain itu Nogueira, dkk. (2013) mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode OPM (*Oxidant Peroxide Method*). Hasil yang diperoleh dari sintesis ini yaitu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan suhu kalsinasi 900°C mampu menunjukkan aktivitas fotokatalis yang baik dengan energi celah pita 2,63 eV, dan 98% mampu mendegradasi zat warna.

Salah satu usaha untuk memperbaiki sifat fotokatalis adalah dengan mendoping $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan logam lain contohnya La, Nd, V, Cr dan Fe (Liu, dkk., 2016, Gu, dkk., 2106, Hou, dkk., 2011). Diantara ion logam transisi, ion Fe^{3+} berpeluang digunakan untuk mendoping senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, hal ini karena

memiliki jari-jari yang hampir mirip dengan ion Ti^{4+} yang akan digantikan (Petrovic dan Bobic, 2018). Jari-jari Fe^{3+} ($0,79\text{\AA}$) serupa dengan jari-jari Ti^{4+} ($0,75\text{\AA}$). Sehingga ion Fe^{3+} dapat dengan mudah ditampung ke dalam kisi kristal $Bi_4Ti_3O_{12}$. Beberapa pihak telah melaporkan penggunaan logam Fe sebagai dopan pada beberapa material fotokatalis.

Chala, dkk. (2014) mensintesis $BiVO_4$ dengan mendoping Fe (x : 0; 0,5; 1; 2; dan 5) menggunakan metode hidrotermal dan dilaporkan menurunkan energi celah pita dari 2,51 ke 2,38 eV, dan membentuk *subband states* dalam celah pita $BiVO_4$ yang kemudian dengan mudah dapat menghasilkan lebih banyak lagi pasangan lubang elektron dibawah radiasi sinar UV, sehingga menghasilkan kinerja fotokatalis yang tinggi dibandingkan dengan $BiVO_4$ murni.

2.3 Metode Lelehan Garam

Sintesis garam cair, merupakan salah satu metode preparasi keramik, yang melibatkan penggunaan garam cair sebagai media untuk menyiapkan oksida kompleks dari bahan penyusunnya (oksida dan karbonat). Bubuk keramik dibuat dari fase padat, cair, dan gas dengan berbagai metode (Rahaman, 2003). Untuk produksi komersial berskala besar, keramik bubuk dibuat terutama dari fase padat. Sintesis garam cair adalah modifikasi metalurgi. Garam dengan titik leleh rendah ditambahkan ke reaktan dan dipanaskan sampai melebihi titik leleh dari garam. Garam cair bertindak sebagai pelarut (Sikalidis, 2011).

Metode lelehan garam ini secara garis besar melalui beberapa tahapan. Tahapan pertama adalah percampuran prekursor dengan garam, dengan perbandingan jumlah garam yang lebih banyak daripada prekursor. Tahapan selanjutnya yaitu homogenasi yang dilakukan dalam krus alumunia dan kemudian

dipanaskan sampai suhu diatas suhu eutentik dan kemudian didinginkan, setelah didinginkan kemudian produk dicuci menggunakan air hangat tujuannya untuk memisahkan garam dari prekursor, yang kemudian dikeringkan untuk mendapatkan produk yang kering (Kimura, 2011).

Tahapan keempat yaitu proses yang terjadi ketika reaksi pembentukan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yaitu (1) proses awal reaksi padatan dan nukleasi, (2) proses pembentukan struktur lempeng (*Plate-Like*) (3) difusi dan nukleasi pinggiran dan (3) difusi dan pertumbuhan kristal (Zhao, dkk., 2014).

Adapun beberapa faktor yang, mempengaruhi hasil analisis dengan metode lelehan garam seperti berikut:

1. Jenis garam

Jenis garam yang digunakan mempengaruhi hasil kristal yang dihasilkan dari proses sintesis. Jenis garam ini juga mempengaruhi morfologi dan ukuran partikel produk. Hal ini dimungkinkan karena perbedaan ukuran anion dari konstituen oksida pada garam. Selain itu yang mempengaruhinya adalah transportasi masa dan kelarutan produk terhadap lelehan garam (Kan, dkk., 2003).

2. Jenis prekursor

Jenis prekursor yang digunakan berperan penting dalam morfologi kristal. Penambahan 5% nanopartikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ sebagai material awal cenderung lebih besar dibandingkan dengan penambahan 5% $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ amorf menghasilkan kristal yang berukuran lebih kecil pada suhu sedikit diatas titik eutentik garamnya (Kan, dkk., 2003).

3. Suhu sintering

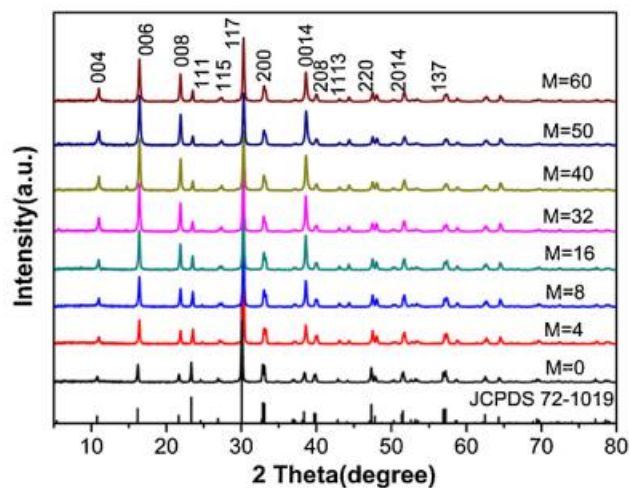
Suhu sintering sangat berpengaruh pada struktur morfologis kristal, semakin tinggi suhu pemanasan, ukuran kristal yang dihasilkan semakin besar juga. Hal ini disebabkan dengan adanya suhu tinggi, partikel akan menurunkan energi permukaan sehingga partikel yang terbentuk akan semakin baik (Zhao, dkk., 2014).

4. Laju penurunan suhu sintering

Laju penurunan suhu sintering sangat mempengaruhi ukuran partikel dan morfologi partikel kristal yang dihasilkan sebagai produk akhir. Ukuran kristal akan semakin besar ketika laju pendinginan semakin kecil. Rasio diameter dan ketebalan kristal juga dipengaruhi oleh laju penurunan suhu sintering. Laju pendinginan yang lambat akan menyebabkan pendinginan mendadak, sehingga proses nukleasi spontan dapat dicegah (Zhao, dkk., 2014).

2.4 Sintesis Bismut Titanat Menggunakan Metode Lelehan Garam

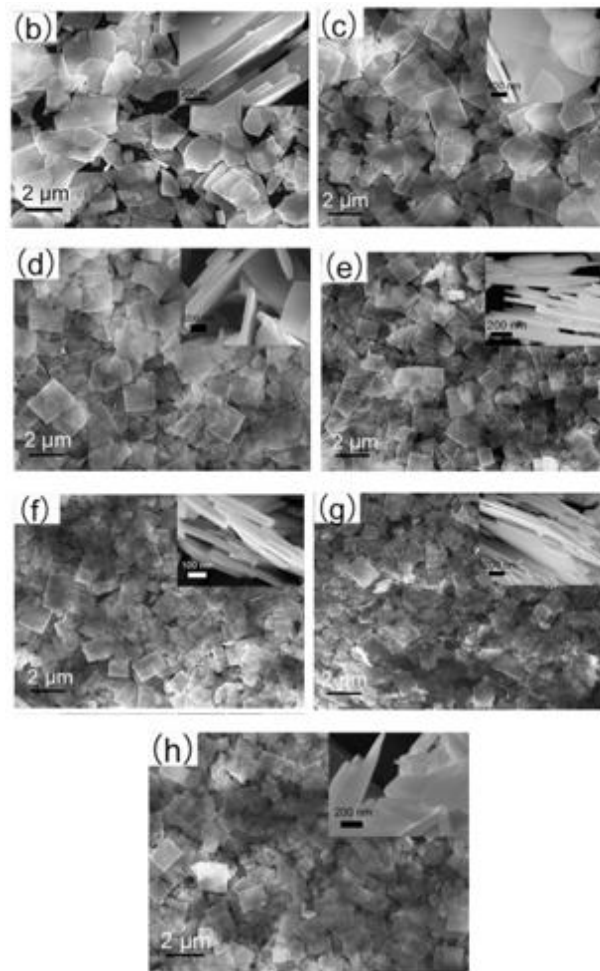
He, dkk., (2014) mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan menggunakan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl dengan pemanasan pada suhu 800°C selama 2 jam. Gambar 2.3 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dipanaskan pada suhu 800°C selama 2 jam. Pada gambar tersebut diketahui bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah berhasil terbentuk dengan fasa ortorombik dan tidak ada pengotor.



Gambar 2.3. Pola XRD partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ kalsinasi pada suhu 800°C selama 2 jam (He, dkk., 2014)

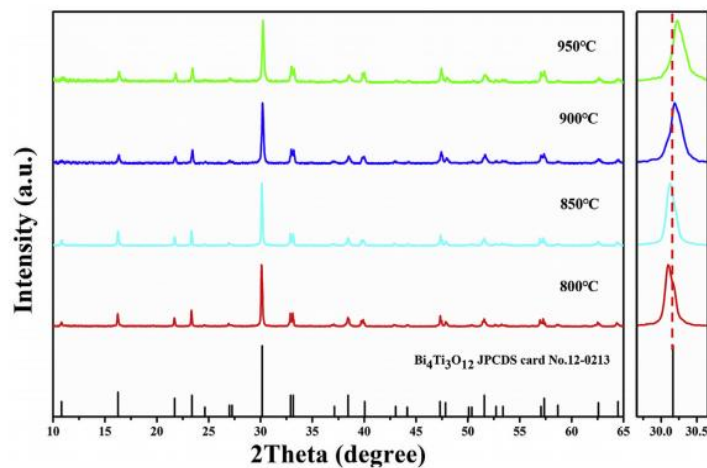
He, dkk. (2014) melaporkan telah mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ pada suhu 800°C selama 2 jam menggunakan metode lelehan garam. Hasil karakterisasi menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.4 menunjukkan morfologi dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang diperoleh yaitu bentuk *plate-like*, dengan memvariasikan jumlah garam, bentuk sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ berubah dari *nanosheets* persegi panjang yang terpisah-pisah dengan pinggiran tidak teratur menjadi *nanosheets* persegi panjang yang teratur.

Zhang, dkk. (2018) mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Pr^{3+} dengan menggunakan metode lelehan garam NaCl-KCl yang divariasikan suhu dari 800 - 950°C selama 4 jam. Pola XRD dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ doping Pr^{3+} disintesis pada suhu yang berbeda (800 , 850 , 900 , dan 950°C) selama 4 jam ditunjukkan pada Gambar 2.5 diketahui bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah berhasil terbentuk dengan fasa ortorombik dan tidak ada fasa pengotor.

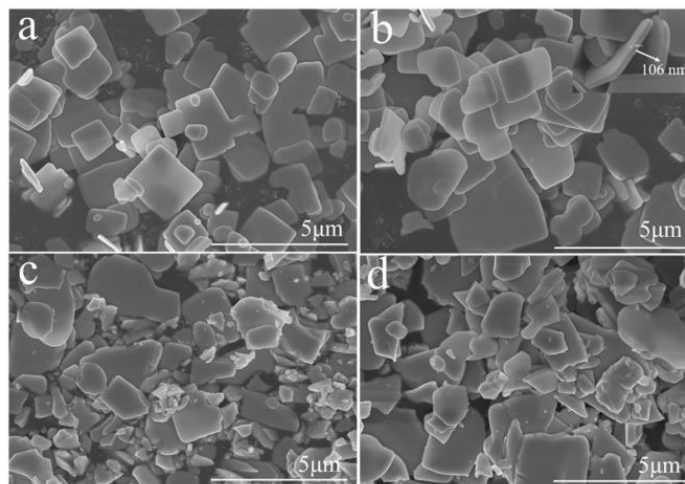


Gambar 2.4 Morfologi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ pada suhu 800°C selama 2 jam (He, dkk., 2014).

Zhang, dkk. (2018) melaporkan telah mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Pr^{3+} dengan variasi suhu (a) 800°C , (b) 850°C , (c) 900°C , dan (d) 950°C selama 4 jam menggunakan metode lelehan garam. Hasil karakterisasi menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.6 menunjukkan hasil morfologi sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ doping Pr^{3+} yang disintesis pada suhu 800°C dan 850°C mempunyai morfologi *plate-like* yang seragam ($0,5 - 2 \mu\text{m}$) dan halus dengan ketebalan lembaran 106 nm . Namun dengan meningkatnya suhu sintesis 900°C menjadi 950°C morfologinya berubah dari *plate-like* menjadi tidak beraturan dan *sheet* menjadi lebih tebal.



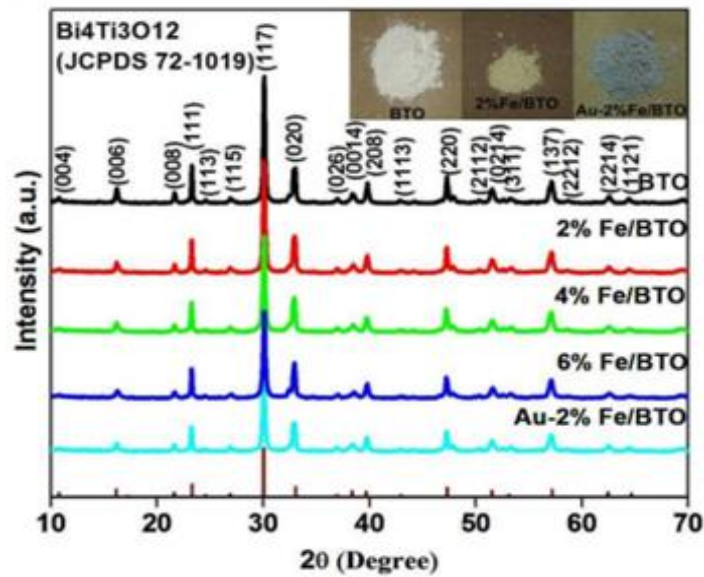
Gambar 2.5 Pola XRD pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Pr dengan variasi (800, 850, 900, dan 950°C) (Zhang, dkk., 2018).



Gambar 2.6 Morfologi sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ doping Pr^{3+} yang disintesis dengan variasi suhu (a) 800, (b) 850, (c) 900, dan (d) 950°C selama 4 jam (Zhang, dkk., 2018).

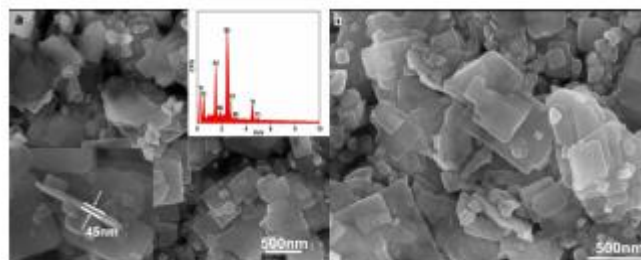
2.5 Sintesis senyawa Aurivilius terdoping Fe Dengan Metode Lelehan Garam

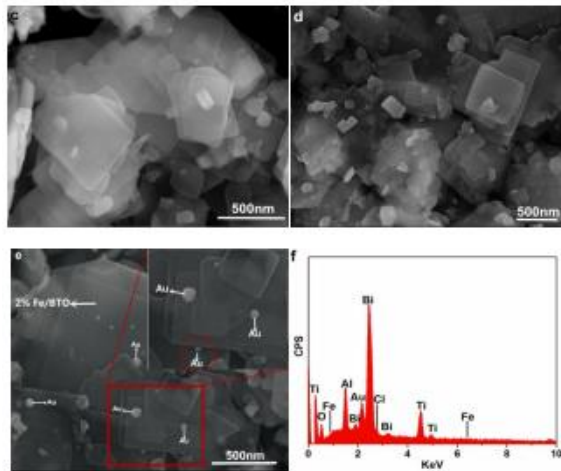
Liu, dkk. (2016). Melaporkan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Fe^{3+} menggunakan metode lelehan garam NaCl-KCl, dengan variasi Fe yaitu ($x=2, 4, 6$, dan Au-2%). Gambar 2.7 menunjukkan pola XRD dari partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah berhasil terbentuk dengan fase ortorombik dan tidak ada pengotor.



Gambar 2.7 Pola XRD sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe ($x= 2, 4, 6,$ dan Au-2%) (Liu, dkk., 2016)

Liu, dkk. (2016) melaporkan telah mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe^{3+} dengan Fe yaitu ($x= 2, 4, 6,$ dan Au-2%), menggunakan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl. Hasil karakterisasi menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.8 menunjukkan hasil morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang berupa lembaran dan mempunyai ukuran yang seragam, dengan ketebalan ~ 45 nm dan panjang sisi rata-rata lembaran adalah ~ 500 - 1000 nm. Sedangkan dari Gambar 2.8 b-d bahwa tidak ada perubahan secara signifikan pada morfologi sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ seiring dengan penambahan Fe.

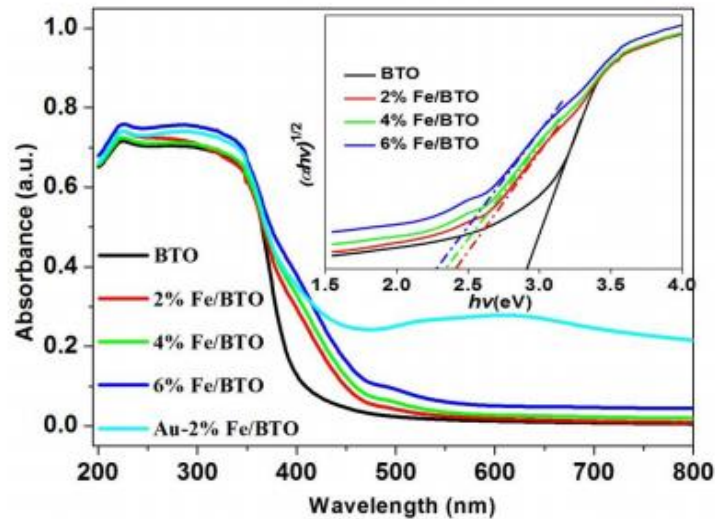




Gambar 2.8 Morfologi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe ($x= 2, 4, 6,$ dan Au-2%) (Liu dkk., 2016)

Hasil analisis EDS ditampilkan pada Gambar 2.8 f menunjukkan pola EDS bahwa terdapat unsur Bi, Ti, Fe, Au, dan Cl dalam sampel Au-2% Fe/ $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Rasio Fe/Bi adalah 0,97:200 yang mendekati nilai teoritis 1/200. Pemetaan EDS dipilih untuk analisis elemen Bi, Fe, Ti, dan O yang terdistribusi dengan baik.

Gambar 2.9 menunjukkan spektra DRS sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang didoping dengan Fe. Perubahan nilai energi celah pita dari sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni, 2% Fe/ $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, 4% Fe/ $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, dan 6% Fe/ $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dapat diketahui masing-masing sebagai berikut 2,92; 2,43; 2,36; dan 2,28 eV. Dari uraian diatas yang paling aktif berada dibawah sinar UV adalah 4% Fe/ $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan energi celah pita 2,36 dan mengalami pergeseran gelombang 450-600 nm. Hal ini dapat dilihat dengan jelas bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ doping Fe menunjukkan hasil yang baik dengan panjang gelombang lebih pendek 450 nm, sehingga sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ aktif di bawah sinar UV.



Gambar 2.9 Spektra DRS pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe ($x=2, 4, 6$, dan Au-2%) (Liu dkk., 2016)

Allah menciptakan segala sesuatu dengan maksud dan tujuan yang jelas. Seperti halnya Allah menciptakan garam dilaut, untuk dimanfaatkan. Sebagaimana firman Allah dalam Al-Qur'an surat al-Furqan (25) ayat 53.

وَهُوَ الَّذِي مَرَجَ الْبَحْرَيْنِ هَذَا عَذْبٌ فُرَاتٌ وَهَذَا مِلْحٌ أُجَاجٌ وَجَعَلَ بَيْنَهُمَا بَرْزَخًا
وَحِجْرًا مَّحْجُورًا ۝٥٣

Artinya:

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

Munawwir (1984) menyebutkan makna ملح *milkhun* artinya garam, jika digunakan untuk menyifati air, maka berarti asin, atau air laut itu terasa asin. Surat al-Furqan ayat 53 ini menjelaskan tentang air laut yang asin dan air tawar terdapat pembatas dan pemisah yang tidak bisa ditembus. Dengan demikian air laut tidak akan mencampuri air laut yang lain, karena masing-masing akan menjaga kepadatan air, partikel-partikel penyusut dan kadar garam yang terdapat dalam kandungan airnya. Allah menciptakan garam tersebut untuk dimanfaatkan sebaik-

baiknya, dengan begitu garam tersebut digunakan untuk mensintesis material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

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

Allah SWT menciptakan bumi dan seisinya untuk memenuhi kebutuhan manusia. Apa yang ada di dunia ini bisa dikelola untuk dimiliki oleh manusia sebagai makhluk Allah. Semua yang ada di bumi ini diciptakan oleh Allah dengan berbagai macam bentuk tidak dengan sia-sia. Seperti dalam firman Allah dalam Al-Qur'an surat An-Nahl (16) ayat 13.

وَمَا ذَرَأَ لَكُمْ فِي الْأَرْضِ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَذَّكَّرُونَ ۝١٣

Artinya: “Dan Dia (menundukkan pula) apa yang Dia ciptakan untuk kamu di bumi ini dengan berlain-lainan macamnya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang mengambil pelajaran” (An-Nahl (16):13).

Ayat diatas menjelaskan bahwa Allah menciptakan selain yang di langit, disediakan untuk manfaat umat manusia. Allah SWT juga menciptakan berbagai macam benda di muka bumi yang beraneka bentuk dan cirinya, semua itu untuk dimanfaatkan oleh manusia. Sesungguhnya yang demikian itu terdapat tanda-tanda yang jelas dan banyak bagi kaum yang selalu merenungkan kekuasaan Allah SWT (Shihab, 2002). Keagungan ciptaan Allah menjadikan pelajaran bagi manusia, yaitu orang yang mampu memahami hikmah dari setiap ciptaan Allah. Pemahaman tentang hikmah dari ciptaan Allah menjadikan manusia untuk berfikir bahwa tidak ada satupun ciptaan Allah yang ada di bumi yang sia-sia.

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ diciptakan oleh Allah tidak dengan sia-sia melainkan dengan banyak manfaatnya. Seperti halnya Allah menciptakan semua yang berada di

bumi ini untuk dijaga kelestariannya. Kedudukan manusia sebagai khalifah di bumi ini diperintahkan untuk memelihara dan melestarikan alam, mengelola, menggali dan mengolah kekayaan alam untuk dimanfaatkan demi kesejahteraan manusia dalam rangka beribadah kepada Allah. Sebagaimana firman Allah dalam surah Al-Baqoroh (2) ayat 30:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلٰٓئِكَةِ اِنِّيْ جَاعِلٌ فِى الْاَرْضِ خَلِيْفَةً ۗ قَالُوْۤا اَتَجْعَلُ فِيْهَا مَنْ يُفْسِدُ فِيْهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَآءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۗ قَالَ اِنِّيْۤ اَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُوْنَ ۝۳۰

Artinya: "Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para Malaikat: "Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi". Mereka berkata: "Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?" Tuhan berfirman: "Sesungguhnya Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui" (Al-Baqoroh (2): 30)

Ayat diatas menjelaskan bahwa manusia dikatakan pengganti oleh Allah adalah dimana manusia diberi tanggungjawab mengelola alam semesta untuk kesejahteraan umat manusia. Pada dasarnya akhlak yang diajarkan didalam al-Qur'an terhadap lingkungan bersumber dari fungsi manusia sebagai khalifah, yang sebagaimana Allah SWT telah memberikan mandat kepada manusia untuk memelihara bumi dan segala isinya. Untuk mewujudkan tugasnya sebagai khalifah di bumi, manusia selama hidup di dunia diwajibkan untuk meningkatkan kemampuannya baik fisik maupun rohaninya ke arah yang lebih maju dalam bidang ilmu pengetahuan, seperti pengembangan untuk mendegradasi zat warna, dengan cara mensintesis Bi₄Ti₃O₁₂.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari–Agustus 2020 yang bertempat di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan antara lain seperangkat alat gelas, aluminium foil, spatula, *mortar agate*, neraca analitik, tanur, *hotplate*, XRD, SEM, dan UV-Vis DRS.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Bi_2O_3 , TiO_2 , Fe_2O_3 , NaCl , AgNO_3 , dan Akuades.

3.3 Tahap Penelitian

a. Tahap preparasi bahan dan pemanasan awal

Proses ini mencakup pengadaan bahan dan alat, perhitungan jumlah bahan penggilingan (*grinding*) material awal, proses homogenasi, dan proses pemanasan. Proses ini dilakukan dibawah titik leleh garam yang bertujuan untuk menaikkan titik didih dari komponen yang bereaksi.

b. Tahapan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Fe dengan metode lelehan garam

Dalam proses ini mencakup dengan metode lelehan garam dengan Fe^{3+} dengan cara mencampurkan Fe_2O_3 kedalam sampel tersebut dan ditambahkan

dengan garam NaCl. Selanjutnya didinginkan pada suhu ruang, dan penghilangan garam menggunakan air panas.

c. Tahapan proses karakterisasi

Proses ini meliputi (a) analisis produk sintesis dengan XRD, (b) analisis morfologi produk dengan SEM, dan (c) analisis perubahan nilai energi celah pita menggunakan UV-DRS.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{O}_{12}$

Senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) disintesis dengan metode lelehan garam. Prekursor ditimbang sesuai dengan stoikiometri reaksi dengan massa senyawa target ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) adalah 4 gram. Komposisi prekursor yang digunakan dirangkum dalam Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Massa tiap-tiap bahan prekursor untuk mendapatkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$)

Target Senyawa	Massa Target (gram)	Massa pereaksi (gram)			
		Bi_2O_3	TiO_2	Fe_2O_3	NaCl
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	4	3,1819	0,8180	-	1,3943
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$	4	3,1808	0,8041	0,0136	1,3938
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_{12}$	4	3,1797	0,7902	0,0272	1,3933
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_{12}$	4	3,1786	0,7763	0,0409	1,3929
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{12}$	4	3,1775	0,7624	0,0545	1,3924

Pada tahap pertama prekursor Bi_2O_3 , TiO_2 , dan Fe_2O_3 ditempatkan dalam mortar *agate* dan digerus selama 1 jam dengan ditambahkan pelarut aseton untuk menghomogenkan campuran. Selanjutnya prekursor tersebut dipanaskan pada suhu 600°C selama 4 jam untuk meningkatkan titik leleh.

3.4.2 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam

Pada tahap kedua prekursor yang sudah dipanaskan kemudian masing-masing sampel dicampur dengan garam NaCl dengan perbandingan 1:7 untuk prekursor dan garam. Campuran digerus dalam mortar agate selama 1 jam dan ditambahkan aseton. Selanjutnya ditempatkan pada krus alumina dan dipanaskan masing-masing 850°C selama 4 jam. Setelah pemanasan sampel digerus dan dicuci beberapa kali dengan akuades panas untuk menghilangkan garamnya. Untuk mengidentifikasi ada tidaknya garam NaCl maka diuji dengan menggunakan larutan AgNO_3 . Kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 75°C sampai kering.

3.4.3 Karakterisasi Hasil dengan Teknik Difraksi Sinar-X

Karakterisasi Aurivillius menggunakan XRD dengan menempatkan sampel serbuk yang dibuat pelet dan diletakkan dalam sampel holder, kemudian dilakukan pada rentang $2\theta(^{\circ}) = 10-90$. Hasil XRD yang diperoleh akan dilakukan *refinement* dengan metode Le-Bail yang bertujuan untuk menentukan sistem kristalnya.

3.4.4 Karakterisasi hasil SEM-EDS

Karakterisasi senyawa Aurivillius menggunakan SEM, sampel berupa serbuk dibuat pelet dan dilapisi logam untuk memperbesar kontras antara preparat. Sampel diletakkan pada holder dan di karakterisasi dengan perbesaran 3000-20.000 kali (Kan, dkk., 2003). Hasil yang diperoleh nantinya diolah menggunakan peranti lunak *Image-J*.

3.4.5 Karakterisasi hasil sintesis dengan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS)

Karakterisasi dengan DRS dilakukan untuk mengetahui serapan sinar dari material hasil sintesis di daerah sinar tampak dan di daerah ultraviolet. Selain itu data DRS juga dapat menentukan energi celah pita material hasil sintesis. Sampel yang akan di karakterisasi dalam bentuk serbuk halus dan ditempatkan pada *sampel holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada rentang panjang gelombang 200-600 nm.

3.5 Analisis Data

- a. Data yang didapatkan dari karakterisasi XRD (difaktogram) dibandingkan dengan data standar *Joint Commite on Powder Diffraction Standards* (JCPDS). Kemudian data XRD direfinement menggunakan program *Rietica* dan metode Le-Bail untuk mendapatkan data kristal dari sintesis yang dilakukan.
- b. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDS mikroskop dan spektrum atom. Selanjutnya dari gambar yang diperoleh tersebut dianalisis menggunakan *software image-J* untuk mengetahui ukuran partikelnya.
- c. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan UV DRS dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada persamaan 3.1.

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

Dengan $F(R)$ = faktor Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorpsi molar, s adalah koefisien *scattering*, R adalah nilai reflektan yang diukur terhadap

standar. Hubungan faktor Kubelka-Munk dengan energi celah pita ditunjukkan dalam persamaan 3.2.

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

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

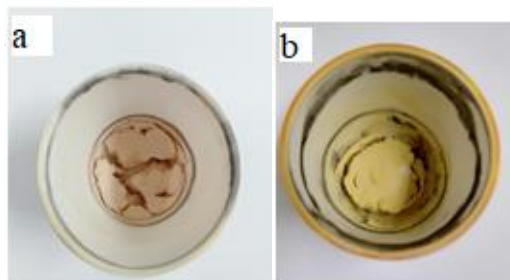
BAB IV

Hasil dan Pembahasan

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) dengan menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl dengan perbandingan mol 1:7. Sintesis dilakukan pada suhu 850°C selama 4 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan a) teknik difraksi sinar-X untuk menentukan fasa sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$, b) *scanning electron microscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui bentuk partikel dan komposisi senyawa hasil sintesis, dan c) UV- Vis DRS untuk mengetahui serapan cahaya dan energi celah pita.

4.1 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping Fe^{3+} dengan Metode Lelehan Garam

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ dilakukan dengan mereaksikan Bi_2O_3 , TiO_2 , dan Fe_2O_3 dengan pemanasan awal (tanpa penggunaan garam) pada suhu 600°C selama 4 jam, pemanasan ini dilakukan untuk meminimalisir hilangnya Bi_2O_3 , karena Bi_2O_3 meleleh pada suhu 814°C . Kemudian perkursor ditambahkan garam NaCl dan digerus, untuk memaksimalkan kontak antara perkursor dengan bantuan penambahan aseton untuk menghomogenkan perkursor. Produk dicuci dengan air panas untuk melarutkan NaCl . Filtrat sampel diuji dengan penambahan AgNO_3 untuk mengetahui produk tersebut masih mengandung ion Cl^- atau tidak, dengan ditandai terbentuknya warna keruh.





Gambar 4.1 Perubahan warna sampel (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi suhu 850°C , dan (c) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15;$ dan $0,2$)

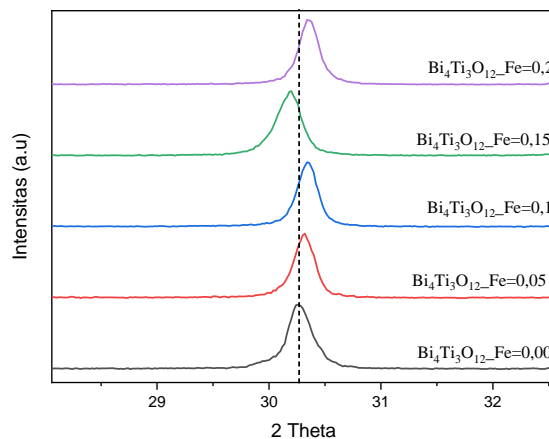
Perubahan warna sampel sebelum dan sesudah kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 4.1 sebelum dan setelah proses kalsinasi, warna sampel berubah dari merah muda menjadi kuning terang. Perubahan warna semakin terang seiring dengan penambahan dopan Fe yang ditambahkan. Perubahan warna yang terjadi menunjukkan adanya reaksi kimia yaitu reaksi antara prekursor pada saat proses kalsinasi, dan terbentuknya senyawa baru karena ada reaksi substitusi atom Ti^{4+} ($0,68 \text{ \AA}$) dengan atom Fe^{3+} ($0,64 \text{ \AA}$).

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

Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa dan sistem kristal dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15;$ dan $0,2$). Difaktogram kemudian dicocokkan dengan standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ pada *Joint Committee on powder Diffraction standards* (JCPDS) No. 72-1019. Pola difraksi sinar- X senyawa produk berkesesuaian dengan pola puncak difraksi sinar- X standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Namun pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,2$) ditemukan puncak baru pada $2\theta=18^{\circ}$ dan 13° yang diidentifikasi sebagai puncak difraksi dari senyawa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dan Na_2TiO_3 . Adanya pengotor mengindikasikan bahwa produk masih mengandung pengotor. Senyawa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dan Na_2TiO_3 terbentuk dimungkinkan adanya penggunaan suhu dan konsentrasi dopan yang tinggi. Seperti dalam

penelitian Hayashi, dkk., (1986) yang telah mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan garam LiCl. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa penggunaan suhu yang tinggi ($900\text{ }^\circ\text{C}$) akan menyebabkan adanya pengotor, karena komponen oksida $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ bereaksi dengan garam LiCl membentuk senyawa intermediet dan akan kembali terurai menjadi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan LiCl. Selain penggunaan suhu yang tinggi, terdapat batas maksimum konsentrasi dopan Fe, seperti dalam penelitian Shuang, dkk., (2020) bahwa dengan penggunaan dopan dengan konsentrasi yang tinggi, memungkinkan dapat memunculkan pengotor karena dopan tidak dapat menggantikan atom Ti.

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan dopan Fe menyebabkan pergeseran dan pelebaran puncak difraksi yang ditampilkan pada Gambar 4.3, dengan semakin besar konsentrasi dopan Fe yang ditambahkan maka puncak difraksi bergeser. Hal ini mengindikasikan bahwa terjadi perubahan kisi, volume sel serta perubahan *crystallite size* dari sampel. Tidak ada perubahan tren pergeseran puncak difraksi, hal ini dimungkinkan adanya valensi ion Fe yang berbeda-beda di tiap sampelnya. Pada Sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_{12}$ puncak difraksi bergeser ke arah 2θ yang kecil, yang mengindikasikan bahwa Fe yang didoping mempunyai valensi 2 dengan ukuran jari-jari Fe^{2+} (0,076 nm) lebih besar dibandingkan dengan jari-jari Ti^{4+} (0,068 nm). Sedangkan pada sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_{12}$ puncak difraksi bergeser ke arah 2θ yang besar, hal ini mengindikasikan bahwa Fe pada senyawa ini mempunyai valensi 3 dengan ukuran jari-jari yang lebih kecil Fe^{3+} (0,064 nm) daripada ukuran jari-jari Ti^{4+} (0,068 nm) (Guo, dkk., 2017)



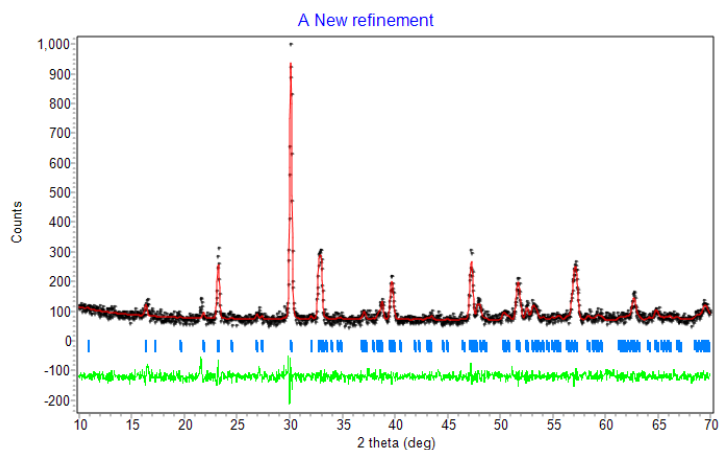
Gambar 4.3 Pergeseran puncak difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0$; 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2)

Crystallite Size dihitung menggunakan persamaan Debye Scherrer yaitu dengan menggunakan data puncak difraksi $2\theta = 30,2^\circ$ (perhitungan ditampilkan pada Lampiran 4). Hasil perhitungan dirangkum pada Tabel 4.1 dan dari tabel tersebut dapat dilihat bahwa tidak ada perubahan tren *Crystallite Size*, namun nilai *Crystallite Size* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang terdoping lebih kecil dibandingkan dengan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tanpa doping. Hal ini ditandai dengan meningkatnya nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM) pada sampel yang terdoping Fe dibandingkan dengan sampel tanpa doping, akibat adanya substitusi doping Fe ke dalam kisi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

Tabel 4.1 *Crystallite size* $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,00$; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2)

Nama Senyawa	FWHM	Ukuran kristal
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	0,2029	40,5
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,05$)	0,2430	33,8
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,1$)	0,2311	35,3
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,15$)	0,2505	32,8
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0,2$)	0,2340	35,1

Selanjutnya data XRD dianalisis lebih lanjut (*refinement*) menggunakan program Rietica dengan metode *Le Bail* untuk memperoleh data kristalografi. Untuk senyawa dengan doping $x= 0,2$ tidak dilakukan *refinement* karena ditemukan pengotor. *Refinement* dilakukan dengan menggunakan data standar.



Gambar 4.4 Plot hasil *refinement* data senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,1$) dengan metode Le-bail.

Tabel 4.2 Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; \text{ dan } 0,15$)

Parameter	$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0$)	$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05$)	$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,10$)	$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,15$)
Sistem Kristal	Ortorombik	Ortorombik	Ortorombik	Ortorombik
Grup Ruang	<i>B2ab</i>	<i>B2ab</i>	<i>B2ab</i>	<i>B2ab</i>
Unit Azimetrik (Z)	4	4	4	4
$a(\text{\AA})$	5,447999	5,444027	5,414394	5,420846
$b(\text{\AA})$	5,411000	5,410691	5,374839	5,375864
$c(\text{\AA})$	32,83002	32,76516	32,21947	32,61057
α, β, γ ($^\circ$)	90, 90, 90	90, 90, 90	90, 90, 90	90, 90, 90
Volume Sel	967,7996	965,1289	937,6349	950,3285
R_p (%)	9,40	9,28	9,22	9,95

R_{wp} (%)	10,46	12,06	10,79	10,89
--------------	-------	-------	-------	-------

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ JCPDS No.72-1019 dengan nilai $a= 5,4480 \text{ \AA}$; $b=5,4110 \text{ \AA}$; $c= 32,8300 \text{ \AA}$; dan $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$; $Z= 4$; volume sel satuan $967,80$ dan grup ruang $B2ab$. Hasil plot *refinement* untuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditampilkan pada gambar 4.4, sedangkan plot *refinement* untuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0$; $0,05$; dan $0,15$) ditampilkan pada lampiran 3 dan hasil *refinement* dirangkum dalam Tabel 4.1

Pada Tabel 4.2 menunjukkan bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0$; $0,05$; $0,1$; dan $0,15$), mengalami perubahan panjang kisi kristal a , b , dan c dengan adanya doping Fe. Adanya doping Fe tidak mengubah sistem kristal maupun *space group*. Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki nilai R_p (%) dibawah 10 yang menandakan bahwa profil pola difraksi XRD sampel mempunyai kesesuaian yang tinggi dengan profil pola difraksi XRD senyawa standar. Semakin kecil nilai R_p (%) dan R_{wp} (%) maka tingkat kecocokan dengan standar semakin besar.

4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ dengan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dan mengetahui unsur penyusunya senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0$; $0,05$; $0,1$; $0,15$; $0,2$). Mikrograp hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ menggunakan SEM yaitu morfologi partikel sintesis produk berbentuk lempengan tipis.

Morfologi berbentuk seperti lempengan ini sama dengan yang dilaporkan oleh Zhao, dkk. (2013) yang mensintesis material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam. Dari perbandingan *scale-bar* maka diketahui bahwa partikel semua produk mempunyai ukuran yang berbeda. Hal ini menunjukkan bahwa dopan mempengaruhi ukuran partikel, karena perbedaan jari-jari ionik antara dopan dan

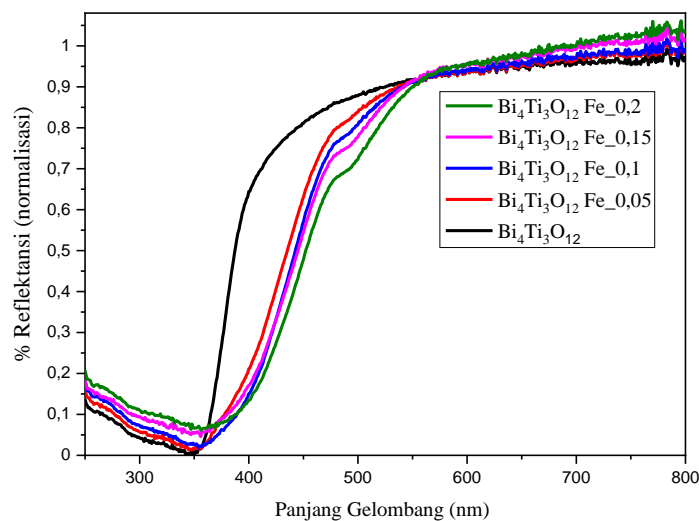
kation Ti. Jari-jari dopan Fe (0,645 Å) lebih besar daripada jari-jari Ti (0,605 Å). sehingga peningkatan ukuran dengan kemungkinan masuknya Fe (0,645 Å) yang lebih besar dalam kisi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dapat menyebabkan adanya distorsi struktur lokal, yang akan mempengaruhi laju pertumbuhan dari kristal (Kudo, dkk., 2007). Chen dkk. (2016) juga melaporkan bahwa sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping kromium menghasilkan ukuran partikel kristal yang semakin kecil, seiring dengan bertambahnya doping kromium. Ukuran partikel berbeda-beda karena adanya substitusi Fe^{3+} kedalam kisi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

Tabel 4.3 Persentase unsur-unsur penyusun $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ hasil EDS

Senyawa	Kadar Bi (%)	Kadar Ti (%)	Kadar O (%)	Kadar Fe (%)
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	78,40	12,30	9,30	-
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05$)	79,96	12,19	7,86	-
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,1$)	79,28	12,49	7,68	0,54
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,15$)	79,48	11,94	7,02	1,56
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,2$)	78,58	11,08	8,41	1,94

Spektra EDS senyawa produk ditampilkan pada Lampiran 4. Hasil analisis EDS senyawa produk dirangkum pada Tabel 4.3, yang menunjukkan persen berat sampel dari masing-masing unsur sampel. Berdasarkan Tabel 4.3 diketahui bahwa dopan Fe terdeteksi pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Fe, namun pada konsentrasi ($x= 0,05$) persentase Fe tidak terdeteksi, hal ini dimungkinkan bahwa kandungan Fe pada senyawa tersebut kurang merata dan konsentrasinya yang terlalu kecil, serta dimungkinkan ketika akan dianalisis EDS pengambilan sampel secara random, dan bertepatan dengan sampel yang tidak mengandung Fe, karena kurang meratanya dopan Fe, sehingga hasil analisis EDS tidak terdeteksi.

4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{-xFe}_x\text{O}_{12}$ dengan UV-DRS



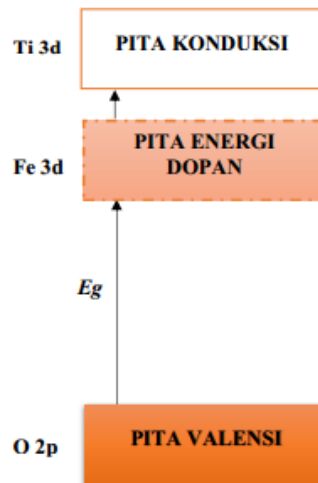
Gambar 4.6 Spektra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{-xFe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$)

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui besarnya celah pita dan karakter serapan sinar pada daerah panjang gelombang UV maupun sinar tampak. Gambar 4.6 menunjukkan hasil karakterisasi sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan UV-DRS dan, menunjukkan bahwa persen reflektansi berkurang seiring dengan bertambahnya doping Fe, hal ini mengindikasikan bahwa material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Fe mampu menyerap sinar tampak yang lebih besar sehingga efektif bekerja pada daerah tampak. Selanjutnya dianalisis menggunakan metode Kubelka-Munk (perhitungan ditampilkan pada Lampiran 5) untuk memperoleh nilai energi celah pita, hasil perhitungan energi celah yang diperoleh dirangkum pada Tabel 4.3.

Tabel 4.4 Nilai energi celah pita dan panjang gelombang senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$).

Senyawa	Energi celah pita (eV)	Panjang gelombang (nm)
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	3,00	413
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05$)	2,50	496
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05$)	2,45	506
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05$)	2,40	517
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05$)	2,38	521

Berdasarkan dari Tabel 4. menunjukkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang terdoping Fe menghasilkan energi celah pita yang lebih kecil dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tanpa doping di mana semakin tinggi konsentrasi Fe maka energi celah semakin kecil. Hal ini disebabkan karena adanya pembentukan sub pita baru dari dopan Fe di antara pita konduksi dan pita valensi dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Doping Fe dapat membentuk pita baru dibawah pita konduksi. Pembentukan pita baru menghasilkan laju rekombinasi yang lemah sehingga dapat meningkatkan efisiensi degradasi fotokatalis. Energi celah pita turun dikarenakan adanya oksigen vakansi yang terbentuk dibawah pita konduksi sehingga mudah mengikat elektron yang mengalami eksitasi (Zhang, dkk., 2011). Adanya sub pita baru tersebut memungkinkan elektron untuk tereksitasi dengan energi yang lebih rendah atau lebih tinggi, seperti diilustrasikan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Dugaan diagram pita energi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Fe

4.5 Sintesis dan Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping Fe dalam Perspektif Islam

Allah Swt menciptakan segala sesuatu yang ada di bumi dan langit tidak ada yang sia-sia, melainkan banyak manfaat yang didapatkan oleh manusia. Allah memberikan akal pikiran kepada manusia untuk senantiasa merenung dan berfikir dengan menggunakan akal atas semua yang telah terjadi dan Allah SWT menciptakan semua hal itu berada disekeliling kita. Selain itu dengan akal pikiran kita dituntut untuk lebih peka dengan lingkungan dan kejadian yang ada di sekeliling kita. Seperti firman Allah dalam QS. Ali Imran Ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ۗ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ۗ

Artinya:

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

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

Dalam tafsir Al-Misbah dijelaskan bahwa orang yang berakal adalah orang yang melakukan dua hal, yaitu *tadzkhur* yaitu mengingat Allah SWT dengan ucapan atau hati dalam segala situasi dan kondisi (bekerja, atau beristirahat, berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring) sedangkan *tafakur* memikirkan ciptaan Allah SWT, yaitu kejadian di alam semesta. Dengan melakukan dua hal tersebut sampailah pada hikmah yang berada di balik proses mengingat dan berfikir, yakni mengetahui, memahami, serta menghayati bahwa dibalik fenomena alam dan segala sesuatu yang ada di dalamnya menunjukkan adanya sang pencipta, Allah SWT (Sihab, 2002).

Berdasarkan ayat diatas kita sebagai seorang muslim yang berakal hendaknya kita untuk *bertafakur*, salah satunya mengatasi permasalahan-permasalahan lingkungan yang ada disekitar kita, seperti halnya penanggulangan pencemaran limbah cair yang saat ini banyak dikembangkan yaitu metode fotokatalis. Allah menciptakan segala sesuatu tanpa ada sia-sia. Penelitian $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ teroping Fe merupakan salah satu bentuk *bertafakur* dengan mengembangkan material $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ teroping Fe yang dapat bekerja dibawah sinar matahari dan efektif sebagai pendegradasi limbah cair.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- a) Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode lelehan garam NaCl. Akan tetapi pada $x= 0,2$ masih ditemukan pengotor dari prekursor yang berupa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dan Na_2TiO_3 .
- b) Morfologi yang terbentuk dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) adalah *plate like* dengan unsur yang terkandung yakni Bi, Ti, Fe, dan O.
- c) Hasil analisis Uv-Vis DRS menghasilkan bahwa dopan Fe dapat menyebabkan perubahan pola sinar tampak dan dapat menurunkan energi celah pita.

5.2 Saran

- a) Perlu dilakukan uji aktivitas fotokatalis, untuk mengetahui pengaruh dopan terhadap aktivitas fotokatalitiknya.
- b) Perlu dilakukan uji *Photoluminescence* untuk mengetahui pengaruh dopan Fe terhadap laju rekombinasi.
- c) Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan XPS untuk mengetahui perubahan valensi setelah didoping dengan Fe

DAFTAR PUSTAKA

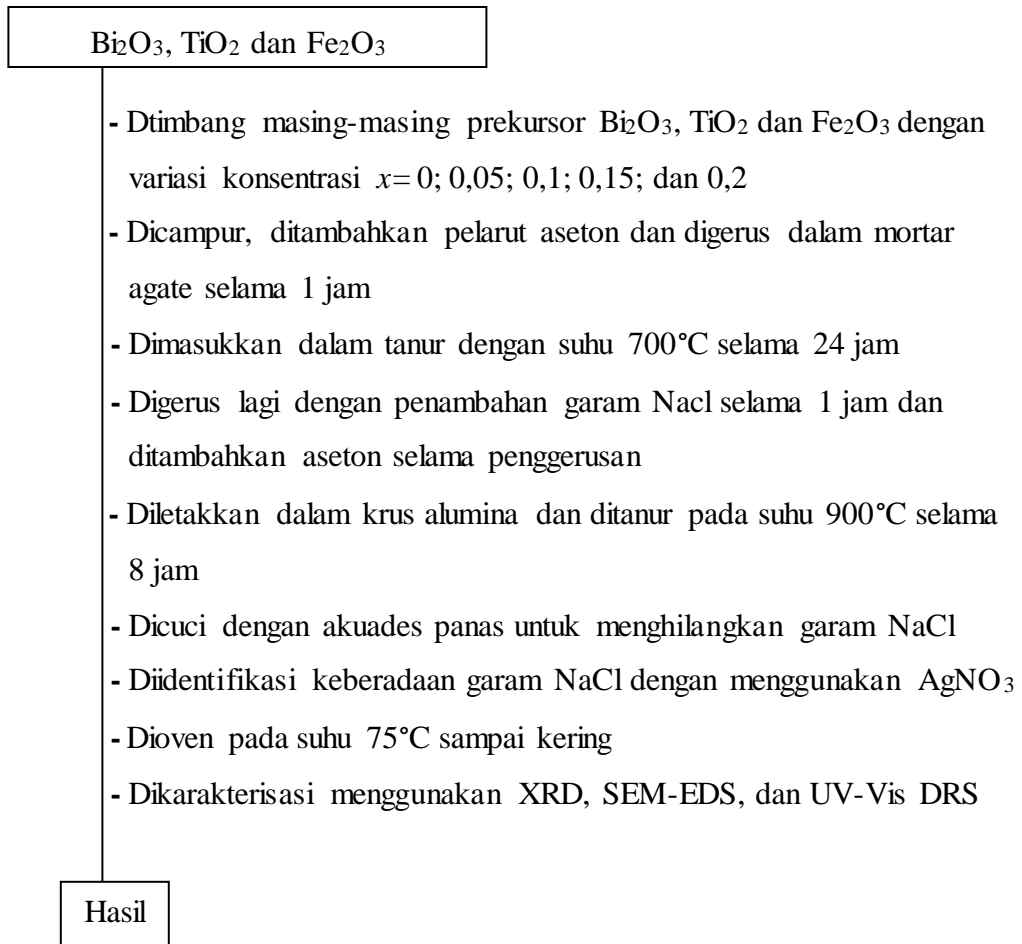
- Castellote, M., Bengtsson, N.-Y., Ohama, N., dan Gemert, D.V. 2011. Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Constructing Materials. *Oca Roton: CRC Press*.
- Chala, S., Wetchakum, K., Phanichphant, S., dan Incessungvorn, B., 2014. Enhanced Visible-Light Response Photocatalytic Degradation of Methylene Blue on Fe-Loaded BiVO₄ Photocatalyst. *Journal of Alloys and Compound* 597: 129-135.
- Chen, Z., Jiang, X., Zhu, C., dan Shi, C. 2016. Chromium-Modified Bi₄Ti₃O₁₂ Photocatalyst: Application for Hydrogen Evolution and Pollutant Degradation. *Journal Applied Catalysis B: Environmental* 199: 241-251.
- Dutta, D. P., dan Tyagi, A. K., 2016. Facile Sonochemical Synthesis of Ag Modified Bi₄Ti₃O₁₂ Nanoparticles with Enhanced Photocatalytic Activity under Visible Light. *Material Research Bulletin* 74: 397-407.
- Guo, Q., Wang, Q., Chen, G., Shen, M., Li, B. 2017. Molten Salt Synthesis of Different ionic Radii Metallic Compound Doped Lithium Titanate Used in Li-Ion Battery Anodes. *Materials Transaction*, 58; 383-389.
- Hakim, A. R., dan Haris, A. 2016. Sintesis Fotokatalis ZnO-Al dan Aplikasinya pada Degradasi Fenol dan Reduksi Cd(II) secara Simultan. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 19: 7-10
- He, H., Yin, J., Li, Y., Zhang, Y., dan Qiu, H. 2014. Size Controllable Synthesis of Single-Crystal Ferroelectric Bi₄Ti₃O₁₂ Nanosheet Dominated with {001} Facets Toward enhanced Visible-light Driven Photocatalytic Activities. *Applied Catalysis B: Environmental*, 156-157: 35-43.
- Hou, J., Cao, R., Wang, Z., Jiao, S., dan Zhu, H. 2011. Chromium-doped Bismuth Titanate Nanosheets as Enhanced Visible-Light Photocatalysts with a High Percentage of Reactive {110} Facets. *Journal of material Chemistry*, 21: 7296-7301.
- Hushur, A., Ko, J. H., Kojima, S., Lee, S. S., dan Jang, M. S. 2002. Raman Scattering Study of A-and B-site Substitutions in Ferroelectric Bi₄Ti₃O₁₂. *Journal of the Korean Physical Society*, Vol. 41. No.5. pp.763-768.
- Jardiel, T., Caballero, A., dan Villegas, M. 2008, Aurivillius Ceramics: Bi₄Ti₃O₁₂ Based Piezoelectrics. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 116(1352): 511-518.
- Kan, Y., Jin, X., Wang, P., Li, Y., Cheng, Y. B., dan Yan, D. 2003. Anisotropic Grain Growth of Bi₄Ti₃O₁₂ in Molten Salt Fluxes. *Materials Research Bulletin*, 38(4): 567-576.
- Kartika, D., dan Widyaningsih, S. 2012. Konsentrasi Katalis dan Suhu Optimum pada Reaksi Esterifikasi Menggunakan Katalis Zeolit Alam Aktif (ZAH)

- dalam Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah. *Jurnal Nature Indonesia*. 14 (3): 219-226.
- Kim, J. H., Myung, S. T., dan Sun, Y. K. 2004. Molten Salt Synthesis of $\text{LiNi}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$ Spinel for 5 V Class Cathode Material of Li-Ion Secondary Battery
- Kimura, T. 2011. Molten salt Synthesis of Ceramic Powders. *Advance in Ceramics Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications*. Rijeka: In Tech.
- Kudo, A., Niishiro, R., Iwase, A., dan Kato, H. 2007. Effects of Doping of Metal Cations on Morphology, Activity, and Visible Light Response of Photocatalysts. *Chemical Physics*, 104-110.
- Liao, C. H., Huang, C. W., dan Wu, J. C. S. 2012. Hydrogen Production from Semiconductor-Based Photocatalysis via Water Splitting. *Journal Catalysis*: 2. 490-516. ISSN 2073-4344
- Liu, Y., Zhu, G., Gao, J., Hojamberdiev, M., Zhu, R., Wei, X., Guo, Q., dan Liu, P. 2016. Enhanced Photocatalytic Activity of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheets by Fe^{3+} -doping and the Addition of Au Nanoparticles: Photodegradation of Phenol and Bisphenol A. *Applied Catalysis B: Environmental*. Vol 200. Hal 72-82
- Mohammed, M. A., Shitu, A., dan Ibrahim, A. 2014. Removal of Methylene Blue using Low Cost Adsorbent : A Review. *Research Journal of Chemical Sciences*, 4(1): 91-102.
- Nogueira, A. E., Longo, E., Leite, E. R., dan Camargo, E.R. 2013. Synthesis and Photocatalytic Properties of Bismuth Titanate with Different Structures via Oxidant Peroxo Method (OPM). *Journal of Colloid and Interface Science*, 415: 89-94
- Prado, A. G. S., Bolzon, L. B., Pedroso, C. P., Moura, A. O., dan Costa, L. L. 2008. Nb_2O_5 as Efficient and Recyclable Photocatalyst for Indigo Carmine Degradation. *Journal Application Catalyst B:Environmental*, 82(11): 219-224.
- Petrovic, M. M. V., and Bobic, J. D., 2018, *Perovskite and Aurivillius: Types of ferroelectric metal oxides, Magnetic. Ferroelectric. and multiferroic metal oxide*. Elsevier, pp.35-49
- Rahaman, M. N. 2003. *Ceramic Processing and Sintering* (2nd edition). New York, USA. Marcel Dekker. ISBN.0-8247-0988-8.
- Renieri, M.G.A., Aguir, E. C., Cilense, M. Simoes, A. Z., dan Varela, J. A. 2013. Syntheses of bismuth titanate templates obtained by the molten salt method. *Ceramics International*, 39;7291– 7296
- Roopaei, H., Zohdi, A. R., Abbasi, Z., dan Bazrafkan, M. 2014. Preparation of New Photocatalyst for Removal of Alizarin Red-S from Aqueous Solution. *Journal of Science and Technology*, 7(11): 1882-1887.

- Roy, A., Prasad, R., Auluck, S., dan Grag, A. 2013. Engineering Polarization Rotation in Ferroelectric Bismuth Titanate. *Applied Physics Letter*, 102(18).
- Stucchi, M., Bianchi C.L., Pirola., C., Vitali., S, Cerrato., G., Morandi, S., Argirusis, C., Sourkouni, G., Sakkas, P.M., dan Capucci, V., 2014. Surface Decoration of Commercial Micro-Sized TiO₂ by Means of High Energy Ultrasound: A way to Enhance its Photocatalytic Activity under Visible Light. *Applied Catalysis B, Environmental*.13626;1-20
- Villegas, M., Caballero, A, C., Moure, C., Duran, P., dan Fernandez, J. F.1999. Factors Affecting the electricals The elcetrical Conductivity of Donor-Doped Bi₄Ti₃O₁₂ Piezoelectric Ceramics. *Journal of the American Ceramc Society*, 82(9); 2411-2416.
- Wang, L., Ma, W., Fang, Y., Zhang, Y., Jia, M., Li, R., dan Huang, Y. 2013. Bi₄Ti₃O₁₂ Synthesized by High Temperature Solid Phase Method and It's Visible Catalytic Activity. *Procedia Environmental Sciences*.18: 547-558.
- Yang, H., Han, C., dan Xue, X. 2014. Photocatalytic Activity of Fe-Doped CaTiO₃ Under UV-Visible Light. *Journal of Environmental*, 26:7, 1489-1495.
- Yao, W, F., Wang, H., Xu, X. H., Shang, S. X., Hou, Y., Zhang, Y., dan Wang, M. 2003. Synthesis and Photocatalytic Property of Bismuth Titanate Bi₃Ti₄O₁₂. *Materials Letters*, 57(13-14); 1899-1902.
- Zhang, H., Liang, Y., Zhu, Y., Liu, S., Li, K., dan Yang, J. 2018. Tuning Photoluminescence in Layerd Pr Doped Bi₄Ti₃O₁₂ Nanosheets via Molten Salt Process. *Journal of Alloys and Compounds*: 767:1030-1040.
- Zhang, Z., Wang, W., Gao, E., Shang, M., dan Xu, J. 2011. Enhanced Photocatalytic Activity of Bi₂WO₆ with Oxygen Vacancies by Zirconium Doping. *Journal of Hazardous Materials*. 196: 255-262.
- Zhao,W., Jia, Z., Lei, E., Wang, L., Li, Z., dan Dai, Y. 2013. Photocatalytic Degradation Efficacy Of Bi₄Ti₃O₁₂ Micro-Scale Platelets Over Methylene Blue Under Visible Light.*Journal Of Physic And Chemistry Of Solids*, 74; 1604-1507.
- Zhao, Z., Li, X., Ji, H., dan Deng, M. 2014. Formation Mechanism Plate-Like Bi₄Ti₃O₁₂ Particles in Molten Salt Fluxes. *Integrated Ferroelectric: An International Journal*, 154(154); 37-41.
- Zulhadjri, Prijamboedi, B., Nugroho, A. A., Mufti, N., Fajar, A., Palstra, T. T. M., dan Ismunandar. 2011. Aurivillius phases of PbBi₄Ti₄O₁₅ doped with Mn³⁺ synthesized by molten salt technique: Structure, dielectric, and magnetic properties. *Journal of solid State Chemistry*,1318-1323.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram kerja sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$)



Lampiran 2. Perhitungan

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

Diketahui :

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

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

$$\text{Mr TiO}_2 = 79,867 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Fe}_2\text{O}_3 = 160 \text{ g/mol}$$

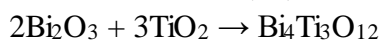
$$\text{Mr NaCl} = 58,34 \text{ g/mol}$$

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

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

$$\text{Ar Fe} = 56 \text{ g/mol}$$

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



Diketahui

$$\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} = 1171,52 \text{ g/mol}$$

$$\text{Masaa target} = 4 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} &= \frac{\text{Massa Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}} \\ &= \frac{4 \text{ gram}}{1171,521 \text{ g/mol}} \\ &= 0,00341436 \text{ mol} \end{aligned}$$

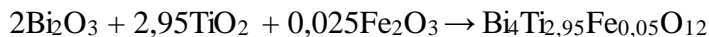
$$\begin{aligned}
 \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Bi} \times 4)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Bi}_2\text{O}_3}{\text{Ar Bi}_2} \times \text{Massa Target} \\
 &= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{1171,521 \text{ g/mol}} \times \frac{465,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\
 &= 3,1819 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa TiO}_2 &= \frac{(\text{Ar Ti} \times 3)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target} \\
 &= \frac{143,601 \text{ g/mol}}{1171,521 \text{ g/mol}} \times \frac{79,867 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\
 &= 0,8180 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} \\
 &= 7 \times 0,00341436 \text{ mol} = 0,0239 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa NaCl} &= \text{Mr} \times \text{mol NaCl} \\
 &= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,0239 \text{ mol} = 1,3949 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

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



$$\begin{aligned}
 \text{Mol Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{\text{Massa}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}} \\
 &= \frac{4 \text{ gram}}{1171,92765 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,00341318 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Bi} \times 4)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Bi}_2\text{O}_3}{\text{Ar Bi}_2} \times \text{Massa Target} \\
 &= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{1171,92765 \text{ g/mol}} \times \frac{465,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\
 &= 3,18081 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa TiO}_2 &= \frac{(\text{Ar Ti} \times 2,95)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target} \\
 &= \frac{141,20765 \text{ g/mol}}{1171,92765 \text{ g/mol}} \times \frac{79,867 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
&= 3,18081 \text{ gram} \\
\text{Massa Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Fe} \times 0,05)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Fe}_2\text{O}_3}{\text{Ar Fe}_2} \times \text{Massa Target} \\
&= \frac{2,8 \text{ g/mol}}{1171,92765 \text{ g/mol}} \times \frac{160 \text{ g/mol}}{112 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\
&= 0,01365 \text{ gram} \\
\text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12} \\
&= 7 \times 0,00341318 \text{ mol} = 0,023892 \text{ mol} \\
\text{Massa NaCl} &= \text{Mr} \times \text{mol NaCl} \\
&= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,02892 \text{ mol} = 1,39387 \text{ gram}
\end{aligned}$$

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



$$\begin{aligned}
\text{Mol Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{\text{Massa}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_{12}} \\
&= \frac{4 \text{ gram}}{1172,3343 \text{ g/mol}} \\
&= 0,003411996 \text{ mol} \\
\text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Bi} \times 4)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Bi}_2\text{O}_3}{\text{Ar Bi}_2} \times \text{Massa Target} \\
&= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{1172,3343 \text{ g/mol}} \times \frac{465,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\
&= 3,17970 \text{ gram} \\
\text{Massa TiO}_2 &= \frac{(\text{Ar Ti} \times 2,9)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target} \\
&= \frac{138,8143 \text{ g/mol}}{1172,3343 \text{ g/mol}} \times \frac{79,867 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\
&= 0,790267 \text{ gram} \\
\text{Massa Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Fe} \times 0,1)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Fe}_2\text{O}_3}{\text{Ar Fe}_2} \times \text{Massa Target} \\
&= \frac{5,6 \text{ g/mol}}{1172,3343 \text{ g/mol}} \times \frac{160 \text{ g/mol}}{112 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\
&= 0,027295 \text{ gram}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{Fe}_{0,1}\text{O}_{12} \\ &= 7 \times 0,003411996 \text{ mol} = 0,023889 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa NaCl} &= \text{Mr} \times \text{mol NaCl} \\ &= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,023889 \text{ mol} = 1,39339 \text{ gram}\end{aligned}$$

4. Konsentrasi Besi (Fe) $x = 0,1$



$$\begin{aligned}\text{Mol Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{\text{Massa}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_{12}} \\ &= \frac{4 \text{ gram}}{1172,74095 \text{ g/mol}} \\ &= 0,00341814 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Bi} \times 4)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Bi}_2\text{O}_3}{\text{Ar Bi}_2} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{1172,74095 \text{ g/mol}} \times \frac{465,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 3,178604 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa TiO}_2 &= \frac{(\text{Ar Ti} \times 2,85)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{138,8143 \text{ g/mol}}{1172,74095 \text{ g/mol}} \times \frac{79,867 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 0,776372 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Fe} \times 0,15)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Fe}_2\text{O}_3}{\text{Ar Fe}_2} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{5,6 \text{ g/mol}}{1172,74095 \text{ g/mol}} \times \frac{160 \text{ g/mol}}{112 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 0,04092 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,85}\text{Fe}_{0,15}\text{O}_{12} \\ &= 7 \times 0,00341813 \text{ mol} = 0,023857 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa NaCl} &= \text{Mr} \times \text{mol NaCl} \\ &= 58,34 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,023857 \text{ mol} = 1,392907 \text{ gram}\end{aligned}$$

5. Konsentrasi Besi (Fe) $x = 0,2$



$$\begin{aligned}\text{Mol Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{\text{Massa}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{12}} \\ &= \frac{4 \text{ gram}}{1173,1476 \text{ g/mol}} \\ &= 0,00340963 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Bi} \times 4)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Bi}_2\text{O}_3}{\text{Ar Bi}_2} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{117,1476 \text{ g/mol}} \times \frac{465,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 3,177502 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa TiO}_2 &= \frac{(\text{Ar Ti} \times 2,8)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{134,0276 \text{ g/mol}}{1173,1476 \text{ g/mol}} \times \frac{79,867 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 0,76248 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Fe}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Fe} \times 0,2)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Fe}_2\text{O}_3}{\text{Ar Fe}_2} \times \text{Massa Target} \\ &= \frac{11,2 \text{ g/mol}}{1173,1476 \text{ g/mol}} \times \frac{160 \text{ g/mol}}{112 \text{ g/mol}} \times 4 \text{ gram} \\ &= 0,054554 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{12} \\ &= 7 \times 0,00340963 \text{ mol} = 0,023867 \text{ mol}\end{aligned}$$

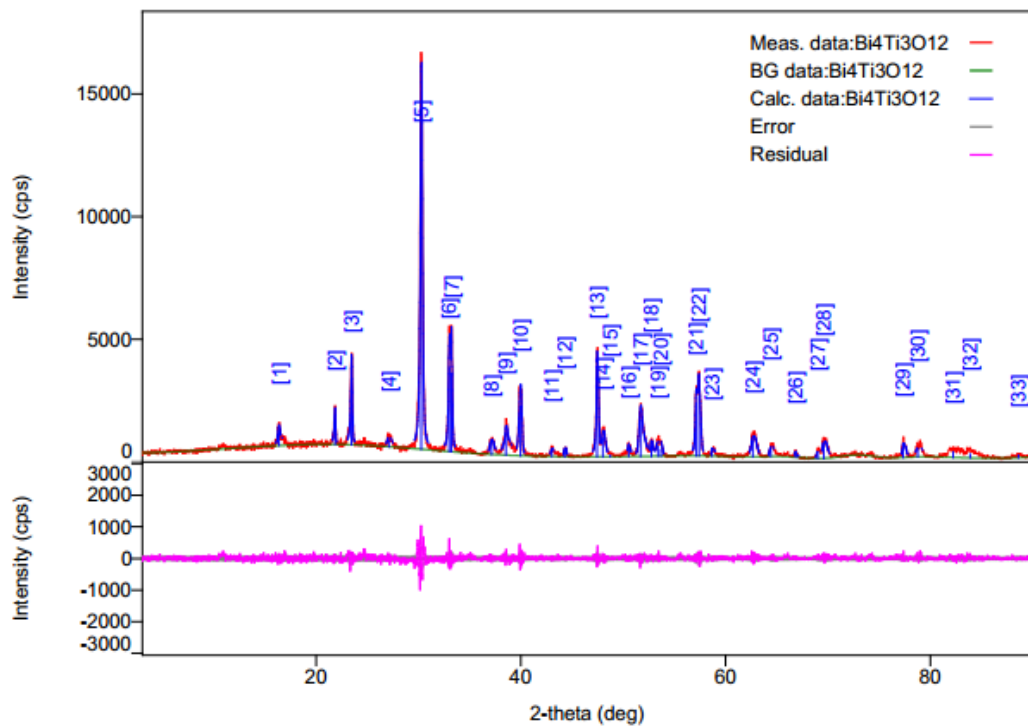
$$\begin{aligned}\text{Massa NaCl} &= \text{Mr} \times \text{mol NaCl} \\ &= 58,34 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,023867 \text{ mol} \\ &= 1,39242 \text{ gram}\end{aligned}$$

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi menggunakan XRD

Karakterisasi XRD dilakukan di PT. Glabs Indonesia Utama Bandung.

L.3.1 Data Difraksi Sinar-X Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15;$ dan $0,2$)

L.3.1.1 Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$



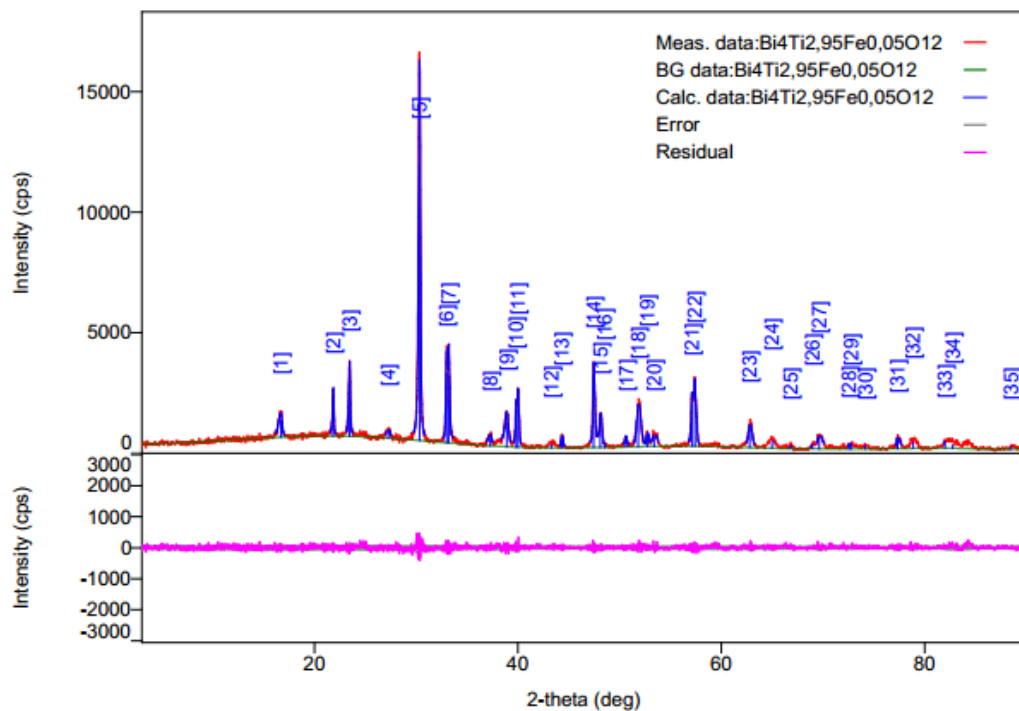
Gambar L.3.1.1 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$

Tabel L.3.1.1 Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. Factor
1	16.368(11)	5.411(4)	581(70)	0.30(2)	304(12)	0.52(8)	0.94(15)
2	21.857(5)	4.0630(10)	1040(93)	0.148(10)	220(8)	0.21(3)	3.9(9)
3	23.452(11)	3.7903(18)	2667(149)	0.168(13)	659(16)	0.25(2)	1.4(4)
4	27.098(18)	3.288(2)	280(48)	0.51(5)	156(19)	0.56(16)	0.7(3)
5	30.2509(17)	2.95208(16)	11395(308)	0.237(6)	3682(41)	0.323(12)	0.95(13)
6	32.984(7)	2.7134(6)	3449(170)	0.23(3)	1115(73)	0.32(4)	0.51(11)
7	33.211(3)	2.6954(3)	3212(164)	0.090(9)	409(71)	0.13(3)	0.51(11)
8	37.13(3)	2.419(2)	417(59)	0.45(3)	225(13)	0.54(11)	0.8(3)
9	38.535(9)	2.3344(5)	890(86)	0.351(13)	664(15)	0.75(9)	0.58(4)
10	39.948(11)	2.2550(6)	2033(130)	0.296(8)	689(14)	0.34(3)	1.35(18)
11	43.004(12)	2.1016(6)	273(48)	0.27(3)	144(8)	0.53(12)	0.6(4)
12	44.284(9)	2.0438(4)	296(50)	0.20(3)	70(6)	0.24(6)	0.7(5)
13	47.439(4)	1.91491(17)	3658(175)	0.163(7)	852(20)	0.233(17)	0.76(10)

14	48.008(14)	1.8935(5)	769(80)	0.38(2)	420(16)	0.55(8)	0.76(10)
15	48.73(4)	1.8673(13)	83(26)	0.29(10)	34(10)	0.4(2)	0.76(10)
16	50.525(19)	1.8049(6)	413(59)	0.20(4)	167(9)	0.41(8)	1.2(7)
17	51.693(9)	1.7669(3)	1515(112)	0.376(11)	912(14)	0.60(5)	1.15(8)
18	52.737(8)	1.7344(2)	459(62)	0.20(3)	99(7)	0.22(4)	0.8(3)
19	53.36(3)	1.7155(9)	403(58)	0.43(7)	187(27)	0.46(13)	0.8(3)
20	53.68(2)	1.7061(6)	264(47)	0.18(6)	52(26)	0.20(13)	0.8(3)
21	57.113(7)	1.61142(17)	2166(134)	0.192(15)	570(43)	0.26(4)	0.94(18)
22	57.382(7)	1.60451(18)	2440(143)	0.207(15)	693(45)	0.28(3)	0.94(18)
23	58.67(2)	1.5723(5)	309(51)	0.17(3)	95(8)	0.31(8)	0.5(4)
24	62.66(3)	1.4814(6)	650(74)	0.54(2)	420(12)	0.65(9)	0.64(16)
25	64.411(12)	1.4453(2)	350(54)	0.46(5)	249(10)	0.71(14)	0.5(2)
26	66.828(8)	1.39880(15)	225(43)	0.11(2)	33(4)	0.15(5)	0.7(7)
27	68.979(13)	1.3603(2)	283(49)	0.33(5)	109(13)	0.39(11)	0.55(19)
28	69.573(10)	1.35016(18)	551(68)	0.47(3)	305(17)	0.55(10)	0.55(19)
29	77.335(9)	1.23287(13)	564(69)	0.250(19)	178(7)	0.32(5)	0.54(8)
30	78.76(2)	1.2141(3)	342(53)	0.59(4)	254(9)	0.74(14)	0.54(8)
31	82.21(5)	1.1716(6)	229(44)	1.33(12)	358(37)	1.6(5)	0.8(6)
32	83.89(7)	1.1525(7)	173(38)	1.55(14)	315(36)	1.8(6)	0.8(6)
33	88.60(3)	1.1029(3)	128(33)	0.36(10)	84(7)	0.7(2)	1.4(15)

L.3.1.2 Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$

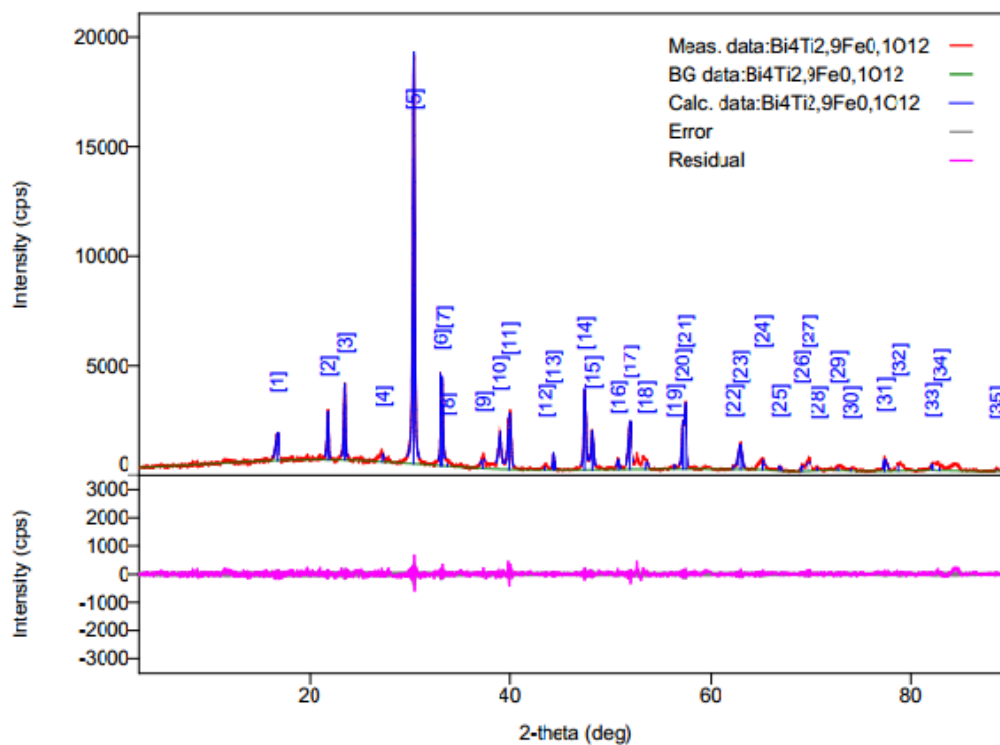


Gambar L.3.1.2 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$

Tabel L.3.1.2 Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. Factor
1	16.687(18)	5.308(6)	687(76)	0.425(16)	352(13)	0.51(8)	2.2(5)
2	21.830(10)	4.0681(19)	1500(112)	0.130(12)	292(8)	0.19(2)	1.1(4)
3	23.448(4)	3.7909(7)	2241(137)	0.164(8)	533(10)	0.238(19)	2.1(3)
4	27.24(5)	3.271(6)	252(46)	0.45(5)	128(15)	0.51(15)	1.5(7)
5	30.313(5)	2.9462(5)	11434(309)	0.200(4)	3005(27)	0.263(9)	1.62(19)
6	32.986(8)	2.7132(6)	2903(156)	0.188(17)	787(44)	0.27(3)	0.87(19)
7	33.195(4)	2.6967(3)	2774(152)	0.109(10)	437(41)	0.16(2)	0.87(19)
8	37.26(5)	2.412(3)	312(51)	0.38(4)	138(12)	0.44(11)	2.0(11)
9	38.88(2)	2.3143(12)	1001(91)	0.41(2)	614(14)	0.61(7)	1.5(4)
10	39.816(7)	2.2622(4)	1534(113)	0.142(17)	315(31)	0.21(4)	1.0(2)
11	40.004(6)	2.2520(3)	1769(121)	0.123(12)	315(31)	0.18(3)	1.0(2)
12	43.29(3)	2.0883(13)	145(35)	0.65(5)	113(7)	0.8(2)	0.91(14)
13	44.296(8)	2.0432(4)	414(59)	0.188(17)	93(5)	0.23(4)	0.91(14)
14	47.440(5)	1.91490(19)	3008(158)	0.156(7)	680(9)	0.226(15)	1.20(18)
15	48.083(9)	1.8908(3)	1124(97)	0.228(13)	372(12)	0.33(4)	0.68(13)
16	48.543(14)	1.8739(5)	109(30)	0.10(4)	16(5)	0.15(9)	0.68(13)
17	50.607(19)	1.8022(6)	349(54)	0.19(3)	89(6)	0.25(6)	1.9(9)
18	51.824(13)	1.7627(4)	1262(103)	0.453(11)	665(14)	0.53(5)	0.84(10)
19	52.706(8)	1.7353(2)	483(63)	0.20(2)	110(6)	0.23(4)	0.84(10)
20	53.379(18)	1.7150(5)	372(56)	0.54(3)	234(8)	0.63(12)	0.84(10)
21	57.111(7)	1.61148(18)	1826(123)	0.194(15)	474(28)	0.26(3)	0.97(17)
22	57.387(6)	1.60437(16)	2137(133)	0.180(12)	516(29)	0.24(3)	0.97(17)
23	62.78(3)	1.4788(6)	750(79)	0.37(3)	381(10)	0.51(7)	0.9(3)
24	64.96(6)	1.4344(11)	276(48)	0.65(4)	221(13)	0.80(18)	1.3(5)
25	66.81(3)	1.3992(5)	113(31)	0.17(7)	25(7)	0.22(12)	2(3)
26	68.96(2)	1.3607(4)	190(40)	0.25(8)	57(13)	0.30(13)	0.9(4)
27	69.63(6)	1.3492(10)	406(58)	0.54(5)	259(18)	0.64(13)	0.9(4)
28	72.528(6)	1.30226(9)	164(37)	0.028(16)	7(3)	0.04(3)	0.6(4)
29	72.75(11)	1.2989(17)	87(27)	0.98(16)	124(14)	1.4(6)	0.6(4)
30	74.12(3)	1.2782(5)	126(32)	0.26(6)	48(8)	0.38(16)	0.6(4)
31	77.34(2)	1.2328(3)	411(59)	0.30(3)	150(7)	0.37(7)	1.0(3)
32	78.82(5)	1.2133(6)	251(46)	0.67(5)	204(9)	0.81(19)	1.0(3)
33	81.99(5)	1.1743(6)	187(39)	0.22(8)	78(11)	0.42(14)	0.7(8)
34	82.75(14)	1.1654(17)	137(34)	2.42(12)	352(22)	2.6(8)	0.55(14)
35	88.50(3)	1.1039(3)	110(30)	0.48(10)	91(10)	0.8(3)	0.5(6)

L.3.1.3 Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$



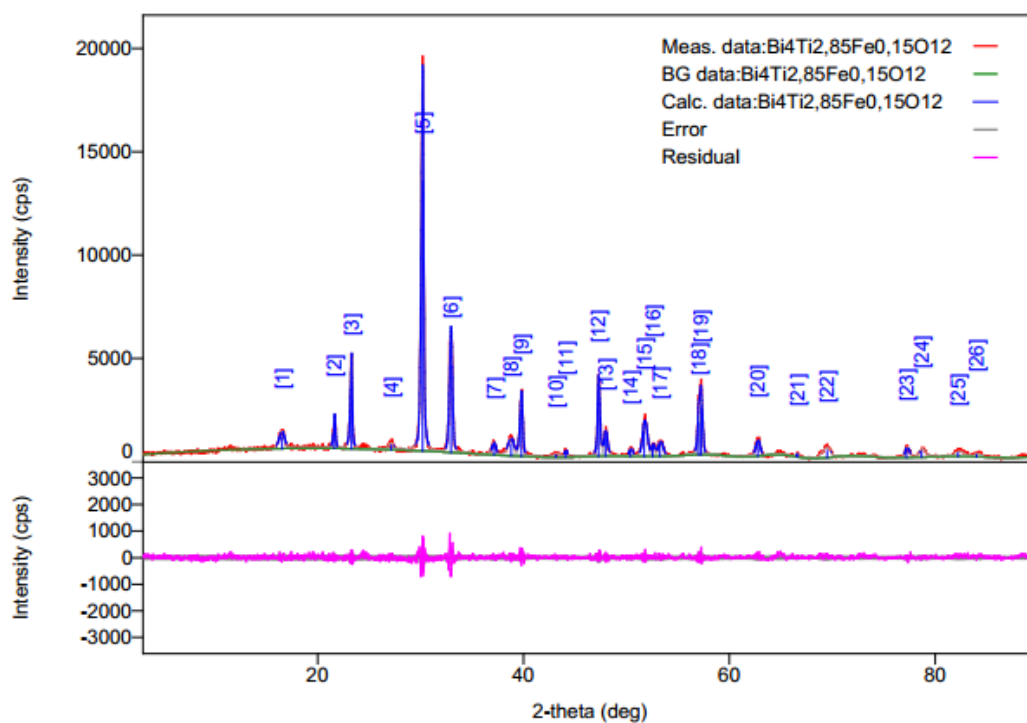
Gambar L.3.1.3 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$

Tabel L.3.1.3 Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. Factor
1	16.742(17)	5.291(5)	855(84)	0.384(15)	408(14)	0.48(6)	1.6(3)
2	21.849(10)	4.0645(19)	1556(114)	0.165(8)	338(10)	0.22(2)	2.0(6)
3	23.444(9)	3.7915(14)	2489(144)	0.169(8)	555(12)	0.223(18)	2.2(6)
4	27.362(18)	3.257(2)	244(45)	0.49(5)	142(15)	0.58(17)	3(3)
5	30.337(4)	2.9439(3)	13908(340)	0.184(3)	3451(20)	0.248(8)	1.49(13)
6	33.001(7)	2.7120(5)	3021(159)	0.173(15)	709(75)	0.23(4)	1.3(3)
7	33.211(5)	2.6954(4)	2847(154)	0.132(17)	508(53)	0.18(3)	1.3(3)
8	33.72(9)	2.656(7)	109(30)	0.6(2)	93(42)	0.8(6)	1.3(3)
9	37.27(3)	2.4108(18)	307(51)	0.52(4)	250(15)	0.81(18)	1.1(2)
10	38.934(13)	2.3113(7)	1189(100)	0.405(14)	611(13)	0.51(5)	1.18(14)
11	39.936(10)	2.2557(5)	1846(124)	0.308(9)	720(13)	0.39(3)	1.18(14)
12	43.47(4)	2.0801(18)	167(37)	0.53(6)	122(8)	0.7(2)	1.3(4)
13	44.312(8)	2.0425(4)	676(75)	0.116(12)	109(5)	0.16(3)	1.3(4)
14	47.428(5)	1.91533(18)	3286(165)	0.141(6)	701(10)	0.213(14)	1.00(16)
15	48.147(9)	1.8884(3)	1451(110)	0.177(15)	434(9)	0.30(3)	1.2(3)
16	50.657(7)	1.8006(2)	327(52)	0.19(2)	79(6)	0.24(6)	4.9(14)
17	51.93(2)	1.7595(6)	1524(113)	0.360(15)	670(18)	0.44(4)	1.2(3)
18	53.532(16)	1.7105(5)	274(48)	1.30(7)	449(20)	1.6(4)	4.9(14)
19	56.303(13)	1.6326(4)	139(34)	0.11(6)	29(6)	0.21(9)	4(8)
20	57.124(7)	1.61113(19)	1718(120)	0.23(2)	504(38)	0.29(4)	1.1(2)
21	57.396(6)	1.60413(14)	2308(139)	0.176(12)	517(38)	0.22(3)	1.1(2)
22	62.258(17)	1.4900(4)	135(34)	0.18(4)	28(5)	0.21(9)	2.7(7)
23	62.939(17)	1.4755(4)	828(83)	0.364(16)	339(12)	0.41(6)	2.7(7)

24	65.20(3)	1.4297(6)	318(51)	0.55(5)	216(11)	0.68(14)	3.4(16)
25	66.840(19)	1.3986(3)	188(40)	0.15(2)	40(5)	0.21(7)	1.9(10)
26	68.963(14)	1.3606(2)	211(42)	0.19(3)	44(6)	0.21(7)	1.4(4)
27	69.71(4)	1.3479(7)	372(56)	0.66(4)	270(12)	0.72(14)	1.4(4)
28	70.74(2)	1.3307(3)	139(34)	0.21(4)	32(4)	0.23(9)	1.4(4)
29	72.72(3)	1.2992(4)	140(34)	0.61(9)	107(12)	0.8(3)	0.6(5)
30	73.94(4)	1.2809(6)	91(27)	0.56(11)	63(9)	0.7(3)	0.6(5)
31	77.318(15)	1.2331(2)	505(65)	0.231(19)	146(7)	0.29(5)	0.8(2)
32	78.78(5)	1.2139(6)	219(43)	0.74(5)	202(9)	0.9(2)	0.8(2)
33	82.07(3)	1.1733(4)	219(43)	0.27(5)	100(13)	0.46(15)	0.7(3)
34	82.86(6)	1.1641(7)	111(30)	2.74(15)	322(24)	2.9(10)	0.54(16)
35	88.55(5)	1.1034(5)	117(31)	0.28(6)	35(7)	0.30(14)	1.3(11)

L.3.1.4 Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$



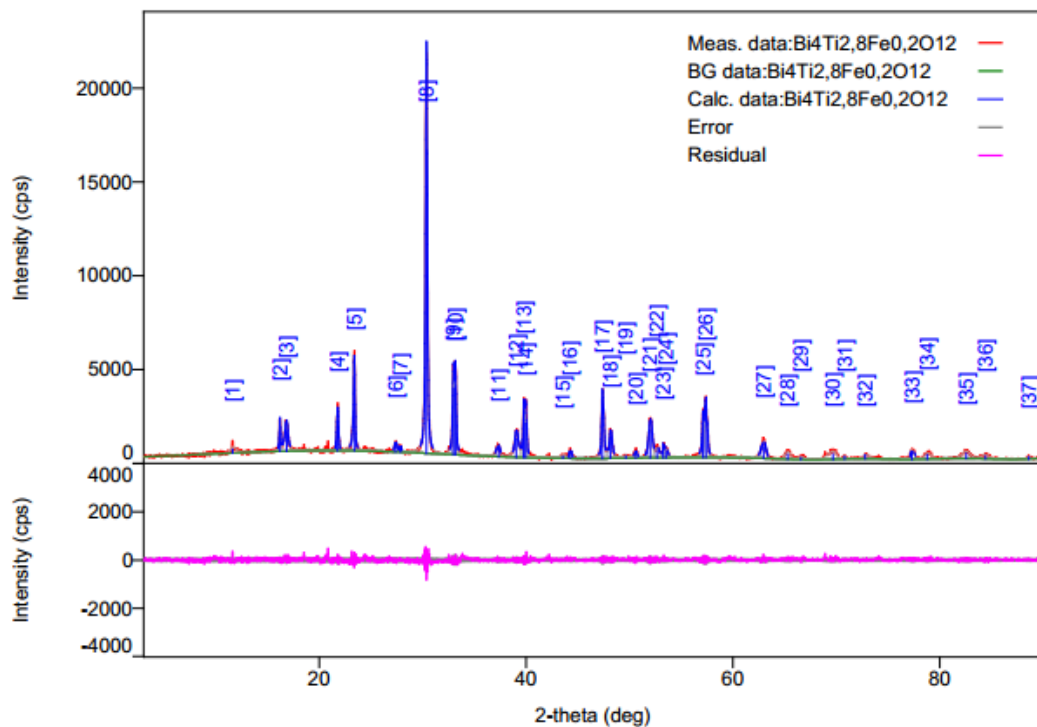
Gambar L.3.1.4 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$

Tabel L.3.1.4 Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. Factor
1	16.54(3)	5.354(9)	569(69)	0.60(3)	431(16)	0.76(12)	1.3(3)
2	21.608(6)	4.1093(12)	1215(101)	0.176(9)	320(11)	0.26(3)	0.56(6)
3	23.294(3)	3.8156(5)	3198(163)	0.211(5)	934(11)	0.292(18)	2.9(3)
4	27.13(7)	3.284(8)	234(44)	0.55(6)	145(18)	0.62(19)	1.1(6)
5	30.203(5)	2.9567(5)	13061(330)	0.250(5)	4222(32)	0.323(11)	2.5(3)
6	32.943(8)	2.7168(6)	4219(188)	0.333(6)	1698(23)	0.40(2)	1.34(12)

7	37.130(14)	2.4194(9)	412(59)	0.42(3)	228(9)	0.55(10)	1.57(19)
8	38.79(2)	2.3194(12)	570(69)	0.67(3)	494(14)	0.87(13)	1.57(19)
9	39.782(8)	2.2641(5)	2248(137)	0.290(8)	848(16)	0.38(3)	1.57(19)
10	43.14(4)	2.0953(19)	113(31)	1.15(15)	144(11)	1.3(4)	0.5(2)
11	44.061(11)	2.0536(5)	233(44)	0.22(3)	58(11)	0.25(9)	0.5(2)
12	47.274(7)	1.9212(3)	3212(164)	0.205(8)	933(15)	0.290(19)	1.12(17)
13	47.965(12)	1.8951(5)	860(85)	0.32(2)	395(13)	0.46(6)	1.12(17)
14	50.392(14)	1.8094(5)	281(48)	0.32(3)	104(6)	0.37(9)	0.79(9)
15	51.722(15)	1.7660(5)	1228(101)	0.526(13)	747(16)	0.61(6)	0.79(9)
16	52.546(10)	1.7402(3)	453(61)	0.32(2)	166(9)	0.37(7)	0.79(9)
17	53.253(17)	1.7187(5)	515(65)	0.54(2)	320(11)	0.62(10)	0.79(9)
18	57.005(9)	1.6142(2)	1546(114)	0.22(3)	434(166)	0.28(13)	1.6(6)
19	57.245(9)	1.6080(2)	2296(138)	0.26(6)	781(170)	0.34(9)	1.6(6)
20	62.743(9)	1.4797(2)	564(69)	0.47(3)	316(15)	0.56(9)	1.3(4)
21	66.592(18)	1.4032(3)	154(36)	0.18(4)	29(7)	0.19(9)	0.6(6)
22	69.49(5)	1.3516(9)	347(54)	0.90(4)	332(16)	1.0(2)	1.8(4)
23	77.19(2)	1.2348(3)	429(60)	0.34(3)	187(8)	0.44(8)	0.7(2)
24	78.65(4)	1.2155(5)	297(50)	0.65(5)	247(9)	0.83(17)	0.7(2)
25	82.21(2)	1.1717(3)	179(39)	1.04(7)	197(15)	1.1(3)	0.7(2)
26	84.01(3)	1.1510(4)	112(31)	0.72(10)	86(8)	0.8(3)	0.7(2)

L.3.1.5 Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,2$



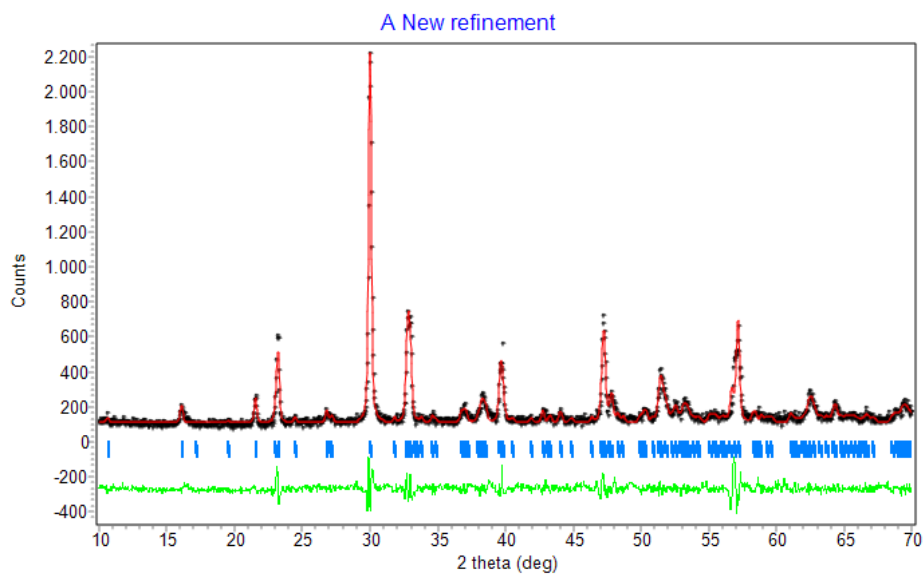
Gambar L.3.1.5 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,2$

Tabel L.3.1.5 Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,2$

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. Factor
1	11.61(2)	7.616(14)	213(42)	0.64(7)	172(17)	0.8(2)	0.5(3)
2	16.189(4)	5.4705(15)	1255(102)	0.101(8)	184(8)	0.147(18)	1.3(2)
3	16.827(14)	5.265(4)	1097(96)	0.366(14)	584(14)	0.53(6)	1.3(2)
4	21.765(14)	4.080(3)	1601(116)	0.200(10)	367(18)	0.23(3)	1.1(3)
5	23.371(6)	3.8033(10)	3897(180)	0.143(10)	883(18)	0.226(15)	0.89(18)
6	27.366(9)	3.2564(10)	365(55)	0.27(3)	116(11)	0.32(8)	0.8(4)
7	27.845(10)	3.2015(12)	248(45)	0.13(4)	40(6)	0.16(5)	0.8(4)
8	30.353(4)	2.9424(4)	16195(367)	0.177(5)	4014(30)	0.248(7)	1.7(2)
9	32.958(8)	2.7156(6)	3544(172)	0.161(18)	833(78)	0.23(3)	1.2(3)
10	33.158(6)	2.6996(5)	3561(172)	0.123(15)	640(77)	0.18(3)	1.2(3)
11	37.331(14)	2.4069(9)	424(59)	0.39(2)	213(9)	0.50(9)	2.4(5)
12	39.022(14)	2.3064(8)	1002(91)	0.379(18)	563(15)	0.56(7)	0.76(13)
13	39.771(6)	2.2646(3)	2487(144)	0.162(12)	595(27)	0.24(2)	0.76(13)
14	39.965(4)	2.2541(2)	1865(125)	0.105(9)	290(24)	0.16(2)	0.76(13)
15	43.54(3)	2.0770(13)	115(31)	0.62(9)	75(10)	0.7(3)	0.6(3)
16	44.215(9)	2.0468(4)	321(52)	0.22(3)	77(7)	0.24(6)	0.6(3)
17	47.377(5)	1.91730(19)	3107(161)	0.166(7)	761(10)	0.245(16)	1.32(19)
18	48.136(12)	1.8888(4)	1181(99)	0.240(18)	448(9)	0.38(4)	0.82(19)
19	49.62(5)	1.8357(16)	129(33)	0.14(6)	31(5)	0.24(10)	1(3)
20	50.601(19)	1.8024(6)	289(49)	0.25(3)	94(7)	0.32(8)	2.0(6)
21	51.996(14)	1.7573(4)	1468(111)	0.380(12)	637(27)	0.43(5)	1.3(2)
22	52.644(18)	1.7372(5)	395(57)	0.49(5)	222(19)	0.56(13)	1.3(2)
23	53.251(11)	1.7188(3)	568(69)	0.098(15)	83(7)	0.15(3)	0.8(5)
24	53.516(18)	1.7109(5)	327(52)	0.37(3)	140(8)	0.43(9)	1.3(2)
25	57.100(6)	1.61174(15)	1844(124)	0.157(11)	435(32)	0.24(3)	2.0(4)
26	57.377(7)	1.60463(17)	2495(144)	0.190(14)	713(34)	0.29(3)	2.0(4)
27	62.94(3)	1.4755(5)	638(73)	0.506(18)	344(13)	0.54(8)	1.5(3)
28	65.27(5)	1.4284(9)	284(49)	0.58(4)	176(13)	0.62(15)	1.2(4)
29	66.55(6)	1.4039(12)	108(30)	0.74(11)	85(9)	0.8(3)	1.2(4)
30	69.65(5)	1.3489(8)	304(50)	0.95(4)	306(15)	1.0(2)	1.9(4)
31	70.768(18)	1.3303(3)	159(36)	0.22(4)	38(5)	0.24(9)	1.9(4)
32	72.79(2)	1.2983(4)	198(41)	0.33(5)	131(11)	0.66(19)	0.6(5)
33	77.29(2)	1.2335(3)	436(60)	0.31(3)	168(8)	0.38(7)	0.9(3)
34	78.77(5)	1.2140(6)	250(46)	0.59(5)	184(9)	0.74(17)	0.9(3)
35	82.54(6)	1.1678(6)	279(48)	0.80(5)	276(11)	1.0(2)	1.7(5)
36	84.40(5)	1.1467(6)	170(38)	0.70(8)	149(9)	0.9(2)	1.7(5)
37	88.58(5)	1.1031(5)	121(32)	0.26(5)	33(6)	0.28(13)	1.6(14)

L.3.2 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

L.3.2.1 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$



Gambar L.3.2.1 Plot hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$

```

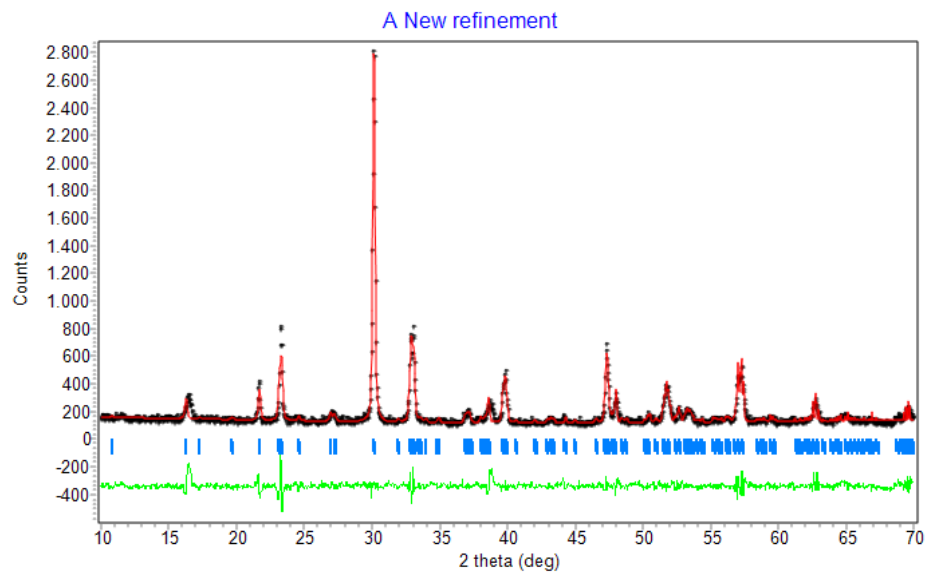
CELL PARAMETERS    = 5.447999  0.000000  0.000000
                   5.411000  0.000000  0.000000
                   32.830002  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000

RECIPROCAL CELL    = 0.184  0.185  0.030  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME        = 967.799683  0.000000

Rp                = 9.40
Rwp              = 10.46
GoF                = 0.5201E+00

```

L.3.2.2 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$



Gambar L.3.2.2 Plot hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$

CELL PARAMETERS = 5.444027 0.000327 0.000290
 5.410691 0.000123 0.000199
 32.765160 -0.001385 0.002004
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000

RECIPROCAL CELL = 0.184 0.185 0.031 90.000 90.000 90.000

CELL VOLUME = 965.128906 0.085913

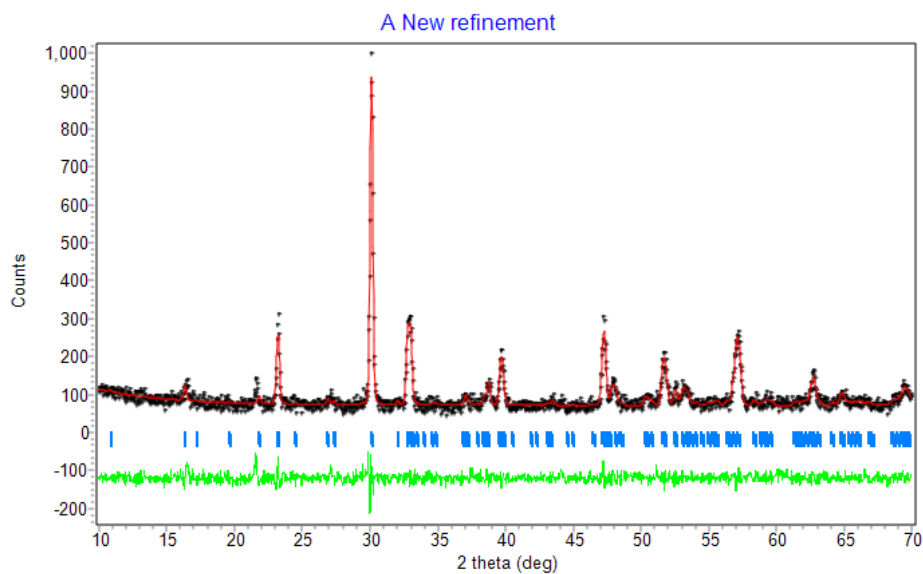
SCALE * VOLUME = 9.651289 0.000859

R_p = 9.40

R_{wp} = 10.46

GoF = 0.5201E+00

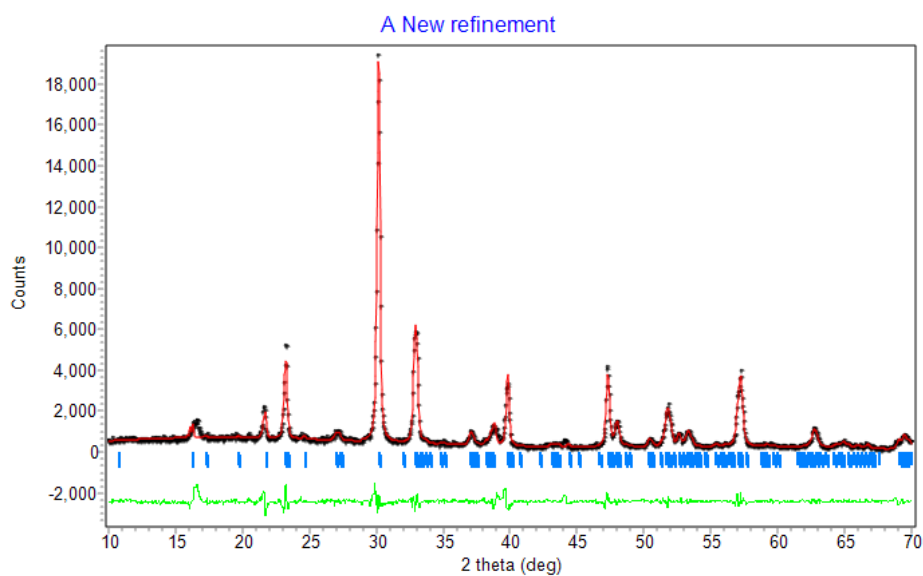
L.3.2.3 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$



Gambar L.3.2.3 Plot hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$

CELL PARAMETERS	= 5.414394 -0.000004 0.000589
	5.374839 0.000007 0.001003
	32.219479 -0.000599 0.004696
	90.000008 0.000000 0.000000
	90.000008 0.000000 0.000000
	90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL	= 0.185 0.186 0.031 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME	= 937.634949 0.244311
R_p	= 9.22
R_{wp}	= 10.79
GoF	= 0.1888E+00

L.3.2.4 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$



Gambar L.3.2.4 Plot hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$

CELL PARAMETERS = 5.420846 0.000000 0.000429
 5.375862 0.000001 0.000526
 32.610600 -0.000011 0.002096
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000

RECIPROCAL CELL = 0.184 0.186 0.031 90.000 90.000 90.000

CELL VOLUME = 950.329102 0.134244

R_p = 9.95

R_{wp} = 10.89

GoF = 0.2940E+02

Lampiran 4 Perhitungan *Crystallite Size*

Perhitungan *crystallite size* dapat menggunakan persamaan Debye-Scherrer, data perhitungan Data perhitungan untuk *crystallite size* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ($x=0,00; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) adalah :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

$$K = 0,9$$

$$\lambda = 0,15406 \text{ nm}$$

$$\beta = \text{FWHM}$$

$$\theta = \text{Posisi Peak}$$

1. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ($x= 0,00$)

$$\beta = 0,202$$

$$\theta = 30,274 \rightarrow \theta = \frac{30,274}{2} = 15,137$$

Crystallite size yang diperoleh adalah :

$$D = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,202 \times \cos 15,137} = 40,5 \text{ nm}$$

2. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ($x= 0,05$)

$$\beta = 0,243$$

$$\theta = 30,313 \rightarrow \theta = \frac{30,313}{2} = 15,1565$$

Crystallite size yang diperoleh adalah :

$$D = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,243 \times \cos 15,1565} = 33,8 \text{ nm}$$

3. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ($x= 0,1$)

$$\beta = 0,231$$

$$\theta = 30,342 \rightarrow \theta = \frac{30,342}{2} = 15,171$$

Crystallite size yang diperoleh adalah :

$$D = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,231 \times \cos 15,171} = 35,3 \text{ nm}$$

$$4. \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} (x= 0,15)$$

$$\beta = 0,290$$

$$\theta = 30,176 \rightarrow \theta = \frac{30,176}{2} = 15,088$$

Crystallite size yang diperoleh adalah :

$$D = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,290 \times \cos 15,088} = 32,8 \text{ nm}$$

$$5. \text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} (x= 0,2)$$

$$\beta = 0,234$$

$$\theta = 30,356 \rightarrow \theta = \frac{30,356}{2} = 15,178$$

Crystallite size yang diperoleh adalah :

$$D = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,234 \times \cos 15,178} = 35,1 \text{ nm}$$

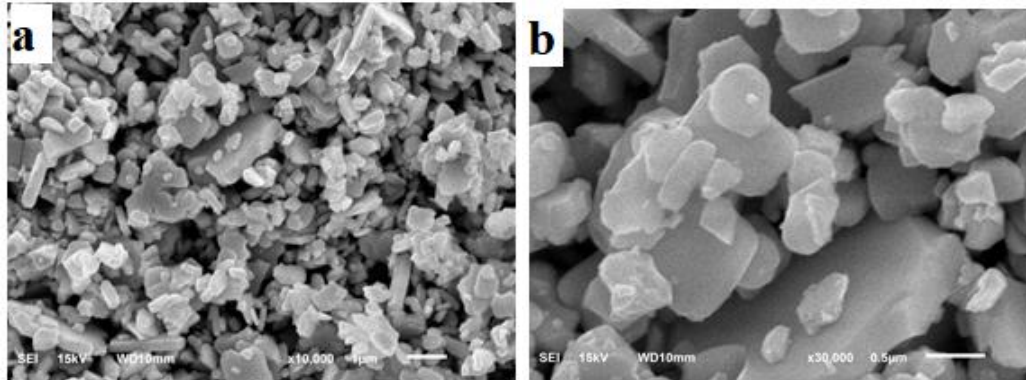
Tabel hasil perhitungan *crystallite size* $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ (x= 0,00; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2)

Nama Senyawa	FWHM	Ukuran kristal
$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	0,2029	40,5
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ (x= 0,05)	0,2430	33,8
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ (x= 0,1)	0,2311	35,3
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ (x= 0,15)	0,2505	32,8
$\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ (x= 0,2)	0,2340	35,1

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi menggunakan SEM-EDS

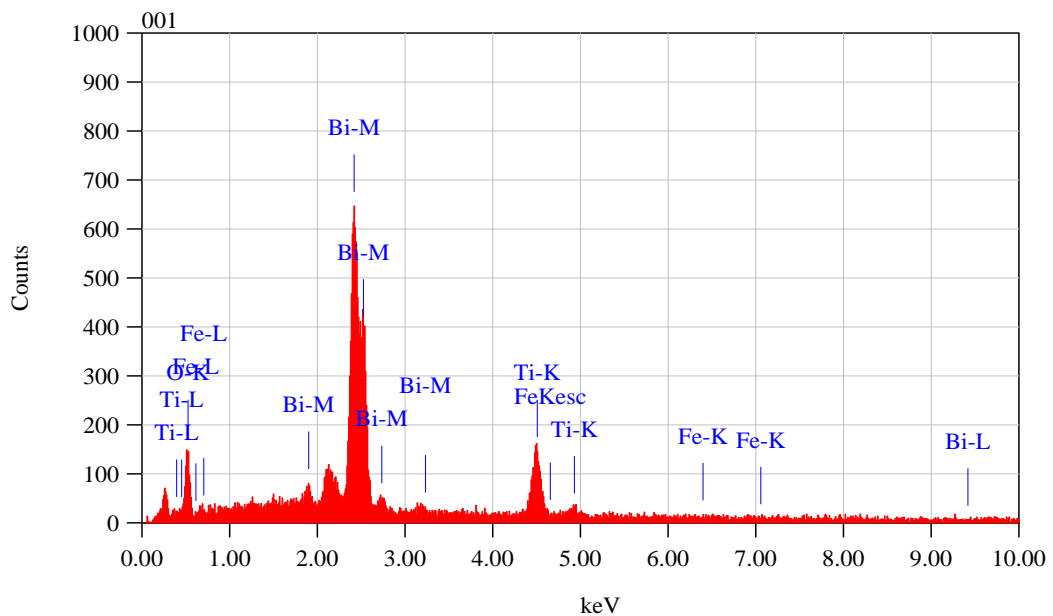
L.5.1 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0$)

L.5.1.1 Data SEM



Gambar L.5.1.1 Morfologi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$, pada perbesaran a) 10.000x dan b) 30.000x.

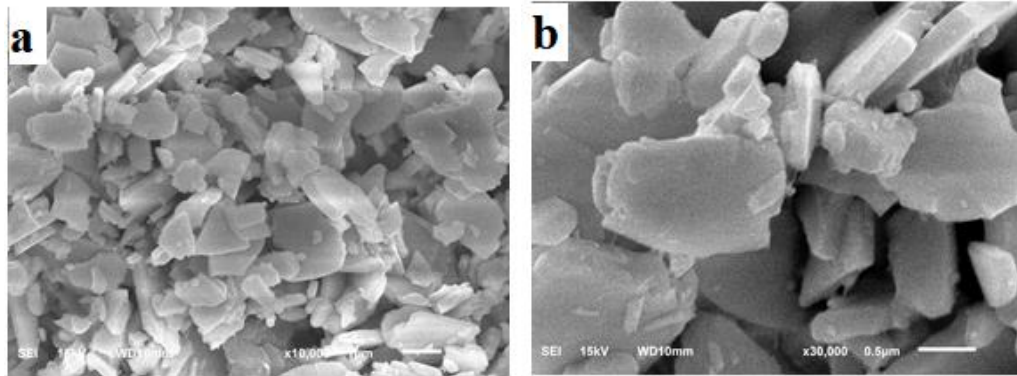
L.5.1.2 Data EDS



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
O K	0.525	9.30	0.14	47.91			12.8068
Ti K	4.508	12.30	0.32	21.16			13.4220
Fe K*							
Bi M	2.419	78.40	0.51	30.93			73.7712
Total		100.00		100.00			

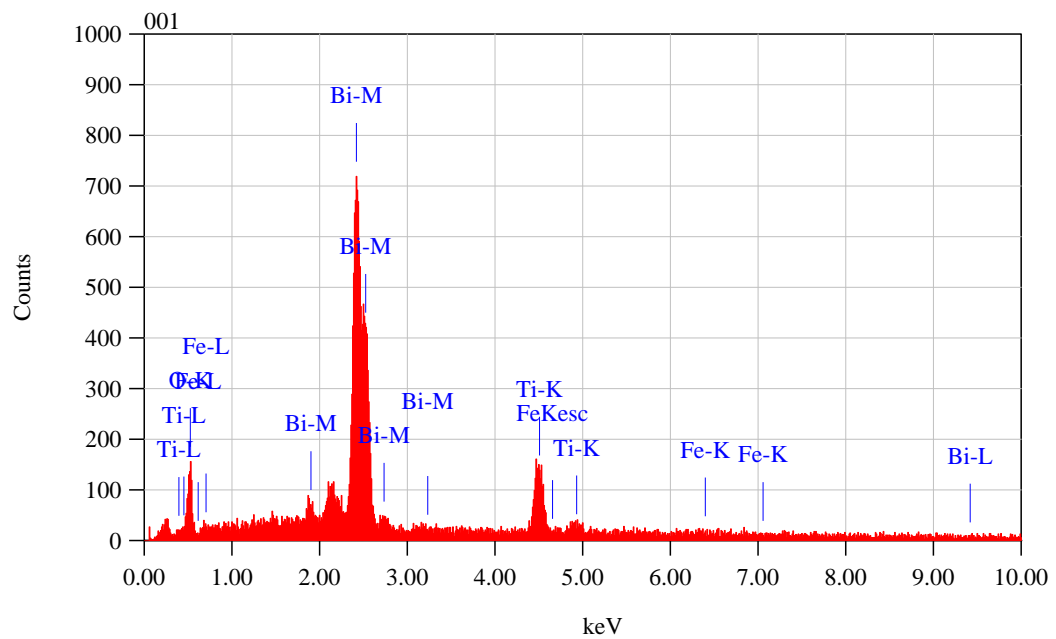
L.5.2 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05$)

L.5.2.1 Data SEM



Gambar L.5.2.1 Morfologi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$ pada perbesaran a) 10.000x dan b) 30.000x.

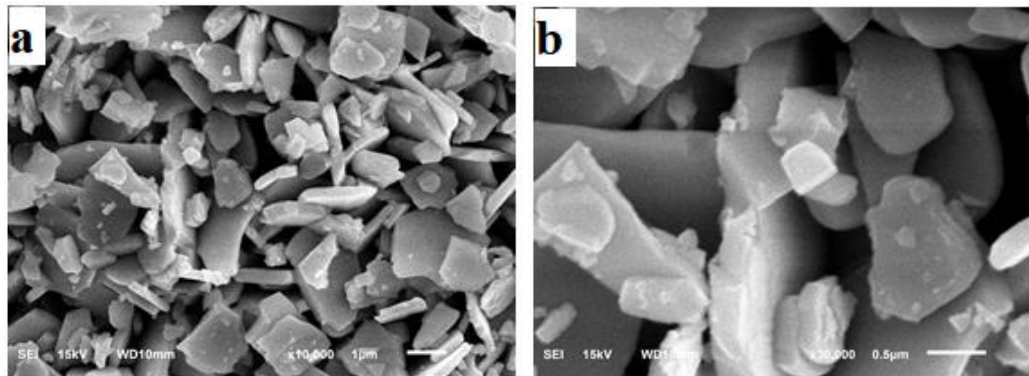
L.5.2.2 Data EDS



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
O K	0.525	7.86	0.12	43.53			10.9325
Ti K	4.508	12.19	0.26	22.56			13.3669
Fe K*							
Bi M	2.419	79.96	0.41	33.92			75.7007
Total		100.00		100.00			

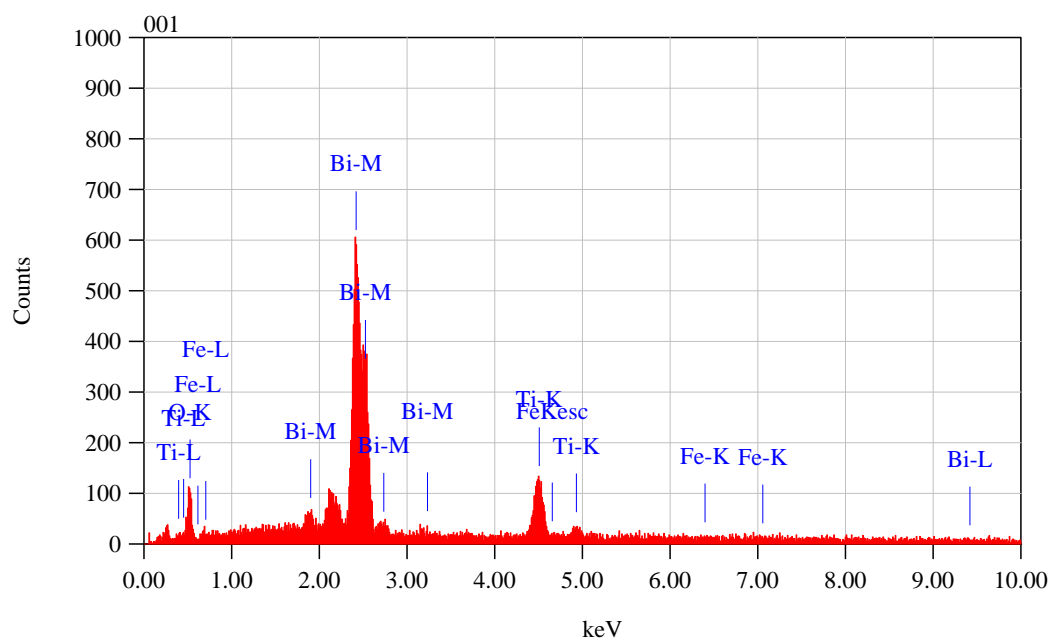
L.5.3 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,1$)

L.5.3.1 Data SEM



Gambar L.5.3.1 Morfologi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$ pada perbesaran a) 10.000x dan b) 30.000x.

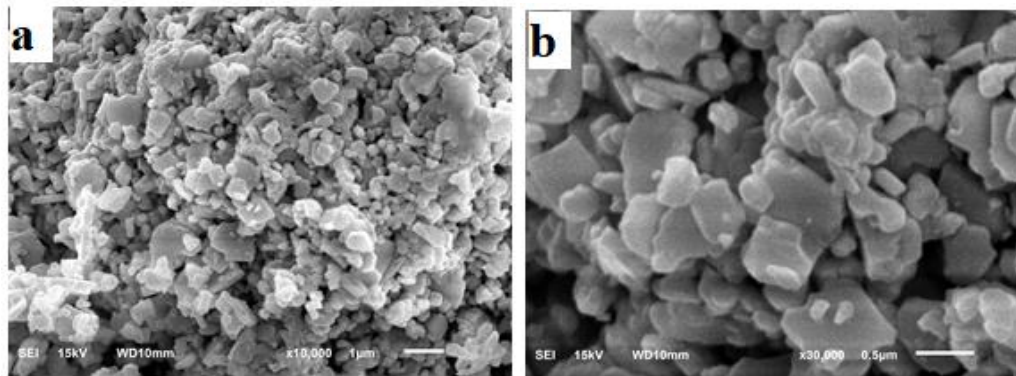
L.5.3.2 Data EDS



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
O K	0.525	7.68	0.15	42.49			10.6048
Ti K	4.508	12.49	0.32	23.08			13.7146
Fe K*	6.398	0.54	0.63	0.86			0.6700
Bi M	2.419	79.28	0.52	33.57			75.0106
Total		100.00		100.00			

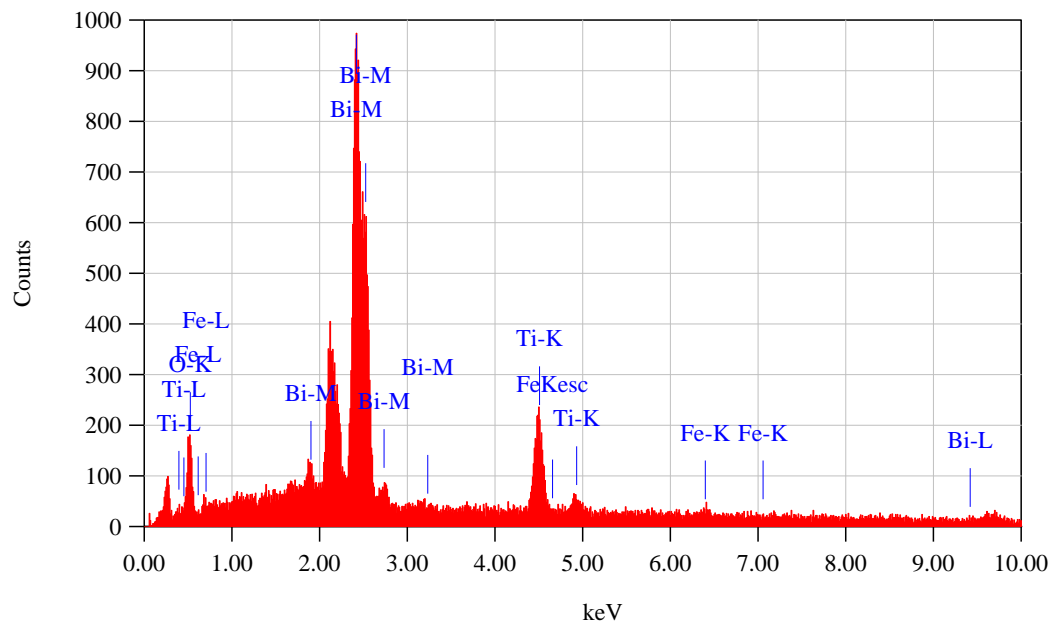
L.5.4 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,15$)

L.5.4.1 Data SEM



Gambar L.5.4.1 Morfologi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$ pada perbesaran a) 10.000x dan b) 30.000x.

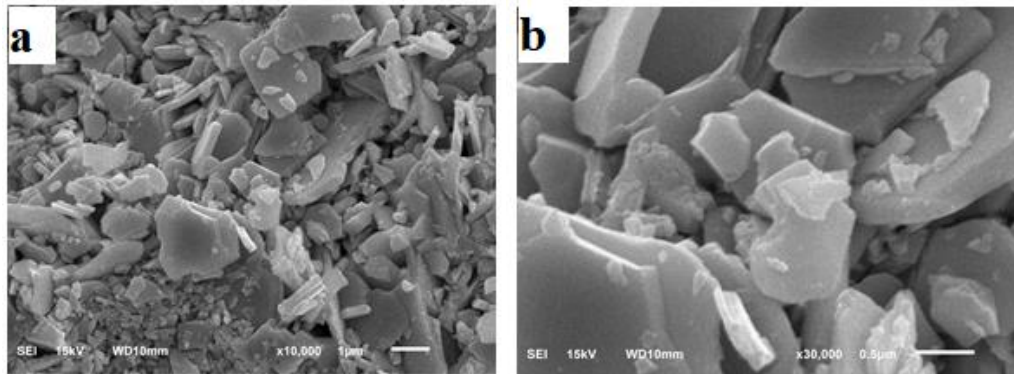
L.5.1.2 Data EDS



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
O K	0.525	7.02	0.20	40.02			9.8219
Ti K	4.508	11.94	0.44	22.74			13.1146
Fe K*	6.398	1.56	0.86	2.54			1.9170
Bi M	2.419	79.48	0.71	34.70			75.1464
Total		100.00		100.00			

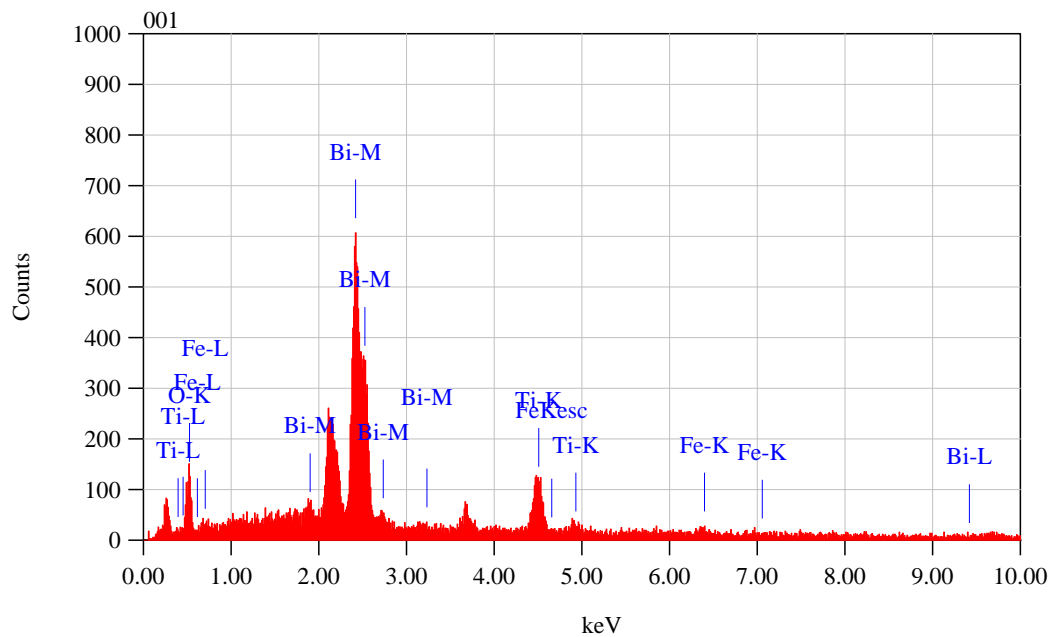
L.5.5 Bi₄Ti_{3-x}Fe_xO₁₂ (x=0,2)

L.5.5.1 Data SEM



Gambar L.5.5.1 Morfologi Bi₄Ti_{3-x}Fe_xO₁₂ untuk $x=0,2$ pada perbesaran a) 10.000x dan b) 30.000x.

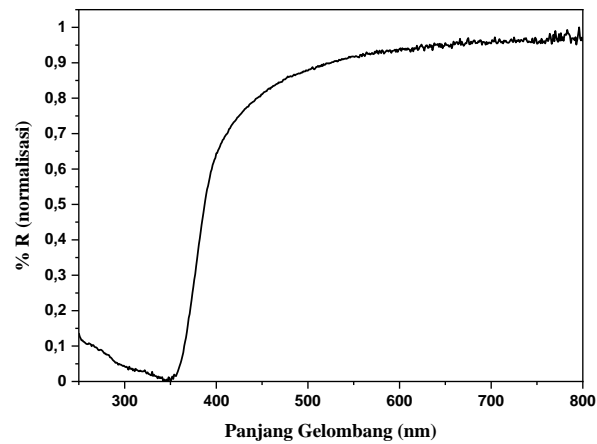
L.5.1.2 Data EDS



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
O K	0.525	8.41	0.22	45.01			11.9031
Ti K	4.508	11.08	0.49	19.81			12.0722
Fe K*	6.398	1.94	0.96	2.97			2.3658
Bi M	2.419	78.58	0.80	32.21			73.6589
Total		100.00		100.00			

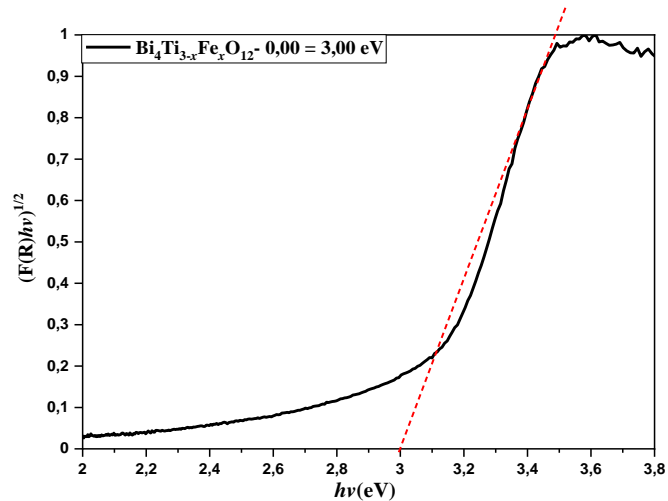
Lampiran 6. Contoh Perhitungan Nilai Energi Celah Pita

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



Gambar L.6.1 Sepktra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ $x=0$

Selanjutnya data tersebut dianalisis dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk (Persamaan 3.1) dan diolah menjadi grafik hubungan $F(R).h\nu^{1/2}$ dengan energi celah pita ($h\nu$). Energi celah pita dihitung dengan menarik garis lurus pada bagian kurva yang menurun sampai pada nilai $y=0$ dan nilai x pada $y=0$ adalah energi celah pita yang diperoleh untuk senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ (pada $y=0$ maka nilai x adalah 3,00 eV (nilai energi celah pita).



Gambar L.6.1.1 Sepetra DRS hubungan $F(R)hv^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0$.

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

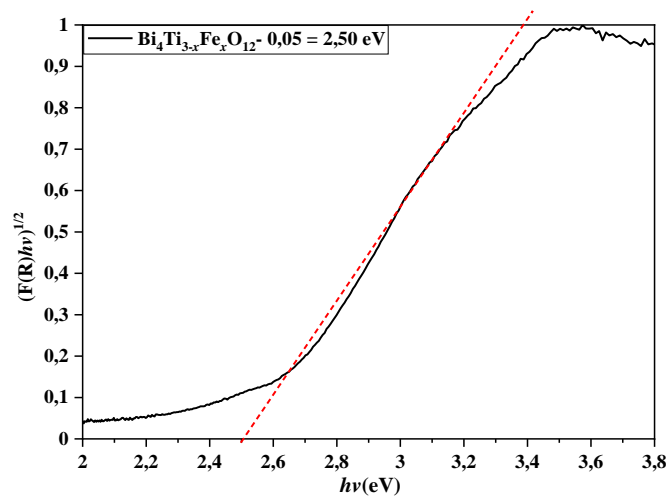
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ js}}{1} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Panjang gelombang pada $E_g=3,00 \text{ eV}$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} + \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17}}{3,00 \text{ eV}} = 413,68 \text{ nm}$$

Langkah yang sama digunakan untuk menghitung energi celah pita sampel yang lain. Perhitungan singkat sampel yang lain ditampilkan pada L.6.2-L.6.5.

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



Gambar L.6.2.1 Sepetra DRS hubungan $F(R)hv^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,05$

Diketahui:

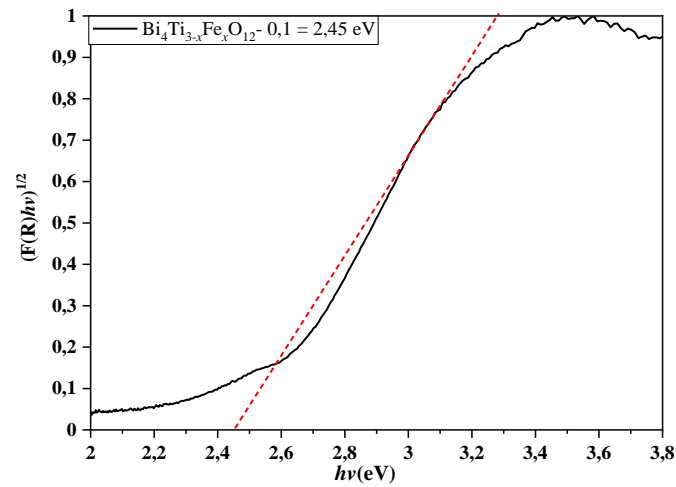
Nilai energi celah pita adalah eV

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

Panjang gelombang pada $E_g=2,50 \text{ eV}$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} + \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17}}{2,50 \text{ eV}} = 496,32 \text{ nm}$$

L.6.3 $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$



Gambar L.6.3.1 Sepktra DRS hubungan $F(R)hv^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,1$.

Diketahui:

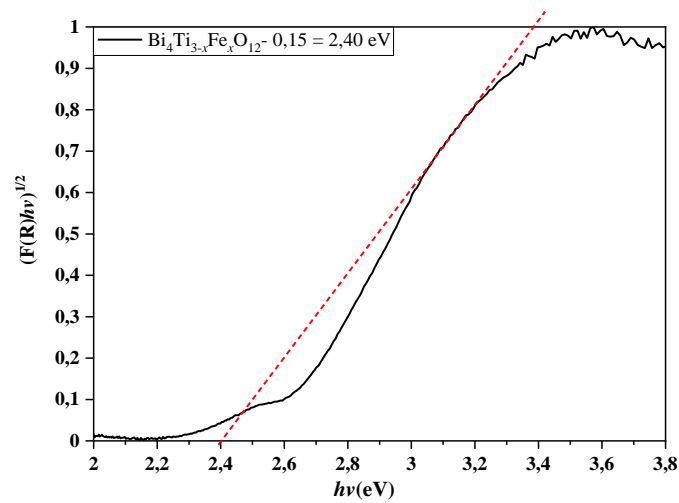
Nilai energi celah pita adalah eV

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

Panjang gelombang pada $E_g = 2,45 \text{ eV}$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} + \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17}}{2,45 \text{ eV}} = 506,45 \text{ nm}$$

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



Gambar L.6.4.1 Spektra DRS hubungan $F(R)hv^{1/2}$ dengan energi celah pita ($h\nu$) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,15$.

Diketahui:

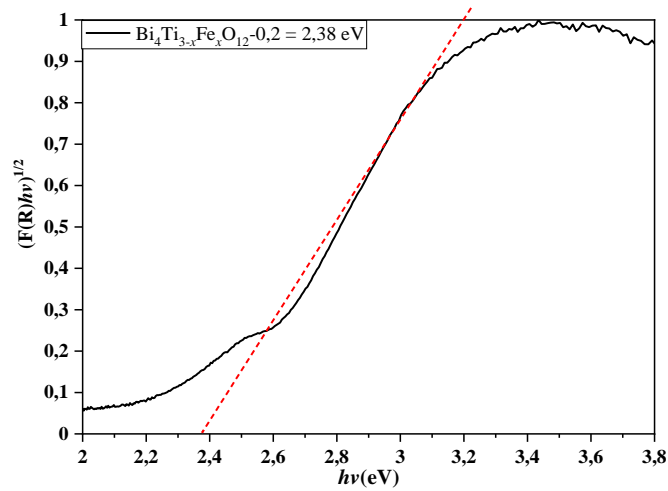
Nilai energi celah pita adalah eV

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

Panjang gelombang pada $E_g=2,40 \text{ eV}$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} + \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17}}{2,40 \text{ eV}} = 517,01 \text{ nm}$$

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



Gambar L.6.5.1 Spektra DRS hubungan $F(R)hv^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_x\text{O}_{12}$ untuk $x=0,2$.

Diketahui:

Nilai energi celah pita adalah eV

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

Panjang gelombang pada $E_g=2,38 \text{ eV}$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} + \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17}}{2,38 \text{ eV}} = 521,35 \text{ nm}$$

Lampiran 7. Dokumentasi Penelitian



Gambar L.7. 1 Proses penimbangan sampel



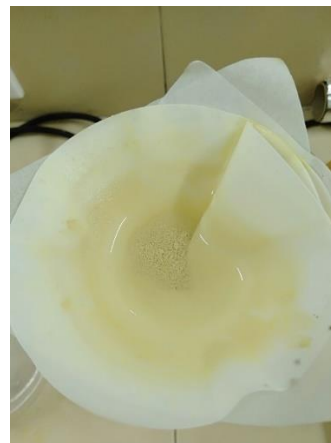
Gambar L.7.2 Proses penggerusan sampel



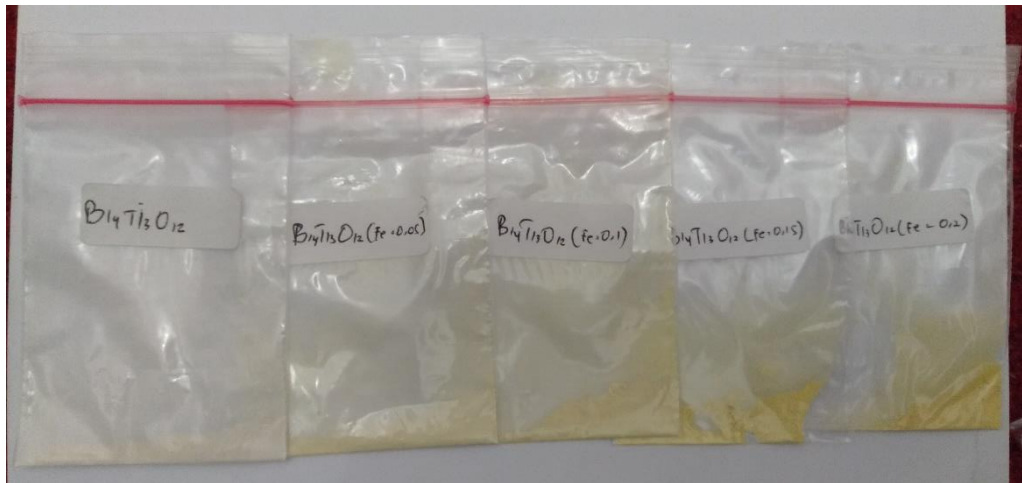
Gambar L.7.3 Kalsinasi sebelum penambahan NaCl



Gambar L.7.4 Kalsinasi sesudah penambahan NaCl



Gambar L.7.5 Proses Penyaringan sampel



Gambar L.7.6 Sampel hasil sintesis