

**SINTESIS SENYAWA AURIVILLIUS $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ TERDOPING
VANADIUM DENGAN METODE LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

**Oleh:
SUCI NOERFAIQOTUL HIMMAH
NIM. 17630050**



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

**SINTESIS SENYAWA AURIVILLIUS $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ TERDOPING
VANADIUM DENGAN METODE LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

**Oleh:
SUCI NOERFAIQOTUL HIMMAH
NIM. 17630050**

**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 AURIVILLIUS $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ TERDOPING
VANADIUM DENGAN METODE LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

Oleh:
SUCI NOERFAIQOTUL HIMMAH
NIM. 17630050

Telah Diperiksa dan Disetujui oleh:

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Rif'atul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068

Mengetahui
Ketua Program Studi,



Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

**SINTESIS SENYAWA AURIVILLIUS $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ TERDOPING
VANADIUM DENGAN METODE LELEHAN GARAM**

SKRIPSI

**Oleh:
SUCI NOERFAIQOTUL HIMMAH
NIM. 17630050**

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 20 Desember 2021

Penguji Utama	: Dr. Akyunul Jannah, M.Si, M.P NIP. 19750410 200501 2 009	(.....)
Ketua Penguji	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611200501 2 006	(.....)
Sekretaris Penguji	: Dr. Anton Prasetyo, M.Si NIP. 19770925 200604 1 003	(.....)
Anggota Penguji	: Rif'atul Mahmudah, M.Si NIDT. 19830125 20160801 2 068	(.....)

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


Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Suci Noerfaidotul Himmah
NIM : 17630050
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul : Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Terdoping Vanadium dengan Metode Lelehan Garam

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

Yang membuat pernyataan
Malang, 21 Desember 2021



Suci Noerfaidotul Himmah
NIM. 17630050

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, sujud syukur hamba persembahkan kepadaMu Ya Allah atas tuntasnya penyusunan Skripsi ini. Terimakasih atas ilmu dan pikiran yang telah Engkau karuniakan. Semoga hamba selalu menjadi pribadi yang selalu beriman kepadaMu dan menjadikan titik ini sebagai awal kesuksesan diri dalam meraih RidloMu.

Dengan ini penulis persembahkan karya tulis ini untuk, Kedua orang tua Ach. Effendi dan Muhairoh. Terimakasih telah menjadi alasan utama penulis sampai pada titik ini. Terimakasih atas limpahan do'a dan perhatian yang tidak pernah usai. Begitu juga untuk adik-adik penulis, Muhammad Roghil Affan Romadani dan Qatrina Balqis Salwa Salsabila yang telah menjadi alasan penulis menjadi pribadi yang lebih kuat, dan tak lupa *"I will thank to myself to always give your best to be a better person, always try to answer your curiosity, and still survive until this time"*.

Terimakasih yang tak terhingga kepada Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si yang senantiasa sabar dalam meluangkan waktunya untuk membimbing penulis, baik dalam penyusunan karya tulis maupun dalam membentuk pribadi yang lebih baik. Terimakasih juga kepada seluruh Dosen yang telah mencurahkan ilmunya, serta seluruh laboran dan staf Program Studi Kimia yang telah mendukung keberhasilan penelitian ini.

Terimakasih kepada sahabat-sahabat penulis, Alivia Husin dan Nuriyah Sulkha yang selalu menjadi pendengar baik dan tempat berbagi di saat kehidupan tak selalu dalam kata indah. Begitu juga teman-teman "Cendaw" atas kebersamaan dan ketidakjelasan yang akan penulis jadikan sebagai memori yang tak terlupakan.

Teruntuk teman-teman seperjuangan Kimia B 2017, terutama Puspa Sari.
Terimakasih atas kebersamaan dalam perjuangan yang tidak ada habisnya dan
cerita-cerita yang menarik yang telah diberikan.

MOTTO

DON'T FEAR OF PERFECTION; YOU WILL NEVER REACH IT

(Success is struggling)

-Marie Curie

KATA PENGANTAR

Syukur alhamdulillah atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufiq, hidayah dan inayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi ini. Shalawat dan salam penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW yang selalu menyebarkan dan mengembangkan ajaran Islam kepada umatnya.

Selanjutnya, penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih yang tak terhingga kepada semua pihak yang telah membantu kelancaran penyusunan Skripsi ini, baik berupa dorongan moril maupun materiil. Penulis yakin tanpa bantuan dan dukungan tersebut, sulit rasanya bagi penulis untuk menyelesaikan Skripsi ini. Dengan ini, penulis ingin menyampaikan ucapan terimakasih dan penghargaan setinggi-tingginya kepada:

1. Kedua orang tua penulis tercinta serta keluarga yang telah memberikan dukungan moral, berupa do'a, dan nasihat sehingga penyusunan Skripsi ini dapat terselesaikan.
2. Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Sri Harini, M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Dr. Anton Prasetyo, M.Si, selaku Dosen pembimbing I. Karena atas bimbingan, pengarahan, kesabaran, dan motivasinya penyusunan Skripsi ini dapat terselesaikan.

6. Rif'atul Mahmudah, M.Si, selaku Dosen pembimbing II yang telah sabar dalam membantu dan membimbing penyusunan Skripsi ini.
7. Segenap sivitas akademika Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
8. Teman-teman Program Studi Kimia dan semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan Skripsi ini baik berupa materiil maupun moril.

Sebagai seorang manusia dengan keterbatasan ilmu pengetahuan yang dikuasai, penulis menyadari bahwa dalam penulisan Skripsi ini masih sangat jauh dari kata sempurna sehingga membutuhkan kritik, saran, dan bimbingan yang bersifat membangun.

Akhir kata penulis berharap semoga Skripsi ini dapat bermanfaat khususnya bagi penulis sendiri maupun pembaca. Terima kasih.

Malang, 21 Desember 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vii
KATA PENGANTAR	viii
DATAR ISI	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xv
ABSTRAK	xvi
ABSTRACT	xvii
مستخلص البحث	xviii

BAB I PENDAHULUAN

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

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Struktur Aurivillius Lapis Empat ($\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$)	8
2.2 Senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) sebagai Fotokatalis	9
2.3 Pendopongan Logam pada Senyawa Fotokatalis Aurivillius	11
2.4 Pengaruh Morfologi pada Aktivitas Fotokatalitik	14
2.5 Metode Sintesis Lelehan Garam	18
2.6 Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) dengan Metode Lelehan Garam	21

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	25
3.2 Alat dan Bahan	25
3.2.1 Alat	25
3.2.2 Bahan	25
3.3 Tahapan Penelitian	26
3.4 Prosedur Kerja	26
3.4.1 Preparasi Bahan	26
3.4.2 Sintesis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ dengan Metode Lelehan Garam	27

3.4.3 Karakterisasi Sampel Produk $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$	27
a. Karakterisasi dan Analisis dengan Teknik XRD	27
b. Karakterisasi dan Analisis dengan Teknik SEM-EDS.....	28
c. Karakterisasi dan Analisis dengan Teknik UV-Vis DRS	28
3.4.4 Analisis Data	28
a. Analisis Data XRD	28
b. Analisis Data SEM-EDS	28
c. Analisis Data UV-Vis DRS.....	28

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dengan Metode Lelehan Garam	30
4.2 Karakterisasi dan Analisis Sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x= 0; 0,05;$ $0,1; 0,15$) dengan Teknik XRD	32
4.3 Karakterisasi dan Analisis Sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x= 0; 0,05;$ $0,1; 0,15$) dengan Teknik SEM	35
4.4 Karakterisasi dan Analisis Sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x= 0; 0,05;$ $0,1; 0,15$) dengan Teknik UV-Vis DRS	39
4.5 Sintesis Material Fotokatalis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dalam Prespektif Islam	44

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	48
5.2 Saran.....	48

DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	59

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir	59
Lampiran 2. Perhitungan Preparasi Bahan	62
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi dengan XRD.....	66
Lampiran 4. Tahapan Analisis Data Standar dan Pengotor Senyawa BBT Menggunakan Perangkat <i>X'Pert HighScore</i> dan <i>OriginPro 2018</i> ..	71
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi dengan SEM	77
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi dengan EDS	78
Lampiran 7. Tahapan Analisis Data Energi Celah Pita BBT Menggunakan Perangkat <i>OriginPro 2018</i>	82
Lampiran 8. Hasil Analisis UV-Vis DRS	85

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$	8
Gambar 2.2	Proses mekanisme reaksi fotokatalitik degradasi senyawa polutan organik	10
Gambar 2.3	(a) Spektrum absorpsi UV-Vis serbuk BBT, dan (b) plot-Tauc BBT dalam penentuan energi celah pita	11
Gambar 2.4	Kemampuan degradasi RhB oleh serbuk BBT dan BBT-Ag	11
Gambar 2.5	Pergeseran fungsi kerja senyawa yang didoping ke daerah cahaya tampak	12
Gambar 2.6	(a) Plot-Tauc spektrum UV-Vis DRS serbuk BIT, dan (b) ilustrasi celah pita senyawa SBVT	13
Gambar 2.7	Hasil fotodegradasi senyawa polutan NO_x menggunakan fotokatalis SBVT	13
Gambar 2.8	(a) Spektra UV-Vis DRS, dan (b) plot-Tauc spektra UV-Vis DRS senyawa $\text{BFNTO-}x$ ($x= 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$)	14
Gambar 2.9	Hasil fotodegradasi senyawa RhB oleh $\text{BFNTO-}x$ ($x= 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$)	14
Gambar 2.10	(a) Spektra DRS senyawa BiVO_4 , dan (b) kemampuan oksidasi air oleh BiVO_4 dengan variasi waktu hidrotetal yang berbeda	15
Gambar 2.11	Gambar SEM partikel BiVO_4 berbentuk dekahedron homogen dan batang pendek	16
Gambar 2.12	Gambar SEM partikel Bi_2WO_6 dengan variasi waktu kalsinasi hidrotermal pada suhu 200°C : (a) 0,5; (b) 1; (c) 3; dan (d) 6 jam	17
Gambar 2.13	(a) Spektra DRS kristal tunggal Bi_2WO_6 <i>nanoplate</i> dan Bi_2WO_6 <i>flower-like</i> , (b) kemampuan fotodegradasi larutan RhB oleh kristal tunggal Bi_2WO_6 <i>nanoplate</i> , dan (c) kemampuan fotodegradasi larutan RhB oleh Bi_2WO_6 <i>flower-like</i>	17
Gambar 2.14	Skema proses sintesis oksida perovskit dengan metode lelehan garam	19
Gambar 2.15	Morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan $\text{KPb}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$: (a) pelarutan-pengendapan (<i>reaction stage</i>), dan (b) pelarutan-difusi (<i>particle growth stage</i>)	21
Gambar 2.16	Difraktogram senyawa BBT metode lelehan garam fluks NaCl-KCl dan $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$	22
Gambar 2.17	Morfologi partikel BBT dengan MSS dan CSS; (a) CSS pada suhu $900^\circ\text{C}/2$ jam, (b) MSS (NaCl-KCl) pada suhu $850^\circ\text{C}/2$ jam, (c) MSS ($\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$) pada suhu $950^\circ\text{C}/2$ jam, dan (d) MSS (NaCl-KCl) pada suhu $950^\circ\text{C}/2$ jam	23
Gambar 2.18	Distribusi ukuran partikel BBT metode MSS dengan spesi garam berbeda	24

Gambar 4.1	Perubahan warna sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$) (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah dua kali kalsinasi pada suhu 780 dan 820°C, dan (c) setelah pengeringan 32	32
Gambar 4.2	Difraktogram $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$) 33	33
Gambar 4.3	Pergeseran puncak difraksi sinar-X pada senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$) 34	34
Gambar 4.4	Mikrograf SEM dari senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ untuk $x=$ (a) 0; (b) 0,05; (c) 0,1; dan (d) 0,15) 35	35
Gambar 4.5	Ilustrasi mekanisme pembentukan morfologi <i>plate-like</i> senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ dengan metode lelehan garam 37	37
Gambar 4.6	Spektra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$) ... 40	40
Gambar 4.7	Spektra DRS dengan energi celah pita ($h\nu$) senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$) 41	41
Gambar 4.8	Ilustrasi perubahan transisi elektronik dari senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$) 43	43
Gambar L.3.1	Difraktogram senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ untuk $x=0$ 66	66
Gambar L.3.2	Difraktogram senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ untuk $x=0,05$ 67	67
Gambar L.3.3	Difraktogram senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ untuk $x=0,1$ 68	68
Gambar L.3.4	Difraktogram senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ untuk $x=0,15$ 69	69
Gambar L.5	Mikrograf SEM perbesaran 7000 dan 15000x material $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ untuk $x=$ (a) 0; (b) 0,05; (c) 0,1; dan (d) 0,15 77	77
Gambar L.6.1	Spektra EDS senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0$) 78	78
Gambar L.6.2	Spektra EDS senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0,05$) 79	79
Gambar L.6.3	Spektra EDS senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0,1$) 80	80
Gambar L.6.4	Spektra EDS senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0,15$) 81	81
Gambar L.7	Spektra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ 82	82
Gambar L.8.1	Spektra DRS energi celah pita $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ 85	85
Gambar L.8.2	Spektra DRS energi celah pita $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{15}$ 85	85
Gambar L.8.3	Spektra DRS energi celah pita $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{3,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{15}$ 86	86
Gambar L.8.4	Spektra DRS energi celah pita $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{3,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{15}$ 86	86

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Massa tiap-tiap bahan prekursor untuk mendapatkan senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$).....	27
Tabel 4.1	Ukuran rata-rata partikel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$)	38
Tabel 4.2	Persentase unsur-unsur penyusun senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$)	39
Tabel 4.3	Nilai energi celah pita dan panjang gelombang senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$).....	42
Tabel L.3.1	Daftar puncak senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ untuk $x = 0$	66
Tabel L.3.2	Daftar puncak senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ untuk $x = 0,05$	67
Tabel L.3.3	Daftar puncak senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ untuk $x = 0,1$	68
Tabel L.3.4	Daftar puncak senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ untuk $x = 0,15$	70

ABSTRAK

Himmah, Suci N.H. 2021. **Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Terdoping Vanadium dengan Metode Lelehan Garam**. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Pembimbing II: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Kata kunci: Barium Bismut Titanat (BBT), Fotokatalis, Energi celah pita, Vanadium, Metode lelehan garam.

Senyawa Aurivillius lapis empat $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) dilaporkan berpotensi digunakan sebagai fotokatalis dengan energi celah pita 3,2 eV sehingga hanya bekerja pada daerah sinar UV. Salah satu strategi yang banyak dilaporkan untuk menurunkan energi celah pita material fotokatalis adalah pendopingan dengan logam transisi vanadium (V). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal, morfologi, ukuran partikel, komposisi unsur senyawa, dan energi celah pita dari material fotokatalis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$).

Metode sintesis senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) menggunakan metode lelehan garam tunggal KCl. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan teknik *X-ray diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristal produk, *scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy* (SEM-EDS) untuk menentukan morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur senyawa, serta *Ultraviolet-Visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS) untuk menghitung energi celah pita.

Hasil penelitian ini diperoleh difraktogram sampel yang menunjukkan senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) telah berhasil disintesis dan ditemukan pengotor berupa TiO_2 rutil pada $x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$ serta $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$ pada $x = 0,15$. Mikrograf SEM material $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ menunjukkan morfologi *plate-like* yang cenderung teraglomerasi dengan unsur-unsur penyusun berupa Ba, Bi, Ti, V dan O. Spektrum UV-Vis DRS menunjukkan bahwa BBT mengalami penurunan energi celah pita setelah didoping dengan logam transisi V dari 3,2 ke 3,09 eV. Penurunan energi celah pita semakin meningkat dengan pergeseran panjang gelombang lebih mendekati daerah sinar tampak seiring bertambahnya konsentrasi dopan.

ABSTRACT

Himmah, Suci N.H. 2021. **Synthesis of Vanadium Doped Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Using Molten Salt Method**. Mini Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Advisor II: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Keywords: $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT), Photocatalyst, Bandgap energy, Vanadium, Molten salt method.

The fourth layer Aurivillius compound $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) is reported to have potential to be used as a photocatalyst with a band gap energy of 3.2 eV. One of the widely reported strategies for reducing the band gap energy of photocatalyst material is doping with the transition metal vanadium (V). This study aims to determine the crystal structure, morphology, particle size, elemental composition of compounds, and band gap energy of $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0.05; 0.1; 0.15$) photocatalyst materials.

The method of synthesis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0.05; 0.1; 0.15$) compound was using the KCl single molten salt method. The synthesis results were characterized by X-ray diffraction (XRD) technique to identify the crystal phase and structure of the product, scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) to determine morphology, particle size, and elemental composition of the compound, and Ultraviolet-Visible diffuse reflectance spectroscopy (UV-Vis DRS) to calculate the band gap energy.

The result of this research obtained a sample diffractogram which showed that $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0.05; 0.1; 0.15$) compounds had been successfully synthesized and an impurity was found in the form of TiO_2 rutile at $x = 0; 0.05; 0.1; 0.15$ and $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$ at $x = 0.15$. SEM micrograph of $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ material showed a plate-like morphology that tended to agglomerate with constituent elements in the form of Ba, Bi, Ti, V and O. The UV-Vis DRS spectrum showed that BBT had decreased the band gap energy after doping with the transition metal V from 3.2 to 3.09 eV. The decrease in band gap energy was increased with a shift in wavelength closer to the visible light region as the dopant concentration increased.

مستخلص البحث

همة ، سوجي ن. ف. ٢٠٢١. توليف مركب Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ المخدر بالفاناديوم مع طريقة تدوير الملح. بحث جامعي قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة الدولة الإسلامية مولانا مالك ابراهيم مالانج. المستشار الأول: د. أنطون براسينيو ، إم إس آي ؛ المستشار الثاني: رفعة المحمود ، إم إس آي.

الكلمات المفتاحية: $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT)، حفاز ضوئي ، طاقة فجوة النطاق ، الفاناديوم ، طريقة تدوير الملح.

تم الإبلاغ عن أن الطبقة الرابعة من مركب Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) لديها إمكانية استخدامها كمحفز ضوئي مع طاقة فجوة نطاق تبلغ ٣,٢ eV بحيث تعمل فقط في منطقة ضوء الأشعة فوق البنفسجية. واحدة من الاستراتيجيات التي تم الإبلاغ عنها على نطاق واسع لخفض طاقة فجوة النطاق لمواد الحفاز الضوئي هي تعاطي المنشطات باستخدام الفاناديوم المعدني الانتقالي (V). تهدف هذه الدراسة إلى تحديد التركيب البلوري ، والتشكل ، وحجم الجسيمات ، والتركيب الأولي للمركبات ، وطاقة فجوة النطاق لمادة الحفاز الضوئي ($x=0.05, 0.1, 0.15, 0.2$) $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$.

استخدمت طريقة توليف مركبات $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0.05, 0.1, 0.15, 0.2$) باستخدام طريقة ذوبان الملح المفرد KCl. تميزت نتائج التوليف بتقنية حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد التركيب البلوري للمنتج ، ومسح التحليل الطيفي المشتت للطاقة بالمجهر الإلكتروني (SEM-EDS) لتحديد التشكل وحجم الجسيمات والتركيب الأولي للمركب ، و التحليل الطيفي للانعكاس المنتشر فوق البنفسجي المرئي (UV-Vis DRS) لحساب طاقة فجوة النطاق. حصلت نتائج الدراسة على عينة حيود توضح أن المركب $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0.05, 0.1, 0.15, 0.2$) قد تم تصنيعه بنجاح وتم العثور على شوائب في شكل روثيل TiO_2 عند $x=0.05, 0.1, 0.15, 0.2$ و $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$ عند $x=0.2$. تُظهر صورة مجهرية SEM لمادة $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ شكلاً يشبه الصفيحة يميل إلى التكتل مع العناصر المكونة في شكل V, Ti, Bi, Ba. يُظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية المرئية (UV-Vis DRS) أن BBT قد قلل من طاقة فجوة النطاق بعد تعاطي المنشطات مع الفاناديوم المعدني الانتقالي V من ٣,٢ إلى ٣,٠٩ eV. يزداد الانخفاض في طاقة فجوة النطاق مع حدوث تحول في الطول الموجي بالقرب من منطقة الضوء المرئي مع زيادة تركيز شوائب.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa berstruktur Aurivillius merupakan senyawa dengan rumus umum $\text{Bi}_2\text{A}_{m-1}\text{B}_m\text{O}_{3m+3}$ dengan m (1, 2, 3, 4...) merupakan bilangan bulat yang menunjukkan jumlah lapis perovskit. Senyawa berstruktur Aurivillius tersusun bergantian oleh lapis bismut $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ dan lapis perovskit $(\text{A}_{m-1}\text{B}_m\text{O}_{3m+3})^{2-}$. Kation A merupakan kation yang berukuran besar seperti Na^+ , Mg^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , dan Bi^{3+} , sedangkan kation B merupakan kation logam transisi yang memiliki ukuran lebih kecil dibandingkan dengan logam kation A dan bermuatan tinggi seperti Ti^{4+} , Nb^{5+} , Ta^{6+} , dan V^{5+} (Aurivillius, 1949). Banyak pihak telah melaporkan sifat-sifat menarik senyawa berstruktur Aurivillius di antaranya adalah feroelektrik, *photoluminescence*, fotokatalis, dan termoelektrik (Lazarevic, dkk., 2005; Yao, dkk., 2003; dan Zhao, dkk., 2014).

$\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) merupakan senyawa berstruktur Aurivillius lapis empat yang dilaporkan memiliki sifat feroelektrik sehingga berpeluang digunakan dalam bidang industri elektronik. Sifat menarik lainnya adalah sifat fotokatalis dari BBT. Qi, dkk. (2019) melaporkan aplikasi BBT sebagai pendegradasi Rhodamin B. BBT mampu mendegradasi larutan Rhodamin B (RhB) sebanyak 15% setelah diradiasi selama 3,5 jam di bawah sinar UV-Vis. Senyawa Aurivillius memiliki kemampuan fotokatalitik yang lebih tinggi dibandingkan senyawa lain karena Aurivillius dikenal sebagai bahan feroelektrik yang dilaporkan dapat menghambat laju rekombinan *elektron-hole* (e^-/h^+) dan mentranspor elektron dari pita valensi ke pita konduksi

dengan lebih mudah karena memiliki konfigurasi logam transisi d^0 (Ti^{4+} , Nb^{5+} , Ta^{5+} , dll.) (Wang, dkk., 2003).

Fotokatalis merupakan suatu kombinasi antara proses fotokimia dan katalis. Proses fotokimia adalah proses sintesis (transformasi) secara kimiawi yang melibatkan cahaya sebagai pemicunya, sedangkan katalis adalah substansi yang dapat mempercepat jalannya reaksi dengan jalan mengubah jalur (mekanisme) reaksi tanpa ikut terkonsumsi pada reaksi tersebut (Ravelli, dkk., 2015). Fotokatalis merupakan salah satu *green technology* yang salah satu manfaatnya adalah untuk mengatasi pencemaran lingkungan zat warna yang akan didekomposisi menjadi senyawa yang lebih sederhana. Beberapa pemanfaatan lain teknologi fotokatalis di antaranya adalah produksi H_2 dengan proses *water splitting*, dan sterilisasi bakteri (Alfaro, dkk., 2010).

Aplikasi BBT sebagai fotokatalis dapat digunakan untuk mengatasi masalah pencemaran lingkungan. Penanganan yang kurang efektif akan memberikan dampak kerusakan terhadap lingkungan dan sekitarnya. Allah SWT berfirman:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً ۖ قَالُوا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَن يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ
الْدِّمَآءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۗ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ ﴿٣٠﴾

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” (QS. al-Baqarah: 30).

Ayat ketiga puluh surat al-Baqarah ini menegaskan bahwa Allah SWT menciptakan manusia dan menjadikannya sebagai *khalifah*. Konsep *khalifah* ini mengandung pengertian bahwa manusia dipilih sebagai wakil Allah yang dapat mempresentasikan dirinya sesuai dengan sifat-sifat Allah. Salah duanya ialah sebagai pemelihara atau penjaga alam, serta harus aktif dan bertanggung jawab untuk menjaga bumi. Artinya, manusia harus menjaga keberlangsungan fungsi bumi sebagai tempat kehidupan makhluk Allah, sekaligus menjaga keberlanjutan kehidupannya. Oleh karena itu, akan tercapai suatu tujuan penciptaan yang dikehendaki-Nya sehingga terjadi keserasian alam semesta. Namun demikian, satu hal yang perlu ditegaskan, bahwa keterjagaan dan kelestarian alam bukan berarti keterjagaannya dalam bentuk statis (tidak berubah), melainkan keterjagaan alam dalam upaya melestarikan sehingga selalu serasi dan seimbang (Setiyawan, 2012). Oleh karena itu, dibutuhkan langkah yang tepat dalam penanganan kerusakan lingkungan sehingga tidak mengakibatkan terganggunya keserasian yang menjadi ciri alam raya sejak diciptakan.

Sebagai material fotokatalis, BBT mempunyai energi celah pita sebesar 3,2 eV (< 400 nm). Dengan energi celah pita sebesar ini, maka pemanfaatan matahari sebagai sumber foton menjadi kurang maksimal dan terbatas pada sinar UV, sedangkan matahari hanya mengandung komponen sinar UV sebanyak 3,5%. Sebaliknya, sinar tampak dan dekat infra merah (NIR) masing-masing menyumbang 48 dan 44% dari spektrum matahari (Xue, dkk., 2018). Oleh karena itu, dibutuhkan strategi untuk menurunkan energi celah pita yang tinggi dari BBT agar pemanfaatannya menjadi lebih luas pada sinar tampak. Strategi yang banyak dilaporkan dapat menurunkan energi celah pita adalah pendopingan logam atau non

logam seperti La, Nd, Fe, Cr, V, Ag, Al, F, Mo, Nb, Ni, Pt, dan Ta (Simoese, dkk., 2008; Hushur, dkk., 2002; Liu, dkk., 2016; Hou, dkk., 2011; dan Gu, dkk., 2016).

Pendopongan logam pada material fotokatalis Aurivillius telah dilaporkan oleh beberapa pihak. Liu, dkk. (2017) melakukan pendopongan logam Fe^{3+} pada material $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ ($\text{Bi}_5\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_{1+x}\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,2; 0,4; 0,6$)) dan dilaporkan bahwa pendopongan Fe mampu menurunkan energi celah pita dari 2,45 ke 1,82 eV (pada $x = 0,6$). Hasil ini berkaitan dengan pembentukan keadaan baru pita konduksi akibat penataan ulang orbital molekul dan distorsi yang diinduksi dalam oktahedra (Ti, Fe) O_6 setelah didoping dengan Fe^{3+} . Agustina, dkk. (2020) mendoping senyawa Aurivillius $\text{Bi}_{14}\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan logam vanadium ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$, dan $0,2$)) dan dilaporkan bahwa logam vanadium dapat menurunkan celah pita dari 2,91 eV (427 nm) ke 1,50 eV (826 nm) pada pendopongan vanadium ($x = 0,2$). Selain pendopongan ion logam atau non-logam, aktivitas fotokatalitik senyawa Aurivillius dapat ditingkatkan dengan penggabungan (kopling) fotokatalis semikonduktor, pengontrolan morfologi untuk mencegah rekombinasi *elektron-hole* (e^-/h^+), penurunan energi celah pita, dan peningkatan mobilitas transpor elektron dari pita valensi (VB) ke pita konduksi (CB) (Daghrir, dkk., 2013 dan Long, dkk., 2020)

Penggunaan logam vanadium sebagai dopan material fotokatalis telah dilaporkan beberapa pihak. Bantawal, dkk. (2020) melakukan pendopongan vanadium pada material SrTiO_3 dan dilaporkan dapat menurunkan energi celah pita. Energi celah pita pada SrTiO_3 terdoping 1,0 mol% vanadium mengalami penurunan dari 3,16 ke 2,54 eV, sedangkan dari uji aktivitas fotokatalitik diperoleh hasil bahwa aktivitas fotokatalis senyawa SrTiO_3 terdoping vanadium lebih tinggi dalam mendegradasi senyawa metilen biru dibandingkan dengan SrTiO_3 murni akibat penurunan energi celah pita. Yang, dkk. (2009) juga melaporkan pendopongan

logam vanadium pada senyawa $K_2La_2Ti_3O_{10}$ ($K_2La_2Ti_{3-x}V_xO_{10}$ ($x= 0,005; 0,01; 0,015; 0,02; 0,025$)) dengan konsentrasi optimum dopan pada 0,015 menghasilkan penurunan energi celah pita dari 4 ke 2,1 eV. Aktivitas fotokatalitik dari senyawa $K_2La_2Ti_{3-x}V_xO_{10}$ mengalami peningkatan dalam proses *water splitting* pada daerah UV sebesar 75% dan daerah sinar tampak sebesar 167%.

Aktivitas fotokatalitik juga dipengaruhi oleh faktor ekstrinsik yang salah satunya adalah morfologi partikel. Menurut Roy, dkk. (2011) dan Zhang, dkk. (2017), morfologi ukuran dan bentuk kristal yang seragam akan membantu dalam transpor elektron dan mencegah rekombinasi e^-/h^+ sehingga akan meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari fotokatalis. Ramana, dkk. (2017) melaporkan pendopongan senyawa $Bi_{14}Ti_3O_{12}$ dengan samarium dan vanadium (SBVT) dengan metode reaksi keadaan padat menghasilkan partikel berbentuk lempengan (*plate-like*) yang seragam tanpa fase sekunder dengan ukuran panjang rata-rata 5 μm dan tebal 0,9 μm . Selain itu, material SBVT secara fotokatalitik mampu mendegradasi nitrogen oksida dan cocok digunakan berulang-ulang (*reusable*).

Metode sintesis yang dilaporkan berhasil untuk menyintesis senyawa Aurivillius adalah metode (a) reaksi keadaan padat (Ferreira, dkk., 2020), (b) metode hidrotermal (Pookmanee, dkk., 2004), (c) metode sol-gel (Kim, dkk., 2003), dan (d) metode lelehan garam (Zhao, dkk., 2014). Metode sintesis yang dilaporkan dapat menghasilkan partikel dengan morfologi yang khas adalah metode lelehan garam. Metode lelehan garam adalah metode sintesis dengan penggunaan lelehan garam yang dicampur ke prekursor pada suhu sintesis yang lebih rendah dibandingkan dengan metode konvensional lainnya. Garam yang paling umum digunakan adalah NaCl, KCl, Na_2SO_4 , dan K_2SO_4 (Kan, dkk., 2003). Metode ini memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan metode lainnya, yaitu (a)

menggunakan suhu yang relatif lebih rendah, (b) meningkatkan laju reaksi, difusi ion dan derajat homogenitas (distribusi konstituen elemen dalam larutan padat), (c) mengontrol ukuran dan bentuk partikel, (d) meminimalisir aglomerasi, (e) menghasilkan produk yang relatif murni, (f) relatif stabil, dan (g) ramah lingkungan (Ke, dkk., 2007; Zuniga, 2018; Porob dan Maggard, 2006; dan Wendari, dkk., 2020).

Sintesis senyawa Aurivillius lapis empat dengan menggunakan metode lelehan garam telah dilaporkan beberapa pihak. Liu, dkk. (2017) melaporkan telah berhasil menyintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Fe^{3+} ($\text{Bi}_4\text{Fe}_x\text{Ti}_{3-x}\text{O}_{12}$ ($x = 0; 0,02; 0,04; 0,06$)) dengan menggunakan metode lelehan garam NaCl-KCl dan menghasilkan morfologi partikel berupa lembaran (*sheet-like*) yang seragam dengan ketebalan rata-rata ~ 45 nm dan panjang sisi ~ 500 - 1000 nm. Li, dkk. (2020) juga berhasil menyintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan $\text{Na}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$ ($\text{Na}_2\text{CO}_3 = 0, 30, 60, \text{ dan } 90 \text{ mol\%}$) dengan menggunakan metode lelehan garam KCl:NaCl (1:1) dan memperoleh morfologi partikel berbentuk *plate-like* yang seragam dengan rata-rata ketebalan $0,76$ - $1\mu\text{m}$ dan panjang 10 - $20\mu\text{m}$ pada Na_2CO_3 (30 mol%).

Berdasarkan kajian di atas maka dalam penelitian ini dilakukan sintesis dan karakterisasi senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ terdoping vanadium ($\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$)) dengan menggunakan metode lelehan garam KCl. Sampel yang diperoleh akan dikarakterisasi dengan teknik: (a) *X-ray diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristal produk, (b) *scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy* (SEM-EDS) untuk menentukan morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur senyawa, serta (c) *Ultraviolet-Visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS) untuk menghitung energi celah pita.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana fasa dan struktur kristal, morfologi, ukuran partikel, komposisi unsur senyawa, dan energi celah pita dari material fotokatalis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$) yang disintesis dengan metode lelehan garam KCl?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui fasa dan struktur kristal, morfologi, ukuran partikel, komposisi unsur senyawa, dan energi celah pita dari material fotokatalis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$) yang disintesis dengan metode lelehan garam KCl.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

- a. Sintesis senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ yang didoping vanadium dengan menggunakan metode lelehan garam dengan rasio $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}/\text{KCl}$ 1:7.
- b. Suhu dan waktu sintesis yang diperlukan ialah 780 dan 820°C masing-masing selama 8 jam.

1.5 Manfaat Penelitian

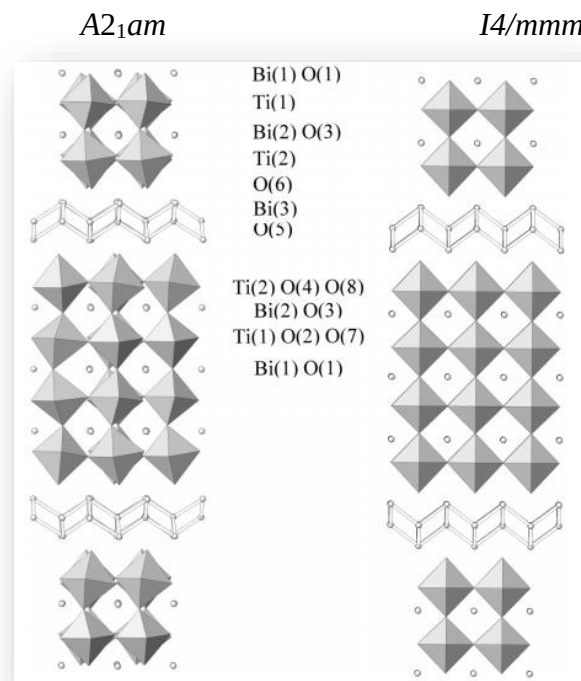
Penelitian ini akan memberikan informasi mengenai struktur kristal, morfologi, ukuran partikel, komposisi unsur, dan energi celah pita senyawa Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$), serta pengaruhnya terhadap aktivitas fotokatalitik yang disintesis dengan metode lelehan garam.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Aurivillius Lapis Empat ($\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$)

Senyawa Aurivillius mempunyai rumus molekul $\text{Bi}_2A_{m-1}B_m\text{O}_{3m+3}$ yang tersusun atas lapis perovskit $(A_{m-1}B_m\text{O}_{3m+1})^{2-}$ dan lapis $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$, dengan A adalah kation logam besar monovalen, divalen, atau trivalen dan kation B adalah kation logam kecil tetravalen, pentavalen, atau heksavalen (Chakrabakti, dkk., 2009; dan Almeida, dkk., 2018). $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) merupakan salah satu senyawa Aurivillius lapis 4 dan dilaporkan memiliki struktur ortorombik dengan grup ruang $A2_1am$ pada suhu rendah dan tetragonal pada suhu tinggi dengan grup ruang $I4/mmm$ (Rao, 1995; dan Tellier, dkk., 2004). Struktur senyawa BBT ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur kristal $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (Tellier, dkk., 2004)

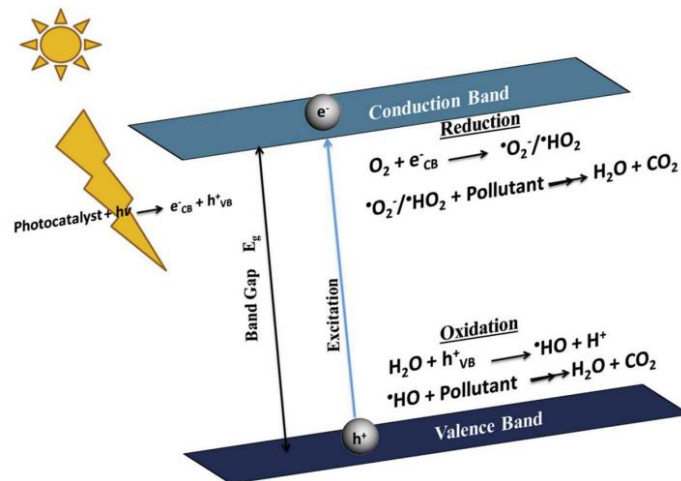
Senyawa BBT dilaporkan memiliki sifat yang menarik yaitu sifat dielektrik, piezoelektrik, feroelektrik, dan fotokatalitik (Lazarevic, dkk., 2009). Berdasarkan sifat-sifat ini, material BBT memiliki aplikasi yang cukup luas di antaranya adalah sebagai fotokatalis, sensor, akuator, *ferroelectric random acces memories* (FeRAMs), dan beberapa fungsi elektronik lainnya (Khokar, dkk., 2013; dan Murugan, dkk., 2006). Sifat fotokatalitik BBT cukup menjanjikan dalam aplikasi beberapa bidang, seperti produksi H_2 melalui proses *water splitting* (fotolisis air), produksi CH_4 melalui reduksi CO_2 , fotodekomposisi atau fotooksidasi zat berbahaya, fotosintesis buatan, superhidrofilisitas fotoinduksi, dan sebagainya (Tong, dkk., 2012).

2.2 Senyawa $BaBi_4Ti_4O_{15}$ (BBT) sebagai Fotokatalis

Fotokatalis merupakan perpaduan antara fotokimia dan katalis. Proses reaksi fotokimia melibatkan suatu cahaya (foton). Fotokatalisis sendiri adalah suatu proses yang dibantu oleh adanya cahaya dan material katalis. Katalis adalah suatu zat yang memengaruhi proses laju reaksi tanpa ikut berubah secara kimia. Katalis dapat mempercepat fotoreaksi melalui interaksinya dengan substrat baik keadaan dasar maupun tereksitasi atau dengan fotoproduk utamanya, tergantung pada mekanisme fotoreaksi tersebut (Serpone dan Emeline, 2002).

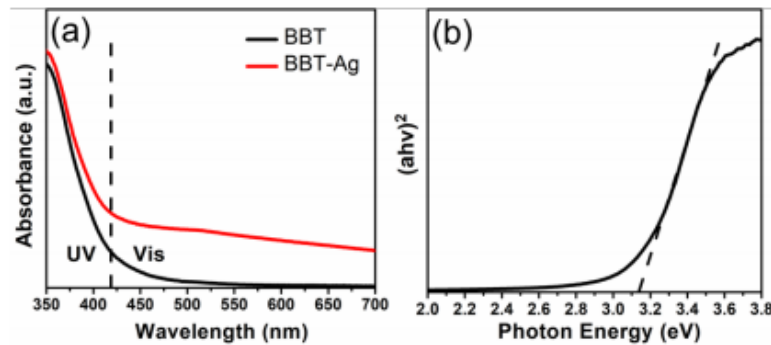
Proses fotokatalitik material semokinduktor yaitu cahaya foton yang mempunyai energi lebih besar dari energi celah pita mengenai bahan semikonduktor, maka elektron (e^-) dalam pita valensi (VB) akan tereksitasi ke pita konduksi (CB) dan dihasilkan *hole* (h^+) pada VB. Proses generasi pasangan e^-/h^+ ini disebut fotoeksitasi. Elektron pada CB pindah ke permukaan katalis dan

berpartisipasi dalam reaksi reduksi, sedangkan *hole* pada VB berdifusi ke permukaan fotokatalis dan terlibat dalam reaksi oksidasi (Pawar, dkk., 2018). Proses mekanisme reaksi fotodegradasi senyawa polutan organik oleh fotokatalis ditampilkan pada Gambar 2.2.

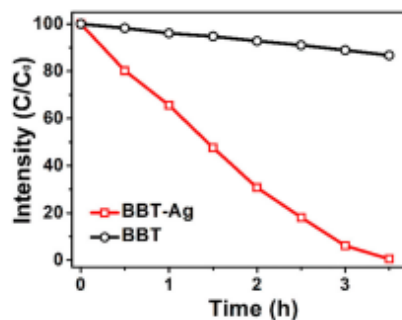


Gambar 2.2 Proses mekanisme reaksi fotokatalitik degradasi senyawa polutan organik (Ganguly, dkk., 2018)

Senyawa fotokatalis BBT dilaporkan memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV atau setara dengan cahaya UV berpanjang gelombang (388 nm). Data spektrum dari pengukuran dengan menggunakan UV-Vis DRS ditampilkan pada Gambar 2.3 (Qi, dkk., 2019). Transisi elektronik pada pita energi BBT melibatkan elektron pada VB yang berasal dari hibridisasi orbital O 2p dan Bi 6s², sedangkan CB ada pada orbital *d* pada logam yang menempati situs *B* (Ti) (Murugesan, 2010). Aktivitas fotokatalitik BBT dilaporkan dari uji fotodegradasi Rhodamin B (RhB) yang dilaporkan mempunyai kemampuan mendegradasi sebesar 15% oleh BBT murni dan 100% oleh BBT-Ag di bawah radiasi sinar UV-Vis selama 3,5 jam. Grafik kemampuan degradasi RhB oleh BBT murni dan BBT-Ag ditampilkan pada Gambar 2.4 (Qi, dkk., 2019).



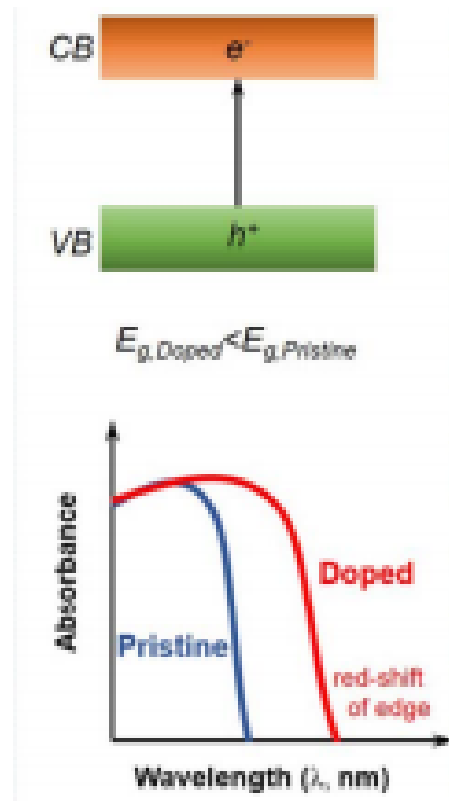
Gambar 2.3 (a) Spektrum absorpsi UV-Vis serbuk BBT, dan (b) plot-Tauc BBT dalam penentuan energi celah pita (Qi, dkk., 2019)



Gambar 2.4 Kemampuan degradasi RhB oleh serbuk BBT murni dan BBT-Ag (Qi, dkk., 2019)

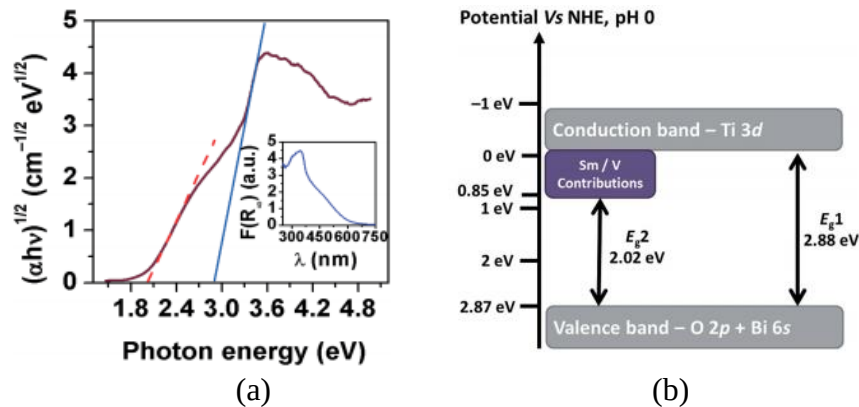
2.3 Pendopongan Logam pada Senyawa Fotokatalis Aurivillius

Pendopongan adalah proses penambahan sejumlah kecil logam atau oksida pada senyawa semikonduktor (Zhou, dkk., 2018 dan Khalidi, dkk., 2017). Pendopongan dapat meningkatkan reaksi fotokatalitik dengan cara: (a) memodifikasi celah pita fotokatalis untuk menghindari rekombinasi pembawa muatan dan (b) memunculkan tingkat energi baru dari unsur dopan dengan energi celah yang lebih rendah (Wang, dkk., 2014). Syarat logam yang dapat dijadikan sebagai dopan pada senyawa BBT ialah harus memiliki ukuran dan muatan yang relatif sama dengan logam yang akan disubstitusi (Wu, dkk., 2015). Grafik pergeseran energi celah pita suatu senyawa ke arah sinar berpanjang gelombang tampak sebagai akibat pendopongan ditampilkan pada Gambar 2.5.

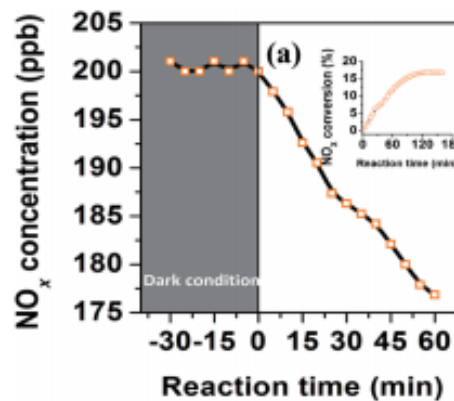


Gambar 2.5 Pergeseran fungsi kerja senyawa yang didoping ke daerah cahaya tampak (Li dan Wu, 2015)

Pendopingan pada senyawa fotokatalis Aurivillius telah dilaporkan beberapa pihak. Ramana, dkk. (2017) melaporkan bahwa pendopingan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan logam samarium dan vanadium berhasil menurunkan energi celah pita dari 2,88 menjadi 2,02 eV. Hasil ini disebabkan oleh terbentuknya tingkat energi baru oleh samarium dan vanadium sebagai dopan dengan pembentukan sub pita baru akibat doping yang ditampilkan pada Gambar 2.6. Ramana, dkk. (2017) juga melaporkan bahwa Senyawa SBVT berhasil mendegradasi senyawa NO_x sebanyak 12% dibawah radiasi cahaya tampak selama 60 menit dan sebanyak 17% selama 120 menit. Data hasil eksperimennya ditampilkan pada Gambar 2.7.



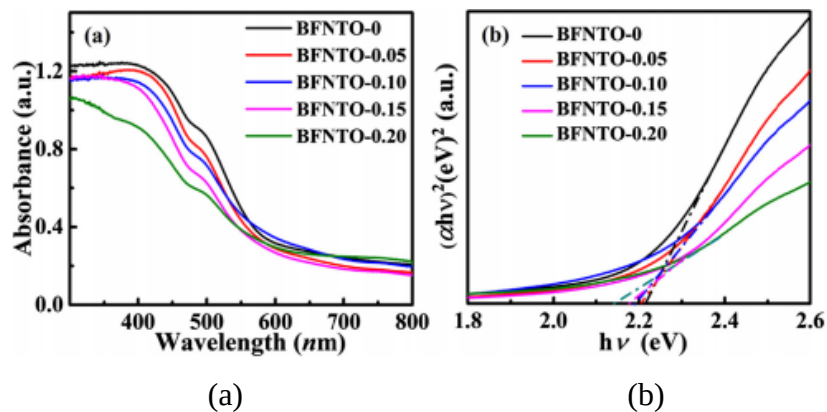
Gambar 2.6 (a) Plot-Tauc spektrum UV-Vis DRS serbuk BIT, dan (b) ilustrasi celah pita senyawa SBVT (Ramana, dkk., 2017)



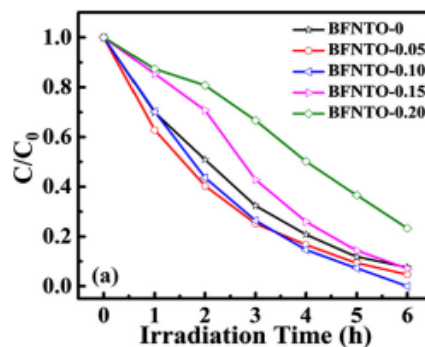
Gambar 2.7 Hasil fotodegradasi senyawa polutan NO_x menggunakan fotokatalis SBVT (Ramana, dkk., 2017)

Sun, dkk. (2019) melaporkan pendopingan Ni pada kation B senyawa $\text{Bi}_5\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$ ($\text{Bi}_5\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Ti}_3\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$)) dan menghasilkan penurunan energi celah pita dari 2,21 eV (BFTO murni) menjadi: (a) 2,20 eV dengan $x = 0,005$ (BFNTO-0,05); (b) 2,19 eV dengan $x = 0,10$ (BFNTO-0,10); (c) 2,17 eV dengan $x = 0,15$ (BFNTO-0,15) dan (d) 2,14 dengan $x = 0,20$ (BFNTO-0,20). Penurunan energi celah pita mengakibatkan senyawa tersebut dapat aktif pada daerah cahaya tampak yang disebabkan oleh terbentuknya pita konduksi baru oleh campuran orbital Ni-3d dan Ti-3d. Penurunan energi celah pita yang ditunjukkan dari data spektrum DRS ditampilkan pada Gambar 2.8. Aktivitas fotokatalitik dari

BFNTO- x diuji dengan fotodegradasi Rhodamin B (RhB) dan diperoleh degradasi RhB sebanyak 92,4% selama 6 jam oleh BFNTO murni, 95,3% oleh BFNTO-0,05, 100% oleh BFNTO-0,10, 92,9% oleh BFNTO-0,15, dan 76,7% oleh BFNTO-0,20 (Sun, dkk., 2019). Hasil fotodegradasi senyawa RhB oleh BFNTO- x ditampilkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.8 (a) Spektra UV-Vis DRS, dan (b) plot-Tauc spektra UV-Vis DRS senyawa BFNTO- x ($x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$) (Sun, dkk., 2019)

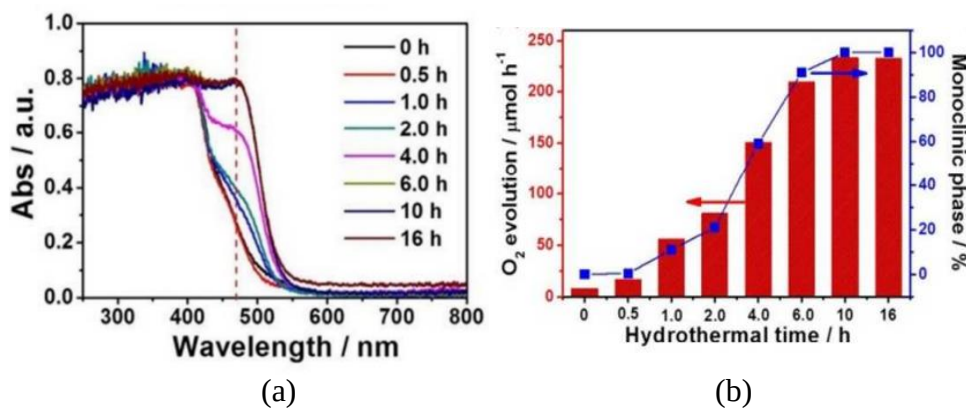


Gambar 2.9 Hasil fotodegradasi senyawa RhB oleh BFNTO- x ($x = 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20$) (Sun, dkk., 2019)

2.4 Pengaruh Morfologi pada Aktivitas Fotokatalitik

Salah satu faktor ekstrinsik yang memengaruhi aktivitas fotokatalitik adalah morfologi partikel. Morfologi partikel terbukti menjadi faktor penting dalam proses fotokimiawi fotokatalis, seperti penyerapan cahaya, pemisahan muatan, dan reaksi

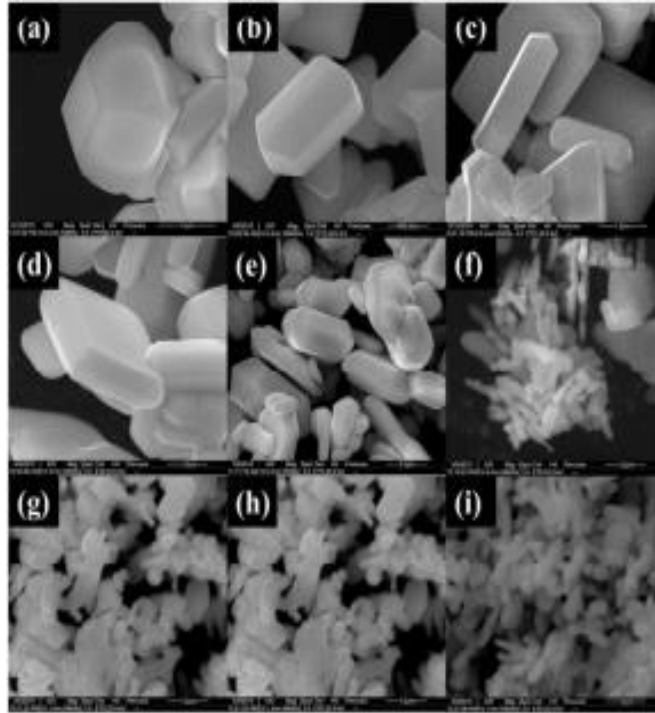
katalitik pada permukaan fotokatalis. Material berstruktur nano dengan ukuran kristal < 20 nm dilaporkan lebih efektif dijadikan sebagai bahan fotokatalis. Zhao, dkk. (2017) melaporkan uji aktivitas fotokatalitik senyawa BiVO_4 menggunakan reaksi oksidasi air di bawah sinar tampak ($\lambda \geq 420$ nm). BiVO_4 yang memiliki morfologi berbentuk mikrosfer dengan permukaan kasar dapat mengoksidasi air sebesar $< 10\%$, sedangkan BiVO_4 yang memiliki morfologi berbentuk dekahedron homogen dapat mengoksidasi air sebesar 30% . Aktivitas fotokatalitik dari partikel BiVO_4 dapat dilihat pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 (a) Spektra DRS senyawa BiVO_4 , dan (b) kemampuan oksidasi air oleh BiVO_4 dengan variasi waktu hidrotomal yang berbeda (Zhao, dkk., 2017)

Selain itu, Zhao, dkk. (2017) juga berhasil membandingkan aktivitas fotokatalitik antara BiVO_4 dengan morfologi berbentuk dekahedron homogen dan batang pendek. Uji aktivitas fotokatalitik juga dilakukan dengan uji reaksi oksidasi di bawah sinar tampak ($\lambda \geq 420$ nm) dan dihasilkan BiVO_4 berbentuk dekahedron homogen dapat mengoksidasi air lebih baik dibandingkan bentuk batang pendek (Zhao, dkk., 2017). Hasil ini menunjukkan bahwa BiVO_4 berbentuk dekahedron homogen memiliki kestabilan aktivitas fotokatalitik lebih baik dibandingkan BiVO_4

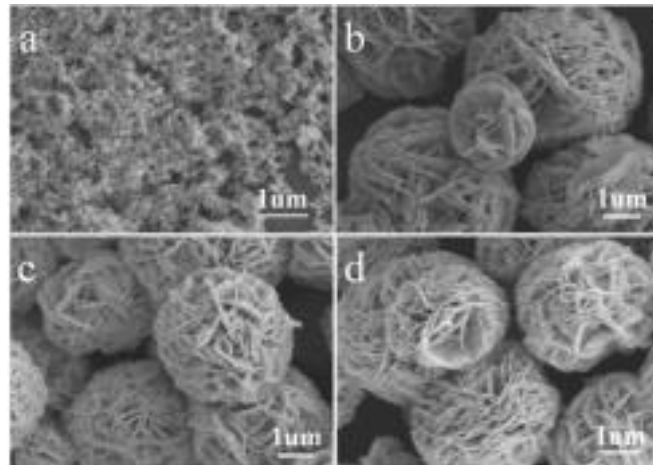
yang berbentuk mikrosfer maupun batang pendek. Gambar morfologi dari partikel BiVO_4 dengan ditampilkan pada Gambar 2.11.



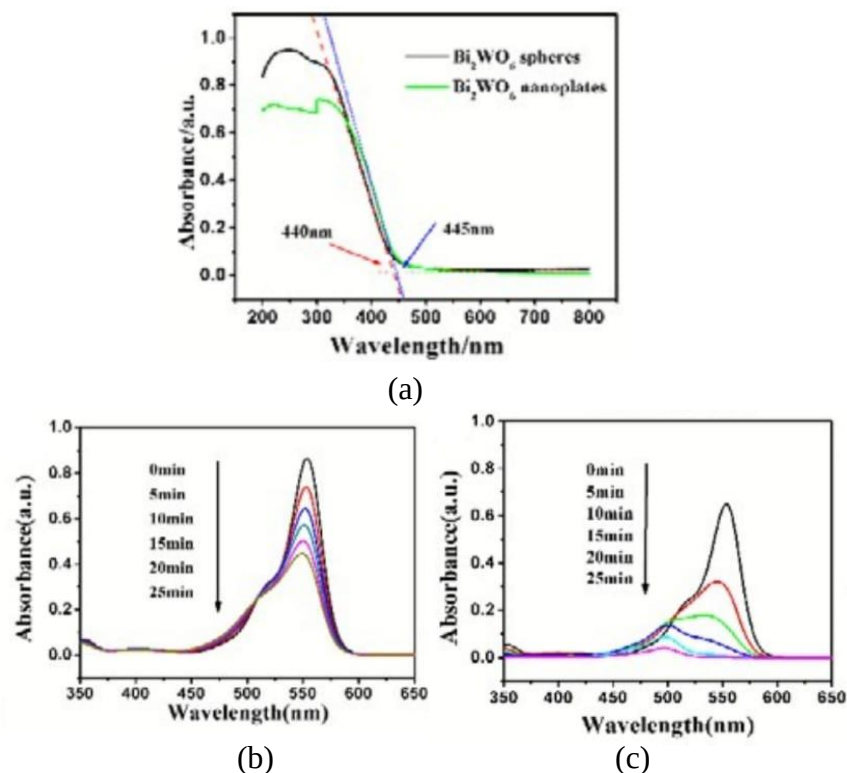
Gambar 2.11 Gambar SEM partikel BiVO_4 berbentuk dekahedron homogen dan batang pendek (Zhao, dkk., 2017)

Jiang, dkk. (2019) melaporkan uji aktivitas fotokatalitik dari senyawa Bi_2WO_6 dengan morfologi berbeda yang ditampilkan pada Gambar 2.12. Aktivitas fotokatalitik tersebut diuji dengan degradasi Rhodamin B (RhB) dibawah radiasi sinar tampak. Kristal tunggal Bi_2WO_6 berbentuk *nanoplate* berhasil mendegradasi RhB sebesar 46% selama 25 menit sedangkan Bi_2WO_6 *flower-like* hampir 100% dapat mendegradasi larutan RhB dengan sempurna. Artinya, walaupun keduanya sama-sama aktif dibawah sinar tampak (445 nm dengan energi celah pita 2,57 eV untuk Bi_2WO_6 *nanoplate* dan 440 nm dengan energi celah pita 2,50 eV untuk Bi_2WO_6 *flower-like*), tetapi karena keduanya memiliki morfologi dan keseragaman bentuk partikel yang berbeda menyebabkan aktivitas fotokatalitiknya juga berbeda

(Jiang, dkk., 2019). Aktivitas fotokatalitik dari kristal tunggal Bi_2WO_6 *nanoplate* dan Bi_2WO_6 *flower-like* ditampilkan pada Gambar 2.13.



Gambar 2.12 Gambar SEM partikel Bi_2WO_6 dengan variasi waktu kalsinasi hidrotermal pada suhu 200°C : (a) 0,5; (b) 1; (c) 3; dan (d) 6 jam (Jiang, dkk., 2019)



Gambar 2.13 (a) Spektra DRS kristal tunggal Bi_2WO_6 *nanoplate* dan Bi_2WO_6 *flower-like*, (b) kemampuan fotodegradasi larutan RhB oleh kristal tunggal Bi_2WO_6 *nanoplate*, dan (c) kemampuan fotodegradasi larutan RhB oleh Bi_2WO_6 *flower-like* (Jiang, dkk., 2019)

2.5 Metode Sintesis dengan Lelehan Garam

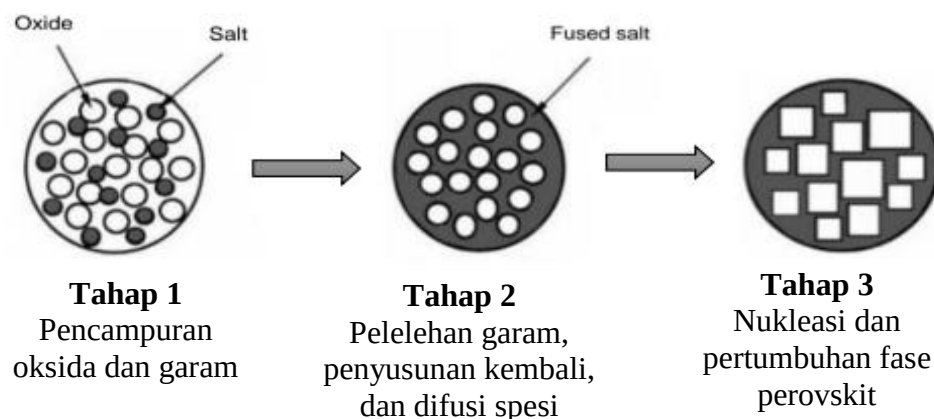
Metode lelehan garam (MSS) adalah salah satu metode preparasi serbuk keramik, yang melibatkan penggunaan lelehan garam sebagai media preparasi. Garam dengan titik leleh rendah ditambahkan ke dalam reaktan dan dipanaskan sampai melebihi titik leleh garam. Lelehan garam ini digunakan sebagai pelarut (Sikalidis, 2011).

MSS merupakan salah satu teknis yang memiliki banyak kelebihan di antaranya, sederhana, ramah lingkungan, ekonomis, serbaguna, suhu pembentukan produk yang rendah, dan partikel produk yang seragam. Metode sintesis lelehan garam ini dapat digunakan untuk membuat nanomaterial berkualitas tinggi karena berbagai sifat yang menguntungkan dari lelehan garam, seperti non-toksisitas, ekonomis, tekanan uap rendah, mudah didapat, kapasitas panas tinggi, jangkauan elektrokimia yang besar, serta konduktivitas ionik tinggi (Mao, dkk., 2007; Mao, dkk., 2009; Zuniga, dkk., 2018; Lou, dkk., 2014; dan Pleckova & Seddon, 2008). MSS telah banyak dilaporkan untuk menyintesis nanomaterial kompleks, seperti logam borida (Gouget, dkk., 2017), nanokomposit berbasis boron (Grosjean, dkk., 2018), grafit (Chen, dkk., 2017), oksida logam 2D (Hu, dkk., 2017), doping ion logam (Peng, dkk., 2016), doping non logam (Jin, dkk., 2015), dan lain-lain.

Pada Gambar 2.14 ditampilkan metode sintesis dengan lelehan garam yang umumnya memiliki tiga tahapan sintesis, yaitu (Gupta dan Mao, 2020):

- a) Pencampuran prekursor dengan garam (misalnya: NaNO_3 , KNO_3 , NaCl dan KCl) atau dengan campuran garam eutektik (misalnya: NaCl-KCl , NaOH-KOH , dan $\text{NaNO}_3\text{-KNO}_3$).

- b) Pemanasan prekursor dengan campuran garam di atas suhu leleh garam untuk membentuk fluks cair. Pada tahap ini, beberapa proses fisik terjadi di dalam lelehan garam, seperti dispersi seragam molekul prekursor, disosiasi, penataan ulang, dan difusi.
- c) Nukleasi dan pertumbuhan partikel produk yang dimulai dengan proses pengendapan larutan. Pertumbuhan partikel mungkin diatur oleh pematangan Ostwald. Partikel yang jauh lebih kecil akan larut ke dalam lelehan garam untuk membentuk partikel yang lebih besar. Suhu dan waktu pemanasan memainkan peran penting dalam mengontrol karakteristik produk akhir. Produk didinginkan dan dicuci menggunakan air untuk menghilangkan garam dari produk, kemudian dikeringkan di dalam oven.



Gambar 2.14 Skema proses sintesis oksida perovskit dengan metode lelehan garam (Xue, dkk., 2018)

Faktor-faktor yang dapat memengaruhi terhadap hasil sintesis senyawa Aurivillius dengan metode lelehan garam, di antaranya (Zhou, dkk., 2007):

a) Jenis Garam

Jenis garam yang digunakan selama proses sintesis akan memengaruhi terhadap morfologi dan ukuran partikel dari produk yang dihasilkan karena perbedaan

ukuran anion garam dan kelarutan oksida penyusun dalam fluks garam (He, dkk., 2014). Garam yang digunakan harus tidak bereaksi dengan bahan dasar atau produk, larut dalam air agar mudah dipisahkan, dan memiliki titik leleh yang rendah.

b) Suhu Pemanasan

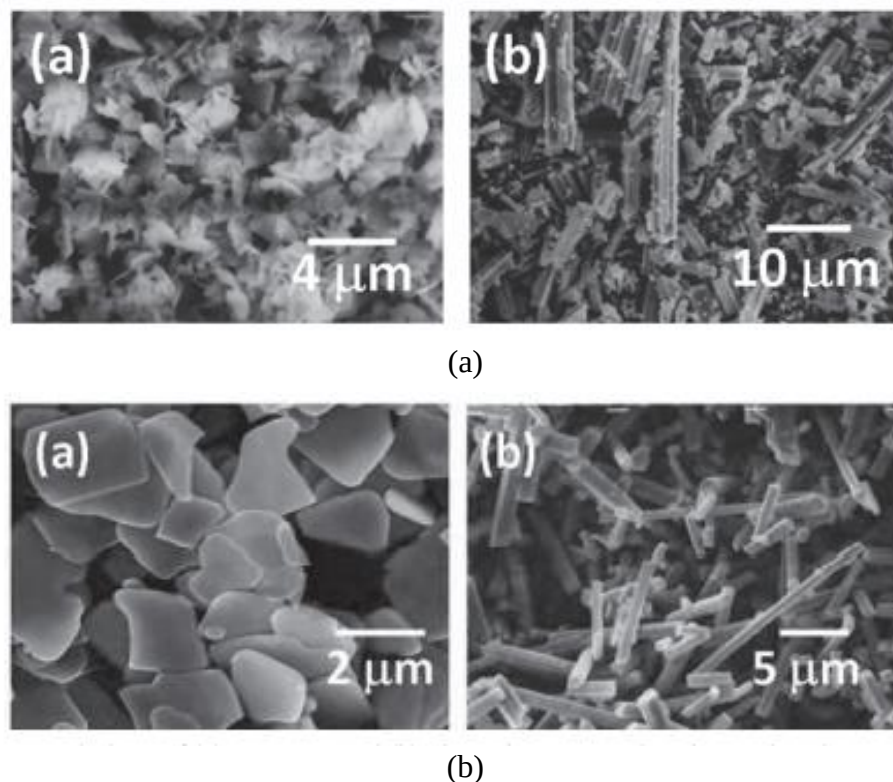
Selain jenis garam, suhu sintering juga berpengaruh terhadap morfologi kristal. Semakin tinggi suhu pemanasan, ukuran kristal yang dihasilkan juga relatif semakin besar. Hal ini disebabkan oleh partikel akan menurunkan energi permukaan pada saat suhu tinggi sehingga kualitas partikel yang terbentuk akan semakin baik.

c) Laju penurunan suhu sintering

Faktor ini sangat memengaruhi ukuran dan morfologi partikel kristal yang dihasilkan sebagai produk akhir. Semakin kecil laju penurunan suhu sintering, ukuran kristal relatif semakin besar. Selain itu, juga memengaruhi terhadap ketebalan dan rasio diameter kristal. Laju penurunan suhu yang lambat akan mencegah pendinginan secara mendadak pada lelehan sehingga mencegah proses nukleasi spontan.

MSS menghasilkan variasi morfologi produk akhir yang berbeda-beda, tergantung pada komposisi kimia dan kondisi reaksi. Pada tahap reaksi dapat diperoleh dua jenis partikel, yaitu produk partikel yang dibentuk oleh proses pelarutan-pengendapan dan pelarutan-difusi. Kimura dan Yamaguchi (1983) melaporkan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan $\text{KPb}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$ menggunakan metode lelehan garam dan menghasilkan morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan $\text{KPb}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$ pada tahap pelarutan-pengendapan masing-masing berbentuk agregat *plate-like* (seperti piring)

dan agregat *needle-like* (seperti jarum). Setelah tahap pelarutan-difusi, bentuk partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ berubah dari agregat *plate-like* menjadi *plate-like* diskrit, sedangkan $\text{KPb}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$ tidak mengalami perubahan karena permukaan partikelnya memiliki banyak segi sehingga diperlukan rute sintesis yang berbeda. Artinya, morfologi partikel produk yang dihasilkan dipengaruhi oleh komposisi kimia dan juga kondisi reaksi yang diberikan. Morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan $\text{KPb}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$ dapat dilihat pada Gambar 2.15.



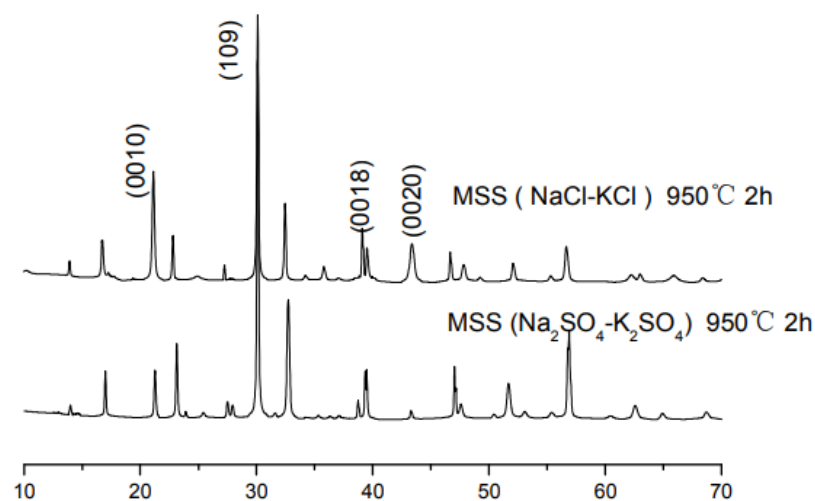
Gambar 2.15 Morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan $\text{KPb}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$: (a) pelarutan-pengendapan (*reaction stage*), dan (b) pelarutan-difusi (*particle growth stage*) (Kimura dan Yamaguchi, 1983)

2.6 Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) dengan Metode Lelehan Garam

Metode sintesis lelehan garam merupakan salah satu metode pembuatan serbuk keramik yang melibatkan penggunaan lelehan garam sebagai pelarut dan

media untuk mempersiapkan oksida kompleks. Adapun fungsi lelehan garam dalam sintesis ini ialah untuk (1) meningkatkan laju reaksi dan menurunkan suhu reaksi; (2) meningkatkan derajat homogenitas (distribusi konstituen elemen dalam larutan padat); (3) mengontrol bentuk dan ukuran partikel; dan (4) mengontrol keadaan aglomerasi (Kimura, 2011).

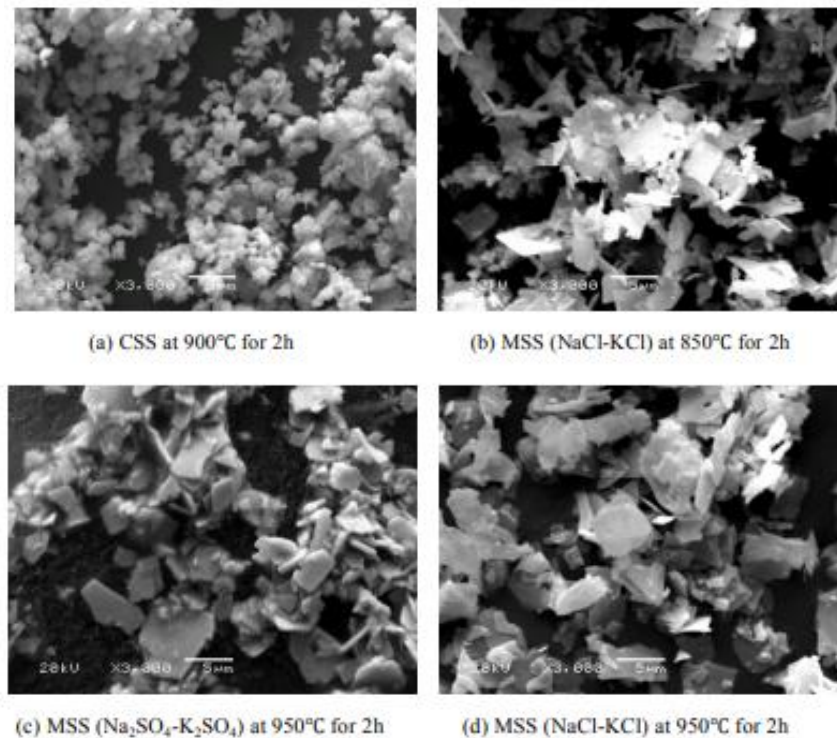
Huang, dkk. (2011) menyintesis senyawa Aurivillius BBT dengan metode lelehan garam fluks NaCl-KCl dan $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$ masing-masing pada suhu 850°C . Data pola sinar-X (XRD) sampel menunjukkan bahwa senyawa BBT berhasil disintesis dan tidak ditemukan pengotor. Pola difraksi XRD senyawa BBT hasil sintesis dengan metode lelehan garam NaCl-KCl dan $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$ disajikan pada Gambar 2.16.



Gambar 2.16 Difraktogram senyawa BBT metode lelehan garam fluks NaCl-KCl dan $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$ (Huang, dkk., 2011)

Gambar SEM senyawa BBT menunjukkan bahwa senyawa BBT yang disintesis dengan MSS mempunyai morfologi berbentuk *flake* atau *plate-like* yang homogen, sedangkan senyawa BBT yang disintesis dengan metode reaksi padat

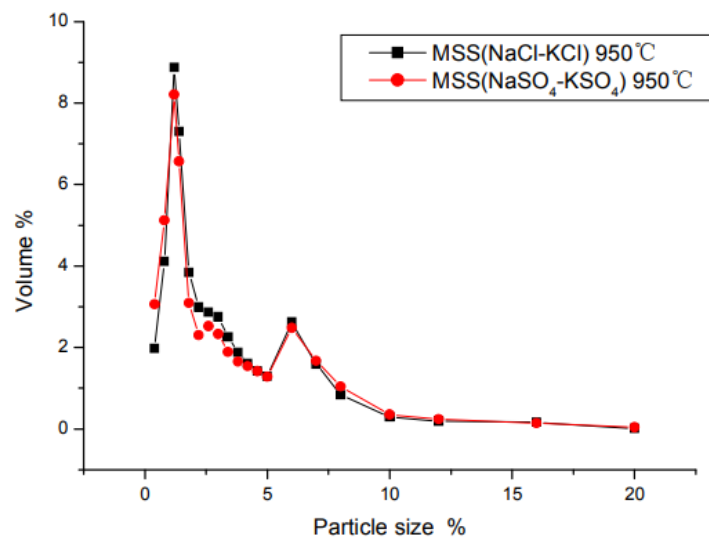
(CSS) memiliki morfologi berbentuk bulat teraglomerasi (Huang, dkk., 2011). Bentuk partikel BBT yang disintesis dengan MSS dan CSS ditampilkan pada Gambar 2.17.



Gambar 2.17 Morfologi partikel BBT dari hasil metode sintesis yang berbeda: (a) CSS pada suhu 900°C/2 jam, (b) MSS (NaCl-KCl) pada suhu 850°C/2 jam, (c) MSS (Na₂SO₄-K₂SO₄) pada suhu 950°C/2 jam, dan (d) MSS (NaCl-KCl) pada suhu 950°C/2 jam (Huang, dkk., 2011)

Selain metode sintesis, jenis garam yang digunakan dalam metode MSS juga dilaporkan memengaruhi morfologi partikel produk akhir yang dihasilkan. Sintesis BBT dengan media garam klorida menghasilkan morfologi partikel berbentuk *plate-like* dengan ukuran sebesar 4,07μm, sedangkan BBT yang menggunakan media garam sulfat menghasilkan partikel berbentuk *plate-like* dengan ukuran sebesar 3,98μm. Hal itu disebabkan oleh perbedaan ukuran anion garam, kelarutan oksida penyusun di dalam media garam, dan laju transportasi massa BBT pada masing-

masing media garam tersebut (Huang, dkk., 2011). Distribusi ukuran partikel BBT metode MSS menggunakan spesi garam yang berbeda ditampilkan pada Gambar 2.18.



Gambar 2.18 Distribusi ukuran partikel BBT metode MSS dengan spesi garam berbeda (Huang, dkk., 2011)

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada Bulan Agustus-September 2021 di Laboratorium Kimia Fisika Edukasi, Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini di antaranya adalah seperangkat alat gelas, *mortar agate*, tanur, neraca analitik, krus alumina, pipet tetes, oven, aluminium foil, *ultrasonic cleaning bath* (Branson Ultrasonics model b3510-MT), XRD (Philips Xpert MPD), seperangkat alat SEM-EDS, dan UV-Vis DRS.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Bi_2O_3 (Aldrich, serbuk 99,9%), BaCO_3 (Aldrich, serbuk 99,9%), TiO_2 (Aldrich, serbuk 99,9%), V_2O_5 (Aldrich, serbuk 99,9%), KCl (Aldrich, serbuk 99,9%), AgNO_3 (Aldrich, larutan 2,5%), aseton dan aquades.

3.3. Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

a. Tahap preparasi sampel

Proses penelitian ini diawali dengan pengadaan bahan dan alat, perhitungan jumlah prekursor, penggilingan (*grinding*) prekursor, serta proses homogenasi.

b. Tahap sintesis BBT dengan metode lelehan garam

Sampel akan dikalsinasi pada suhu di atas titik leleh KCl (760°C) yaitu pada suhu 780 dan 820°C masing-masing selama 8 jam.

c. Tahap karakterisasi

Sampel yang diperoleh akan dikarakterisasi dengan menggunakan (a) XRD untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristal produk, (b) SEM-EDS untuk menentukan morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur senyawa, dan (c) UV-Vis DRS untuk menghitung energi celah pita.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Bahan

Sintesis senyawa Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{T}_{14-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dengan metode sintesis lelehan garam KCl memiliki target produk sebanyak 3 gram. Setiap prekursor ditimbang sesuai dengan perhitungan stokiometri reaksi yang perhitungannya ditampilkan pada Lampiran 2. Hasil perhitungan kebutuhan prekursor dan garam dirangkum pada Tabel 3.1. Prekursor yang telah disiapkan selanjutnya digerus dalam *mortare agate* selama 1 jam dan ditambahkan aseton untuk menghomogenkan sampel.

Tabel 3.1 Massa tiap-tiap bahan prekursor untuk mendapatkan senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15$)

Target senyawa	Massa target (gram)	Massa pereaksi (gram)				
		BaCO_3	Bi_2O_3	TiO_2	V_2O_5	KCl
$\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$	3	0,4215	1,9904	0,6824	-	1,1139
$\text{BaBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{15}$	3	0,4214	1,9902	0,6738	0,0097	1,1138
$\text{BaBi}_4\text{Ti}_{3,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{15}$	3	0,4130	1,9898	0,6651	0,0195	1,1137
$\text{BaBi}_4\text{Ti}_{3,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{15}$	3	0,4128	1,9897	0,6565	0,0291	1,1135

3.4.2 Sintesis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ dengan Metode Lelehan Garam

Sampel yang telah digerus selanjutnya dipindahkan ke krusibel alumina dan dimasukkan ke dalam tanur untuk dikalsinasi pertama pada suhu 780°C selama 8 jam. Setelah itu, dikalsinasi kembali pada 820°C selama 8 jam. Sampel dikeluarkan dari tanur dan didinginkan pada suhu ruang, lalu dicuci dengan air hangat berulang kali untuk menghilangkan garam alkali. Kandungan garam pada produk dapat dianalisis dengan menggunakan tetesan AgNO_3 pada filtrat. Jika terbentuk endapan putih mengindikasikan masih terdapat garam pada filtrat, sehingga pencucian dilanjutkan sampai kadar garam benar-benar hilang. Setelah kadar garam hilang, kemudian produk dioven pada suhu 80°C selama 2 jam.

3.4.3 Karakterisasi Sampel Produk $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$

a. Karakterisasi dan Analisis dengan Teknik XRD

Sampel sebanyak kurang lebih 0,5 g ditempatkan pada sampel *holder*. Pengukuran dilakukan pada suhu kamar menggunakan XRD dengan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ pada 40 kV dan 15 mA pada rentang $2\theta = 10-70^\circ$.

b. Karakterisasi dan Analisis dengan Teknik SEM-EDS

Sampel sebanyak 50 mg ditempatkan pada sampel *holder* dan diratakan, kemudian ditempatkan pada instrumen dan dilakukan analisa menggunakan perbesaran 7000 dan 15.000x.

c. Karakterisasi dan Analisis dengan Teknik UV-Vis DRS

Karakterisasi UV-Vis DRS menggunakan spektrometer Thermo Evolution 220. Serbuk sampel yang dikarakterisasi ditempatkan pada sampel *holder*, kemudian diukur reflektansinya pada rentang panjang gelombang 200-800 nm.

3.4.4. Analisis Data

a. Analisis Data XRD

Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan XRD merupakan pola difraksi sinar-X yang selanjutnya dibandingkan dengan standar BBT yang terdapat pada database *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS).

b. Analisis Data SEM-EDS

Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi SEM-EDS berupa gambar morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur-unsur penyusun senyawa BBT. Gambar tersebut diolah menggunakan perangkat lunak *image-J*.

c. Analisis Data UV-Vis DRS

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

$$(F(R)hv) = k(hv - E_g)^n \dots\dots\dots (3.1)$$

Dengan $F(R)$ adalah faktor Kubelka-Munk, k , E_g dan hv masing-masing merupakan konstanta proporsionalitas, celah pita dan foton yang datang. Eksponen ‘ n ’ tergantung pada transisi, di mana $n = \frac{1}{2}$, 2, $\frac{3}{2}$, dan 3 untuk transisi langsung yang diizinkan, tidak langsung yang diizinkan, langsung yang dilarang, dan tidak langsung yang dilarang (Rahmawati, dkk., 2017). Nilai energi celah pita ditentukan dari membuat plot antara energi foton (hv) (sebagai sumbu x) dan $(F(R).hv)^{1/2}$ (sebagai sumbu y). Energi foton (hv) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana $hv = hc/\lambda$ dengan c adalah tetapan cahaya dan h adalah konstanta plank. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai x ($hv =$ energi celah pita) ketika $y=0$.

BAB IV

PEMBAHASAN

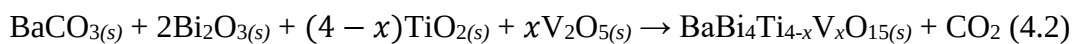
Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) yang terdiri dari 3 tahap, di antaranya: (1) sintesis senyawa Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dengan menggunakan metode lelehan garam KCl pada suhu pemanasan 780 dan 820°C masing-masing 8 jam, (2) karakterisasi sampel yang diperoleh menggunakan XRD, SEM-EDS, dan UV-Vis DRS, serta (3) analisis senyawa hasil sintesis menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristal, SEM-EDS untuk mengetahui morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur senyawa hasil sintesis, dan UV-Vis DRS untuk menentukan energi celah pita.

4.1 Sintesis Senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dengan Metode Lelehan Garam

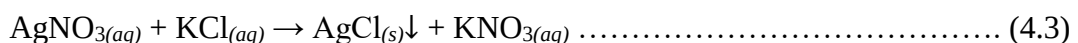
Sintesis senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dilakukan dengan metode lelehan garam tunggal KCl. Lelehan garam banyak digunakan sebagai media reaksi kimia yang efektif untuk menghasilkan lingkungan cair bersuhu tinggi untuk pertumbuhan kristal. Fluks ionik garam cair memiliki reaktivitas tinggi terhadap spesi anorganik dan titik leleh yang rendah sehingga dapat dimanfaatkan untuk media sintesis bahan anorganik. Selain itu, diyakini bahwa metode lelehan garam secara efisien dapat menumbuhkan kristal dengan morfologi khusus dengan mengendalikan laju pertumbuhan bidang kristal (Wei, dkk., 2012; Ji, dkk., 2011).

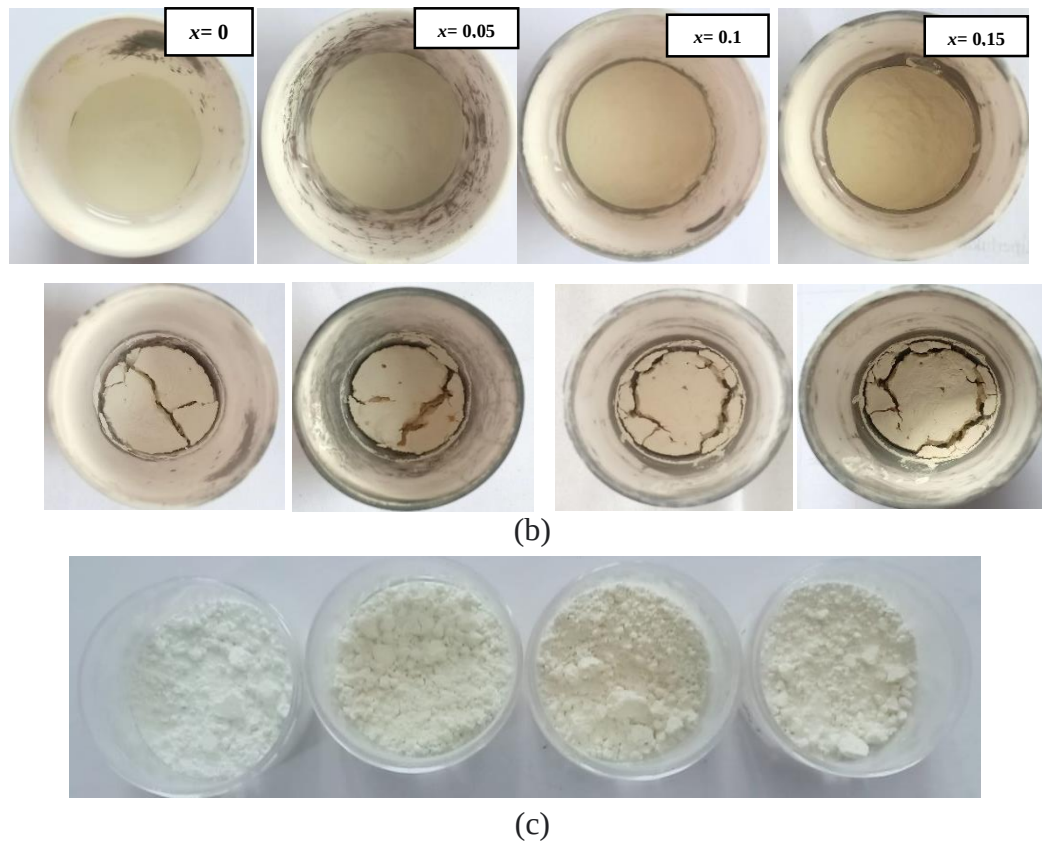
Prekursor digerus selama satu jam dan ditambahkan aseton yang berfungsi sebagai pelarut untuk meningkatkan homogenitas reaksi antar prekursor. Aseton

digunakan karena tidak bereaksi dengan prekursor dan sifatnya yang volatil sehingga mudah hilang dan menguap pada suhu ruang. Selanjutnya, sampel dikalsinasi di atas titik leleh KCl pada suhu 780°C selama 8 jam agar reaksi dapat berlangsung dalam medium garam yang meleleh dan dilanjutkan dengan pemanasan kedua pada suhu 820°C selama 8 jam. Dua kali pemanasan dilakukan agar didapatkan kristal fase tunggal dan morfologi yang seragam (Kim, dkk., 2009). Reaksi yang terjadi dalam sintesis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) ditampilkan pada persamaan 4.1 dan 4.2.



Hasil sintesis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) ditampilkan pada Gambar 4.1, yang menunjukkan perubahan warna dari putih menjadi kekuningan setelah mengalami dua kali kalsinasi dan seiring bertambahnya konsentrasi vanadium (V). Perubahan warna ini mengindikasikan bahwa terjadi reaksi di antara prekursor ketika proses kalsinasi dan terbentuk senyawa baru. Kemudian, dilakukan pencucian dengan menggunakan air panas agar kandungan garam hilang dan diidentifikasi menggunakan larutan AgNO_3 pada air hasil pencucian. Reaksi antara AgNO_3 dengan garam ditampilkan pada persamaan 4.3.





Gambar 4.1 Perubahan warna sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$): (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah dua kali kalsinasi pada suhu 780 dan 820°C, dan (c) setelah pengeringan

4.2 Karakterisasi dan Analisis Sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dengan Teknik XRD

Difraktogram XRD dari sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) yang disintesis ditunjukkan pada Gambar 4.2. Pola difraktogram menunjukkan kesesuaian dengan data standar BBT fase tetragonal ($I4/mmm$) JCPDS No. 35-0757. Pada $x = 0; 0,05; 0,1$; dan $0,15$ ditemukan fasa pengotor yang ditunjukkan dengan munculnya puncak pada $2\theta(^{\circ}) = 69,05$ yang diduga berasal dari TiO_2 rutil (JCPDS No. 21-1276), sedangkan untuk $x = 0,15$ ditemukan tambahan fasa pengotor lainnya pada $2\theta(^{\circ}) = 28,5$ yang diduga berasal dari $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$ (JCPDS No. 01-082-1481).

Terbentuknya fasa pengotor pada $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) berupa senyawa prekursor TiO_2 mengindikasikan bahwa reaksi belum terjadi sempurna. Sedangkan pada $x = 0,15$ juga terbentuk pengotor $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$ karena gV cenderung membentuk fasa pengotor dengan unsur lainnya ketika kandungannya melebihi batas kelarutan (Kocak, dkk., 2021). Bobic, dkk. (2015) melaporkan fasa pengotor yang terbentuk dari hasil sintesis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dengan metode keadaan padat, yang diidentifikasi sebagai fasa $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ pada suhu 650°C dan 750°C , serta BaTiO_3 pada suhu 850°C , sedangkan fasa BBT murni terbentuk pada suhu kalsinasi 950°C . Hal ini mengindikasikan bahwa sintesis BBT rentan terhadap pembentukan fasa sekunder. Posisi doping logam bisa diasumsikan berdasarkan prinsip Hume-Rothery, yang menyatakan bahwa substitusi atom hanya akan terjadi jika perbedaan antara elektronegativitas logam tersubstitusi dan substitusi kurang dari 20% (Hu, dkk., 2016). Elektronegatifan logam Ti dan V masing-masing adalah 1,5 dan 1,6 sehingga diasumsikan bahwa doping V ke dalam BBT berada pada posisi substitusi atom Ti.

Pergeseran puncak pada $2\theta(^{\circ}) = 30,1886$ ditampilkan pada Gambar 4.3 yang menunjukkan pergeseran ke posisi 2θ yang lebih besar. Hal ini mengindikasikan terjadinya perubahan kerangka dan adanya perubahan *crystallite size* (dengan Persamaan Scherrer) pada BBT akibat pendopingan V^{5+} yang memiliki jari-jari lebih kecil daripada Ti^{4+} . Pada $x = 0,05$ dan $0,15$ terjadi pergeseran ke 2θ yang lebih kecil dibandingkan dengan $x = 0$ yang disebabkan oleh kemungkinan dopan V tereduksi dari V^{5+} ke V^{4+} (0,53 nm) atau V^{3+} (0,64 nm) yang memiliki jari-jari lebih besar dibandingkan Ti^{4+} (0,51 nm). Seperti yang telah dilaporkan oleh Aini, dkk.

(2018) yang menunjukkan bahwa posisi puncak difraksi TiO_2 terdoping V^{3+} bergeser ke nilai yang lebih rendah dibandingkan TiO_2 murni.

Pergeseran posisi puncak difraksi ke nilai yang lebih besar juga disebabkan oleh penurunan distorsi ortorombik akibat perpindahan pusat kationik dan penyesuaian kemiringan oktahedron oksigen untuk mencapai keseimbangan baru karena substitusi Ti^{4+} oleh V^{5+} (1,6) yang memiliki nilai keelektronegatifan lebih besar dibandingkan Ti^{4+} (1,5) (Chen, dkk., 2018). Ramana, dkk (2017) melaporkan BTO terdoping Sm^{3+} dan V^{5+} masing-masing pada Bi^{3+} dan Ti^{4+} yang menunjukkan penambahan Sm dan V menyebabkan penurunan ortorombisitas sebesar 0,0032 dari 0,0066.

4.3 Karakterisasi dan Analisis Sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dengan Teknik SEM-EDS

Morfologi yang terbentuk menunjukkan morfologi khas Aurivillius berbentuk *plate-like*. Partikel *plate-like* terbentuk melalui dua tahap yang ditampilkan pada Gambar 4.5, yaitu tahap reaksi dan tahap pertumbuhan partikel. Pada tahap reaksi, partikel reaktan saling bereaksi dalam lelehan garam untuk membentuk inti partikel produk yang disebut nukleasi. Selanjutnya adalah tahap pertumbuhan partikel di mana inti kristal bereaksi membentuk matriks yang lebih besar (Li, dkk., 2016; Zhao, dkk., 2014).

Pembentukan fasa pengotor berupa TiO_2 rutil pada sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15$) karena perbedaan laju difusi prekursor dalam lelehan garam juga memengaruhi terhadap morfologi partikel. TiO_2 lebih sukar larut dibandingkan prekursor lainnya sehingga berperan sebagai salah satu sumber nukleasi (nukleasi sekunder). Sedangkan prekursor yang lebih larut akan berdifusi ke permukaan

prekursor yang kurang larut dan bereaksi untuk membentuk produk target dan dihasilkan morfologi anisotropik dengan bentuk *plate-like* yang lebih mendominasi (McGinty, dkk., 2020; Austin, dkk., 2021). Karakter morfologi *plate-like* semakin baik dengan bertambahnya konsentrasi dopan V. Kim, dkk. (2007) melaporkan bahwa dengan bertambahnya konsentrasi dopan V pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ meningkatkan pertumbuhan kristal berorientasi sumbu *c*, di mana morfologi *plate-like* mengalami pertumbuhan pada orientasi sumbu ini.

Hasil analisis data SEM dengan *Image-J* menunjukkan distribusi ukuran rata-rata partikel senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) yang dirangkum pada Tabel 4.1. Penurunan ukuran partikel ini dapat disebabkan oleh substitusi kation V^{5+} dalam material BBT yang memiliki jari-jari lebih kecil dibandingkan Ti^{4+} . Penambahan ion V juga memiliki pengaruh destruktif yang menyebabkan terbentuknya butiran partikel yang jauh lebih kecil (Moulson dan Herbert, 1990; Stanuch, 2014). Ukuran rata-rata partikel juga semakin mengalami penurunan dengan bertambahnya konsentrasi dopan V. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin banyak ion V yang berhasil disubstitusikan pada material BBT. Tang, dkk. (2006) berhasil menyintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ dan menunjukkan penurunan ukuran partikel secara bertahap dengan peningkatan nilai x dan distribusi ukuran partikel yang lebih seragam dalam sampel dengan nilai x yang lebih besar.

Data EDS yang diperoleh dirangkum pada Tabel 4.2 menunjukkan persentase massa dari unsur-unsur penyusun dalam sampel yang terdiri dari unsur Barium (Ba), Bismut (Bi), Titanium (Ti), Vanadium (V) dan Oksigen (O). Hasil ini mengindikasikan pendopingan logam V pada material $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) telah berhasil dilakukan. Persentase V yang diperoleh dari analisis EDS

semakin bertambah dengan peningkatan nilai x yang mengindikasikan semakin banyak substitusi ion V dalam sampel. Namun, persentase Ti tidak sesuai dengan teoritis menunjukkan bahwa sampel tidak homogen karena adanya pengotor TiO_2 dan $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$.

4.4 Karakterisasi dan Analisis Sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dengan Teknik UV-Vis DRS

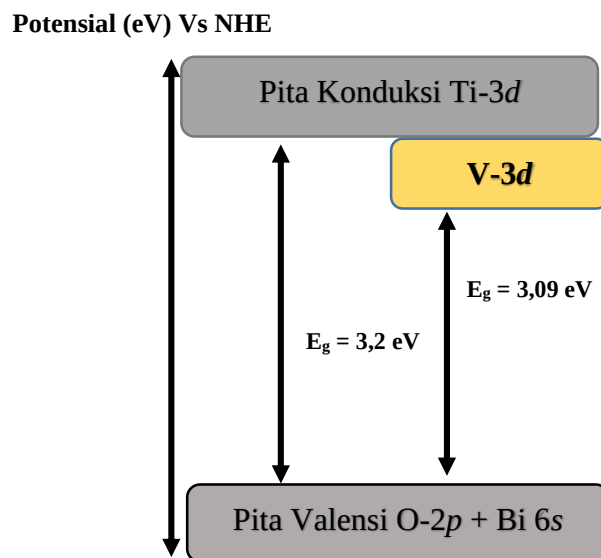
Analisis UV-Vis DRS bertujuan untuk menghitung besarnya energi celah pita dan pengaruh variasi penambahan doping V pada material $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ terhadap karakter serapan sinar di daerah sinar UV maupun tampak. Pengukuran nilai intensitas % reflektansi dari material $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) sebagai fungsi panjang gelombang untuk semua sampel ditampilkan pada Gambar 4.6.

Intensitas %reflektansi untuk sampel semakin berkurang seiring bertambahnya konsentrasi V karena terjadi penyerapan sinar menuju panjang gelombang yang lebih panjang yang disebabkan oleh substitusi Ti oleh V dengan membentuk tingkat energi baru $V-3d$ di bawah $\text{Ti-}3d$ pada CB. Muatan positif ion V^{5+} yang lebih besar dan jari-jari yang lebih kecil daripada ion Ti^{4+} menyebabkan efek polarisasi yang kuat terhadap O. Kedua faktor di atas mengakibatkan perluasan penyerapan BBVT ke wilayah cahaya tampak (Wang dan Xu, 2017). Selain itu, penurunan ukuran partikel juga berpengaruh terhadap penurunan intensitas %reflektansi. Semakin kecil ukuran partikel, maka semakin besar efek polarisasi sebagai akibat peningkatan kemampuan absorpsi cahaya oleh partikel yang berukuran lebih kecil (Guler dan Turan, 2010; Peng, dkk., 2010).

Seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.7, celah pita BBT adalah sekitar 3,2 eV dan mengalami penurunan setelah mengalami pendopingan. Penurunan energi celah pita semakin besar dengan bertambahnya konsentrasi pendopingan V sehingga menyebabkan pergeseran merah (*redshift*). Penurunan energi celah pita optimum terjadi pada $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x= 0,1$) dengan panjang gelombang 401,56 nm. Hasil tersebut mengindikasikan fotokatalis BBVT memiliki respon cahaya yang lebih mendekati wilayah tampak dan memberikan aktivitas fotokatalik yang lebih baik. Penurunan energi celah pita akibat pendopingan V pada material $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x= 0,05; 0,1; 0,15; 0,2$) juga dilaporkan dalam penelitian Handayani, dkk. (2019), yang menunjukkan penurunan energi celah semakin besar dengan bertambahnya konsentrasi dopan V ke dalam senyawa tersebut pada rentang 3,0-2,7 eV dan akibatnya fungsi kerja sampel bergeser ke rentang cahaya tampak (sekitar 430 nm). Oleh karena itu, penurunan celah pita dapat dikaitkan dengan efek variasi doping V pada BBT. Energi celah pita senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dirangkum pada Tabel 4.3.

Penurunan energi celah pita disebabkan substitusi V pada atom Ti pada material BBT yang menyebabkan renormalisasi struktur pita elektronik dan energi celah pita. Dalam kasus BBT, struktur pita umumnya terdiri dari orbital Bi-6s + O-2p di pita valensi dan Ti-3d di pita konduksi. Dengan adanya substitusi V yang lebih elektronegatif daripada Ti, maka akan terbentuk keadaan interstisial oleh orbital V-3d yang letaknya di bagian bawah pita konduksi Ti 3d. Keadaan interstisial yang dibentuk oleh V-3d sekitar 0,1~0,3 eV di bawah Ti-3d (Zhu, dkk., 2020). Sun, dkk., (2017) melaporkan nilai *density of state* (DOS) dari Ti^{4+} yang disubstitusi V^{5+} menunjukkan bahwa V^{5+} merupakan atom donor yang memberikan valensi tingkat

donor 0,12 eV di bawah pita konduksi. Hal ini sesuai dengan penelitian ini yang menunjukkan penurunan celah pita dari 3,2 eV ke 3,09 eV akibat substitusi dopan V^{5+} terhadap Ti^{4+} . Oleh karena itu, terjadi kemungkinan perubahan transisi elektronik dari orbital Bi-6s + O-2p (VB) ke Ti-3d (CB) menjadi orbital Bi-6s + O-2p (VB) ke V-3d (CB) dengan nilai energi celah pita yang lebih rendah dibandingkan dalam keadaan murninya. Ilustrasi transisi elektronik dari senyawa $BaBi_4Ti_{4-x}V_xO_{15}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15$) ditampilkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Ilustrasi perubahan transisi elektronik dari senyawa $BaBi_4Ti_{4-x}V_xO_{15}$ ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,15$)

Penurunan energi celah pita ini juga dikaitkan dengan perubahan urutan ikatan antara ion logam dopan dan ion oksida. Celah pita berkurang dengan meningkatnya orde ikatan antara ion dopan dan ion oksida, interaksi antara orbital V-3d dan O-2p menjadi lebih kuat yang disebabkan oleh jari-jari dopan lebih kecil dibandingkan dengan ion yang tersubstitusi. Dopan V dalam material BBT akan berinteraksi dengan enam O membentuk simetris lokal D_{2d} . Dengan demikian, transisi elektron terjadi dari VB ke tingkat energi t_{2g} V di bawah CB (Tian dan Li, 2009; Nagaveni,

dkk., 2004). Pendopongan logam transisi V juga dapat menurunkan laju rekombinasi yang disebabkan oleh peningkatan delokalisasi dan mobilitas elektron, serta pembentukan OH yang berperan sebagai perangkap elektron (Huda dan Turner, 2010; Brahlek, dkk., 2017; Jiang, dkk., 2021). Oleh karena itu, pendopongan V sangat efektif dalam meningkatkan aktivitas fotokatalitik material fotokatalis BBT.

4.5 Sintesis Material Fotokatalis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) dalam Prespektif Islam

Allah senantiasa menginginkan manusia untuk mewakili-Nya dalam melaksanakan kehendak dan ketetapan-Nya sebagai bentuk ujian sekaligus penghormatan terhadap manusia (Shihab, 2012). Salah satu bentuk tugas yang diberikan ialah memelihara dan menjaga keseimbangan dan keselarasan alam, serta bertanggung jawab dalam menjaga keberlangsungan fungsi bumi sebagai tempat kehidupan makhluk. Bentuk tugas ini telah termaktub di dalam al-Quran Surat al-Mulk ayat 3 sebagai berikut:

الَّذِي خَلَقَ سَبْعَ سَمَاوَاتٍ طِبَاقًا ۚ مَا تَرَىٰ فِي خَلْقِ الرَّحْمَنِ مِن تَفْوُتٍ ۚ فَارْجِعِ الْبَصَرَ هَلْ تَرَىٰ
مِن فُطُورٍ ﴿٣﴾

Artinya: “Yang menciptakan tujuh langit berlapis-lapis. Tidak akan kamu lihat sesuatu yang tidak seimbang pada ciptaan Tuhan Yang Maha Pengasih. Maka lihatlah sekali lagi, adakah kamu lihat sesuatu yang cacat?” (QS. al-Mulk: 3).

Allah SWT memerintahkan manusia untuk memperhatikan keseimbangan alam dan menegaskan bahwa Allah menciptakan makhluk-Nya tanpa cacat sedikitpun. Keberadaan alam telah diciptakan dengan keserasian dan keselarasan yang sempurna sehingga dapat berjalan sesuai tujuan penciptaannya (Shihab, 2001).

Ekotologi Islam juga meyakini bahwa pelestarian alam termasuk sistem keberimanan seseorang. Sumber daya alam dan lingkungan yang diciptakan oleh Allah merupakan fasilitas daya dukung bagi kehidupan manusia sehingga harus dipertahankan dan dilestarikan (Mujiono, 2001). Oleh sebab di atas, manusia dilarang melakukan hal yang dapat membahayakan dan mempersulit makhluk lain. Allah SWT menyatakan secara implisit akan kepedulian-Nya terhadap pelestarian alam yang diungkapkan dalam al-Quran Surat al-Luqman ayat 20:

أَلَمْ تَرَوْا أَنَّ اللَّهَ سَخَّرَ لَكُم مَّا فِي السَّمُوتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ وَأَسْبَغَ عَلَيْكُمْ نِعَمَهُ ظَهَرَ وَبَاطِنًا وَمِنَ النَّاسِ مَن يُجَادِلُ فِي اللَّهِ بِغَيْرِ عِلْمٍ وَلَا هُدًى وَلَا كِتَابٍ مُّنِيرٍ ﴿٢٠﴾

Artinya: “*Tidakkah kamu perhatikan sesungguhnya Allah telah menundukkan untuk (kepentingan) mu apa yang ada di langit dan apa yang ada di bumi dan menyempurnakan untukmu nikmat-Nya lahir dan batin. Dan di antara manusia yang membantah tentang (keesaan) Allah tanpa ilmu pengetahuan atau petunjuk dan tanpa Kitab yang memberi penerangan*” (QS. al-Luqman: 20).

Hampir semua aktivitas manusia, seperti kegiatan industri dan aktivitas rumah tangga dapat menghasilkan limbah cair yang memberikan dampak kerusakan pada ekosistem air, sehingga diperlukan strategi untuk menanggulangi masalah ini. Dalam penelitian ini, dilakukan sintesis material BBT sebagai fotokatalis yang efektif dalam mendegradasi limbah cair yang berbahaya bagi biota air. Dengan adanya fotokatalis, senyawa-senyawa tersebut akan didegradasi menjadi senyawa yang lebih aman jika dibuang ke lingkungan sehingga tidak akan membahayakan ekosistem air. Pemanfaatan senyawa BBT sebagai fotokatalis merupakan hasil proses berpikir manusia dalam menjaga kesejahteraan hidup, mengutamakan *istishlah* (kemaslahatan umum), serta memiliki kesadaran dan kepedulian terhadap

lingkungan yang cukup tinggi dengan menciptakan ilmu pengetahuan dan teknologi yang kondusif bagi pelestarian lingkungan (*The objective of environment*).

Pada penelitian ini, dilakukan pendopongan logam vanadium pada material BBT untuk menurunkan energi celah pita, yang diharapkan dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik di wilayah tampak dan memaksimalkan pemanfaatan sinar matahari sebagai sumber energi dalam aktivitas fotokatalitik. Pemanfaatan sinar matahari sebagai sumber energi dalam aktivitas fotokatalitik material BBT merupakan karunia Allah yang telah menyediakan segalanya di alam agar dapat dimanfaatkan oleh manusia, bahkan di dalam al-Quran terdapat surat as-Syam yang secara khusus menyebut matahari, di mana pada awal surat ini Allah SWT menjadikan matahari sebagai sumpahnya. Abdullah (2015) berpendapat segala hal yang berkaitan dengan sumpah Allah merupakan sesuatu yang tidak biasa, terdapat suatu anugerah luar biasa yang berhubungan dengan kemaslahatan umat. al-Quran juga mendeskripsikan matahari sebagai *siraj* (pelita), yaitu sesuatu yang memiliki panas dan bisa menyinari. Allah SWT berfirman dalam al-Quran Surat an-Naba' ayat 13:

وَجَعَلْنَا سِرَاجًا وَهَّاجًا ﴿١٣﴾

Artinya: “*dan Kami menjadikan pelita yang terang-benderang (matahari)*” (QS. an-Naba’:13).

Penafsiran ayat di atas oleh Sayyid Quthb (2007), yaitu matahari menyinari dan menimbulkan rasa panas untuk kehidupan di bumi serta makhluk-makhluk yang tinggal di dalamnya. Matahari memiliki energi yang begitu besar dan menjadikannya begitu istimewa sehingga banyak manfaatnya, salah satunya ialah

sebagai sumber energi dalam aktivitas fotokatalisis dalam mendegradasi limbah cair.

Perkembangan ilmu teknologi dalam bidang fotokatalis yang di dalamnya memiliki tujuan dan manfaat yang baik, pengaplikasiannya dapat dimanfaatkan dan akan terus dikembangkan oleh orang lain. Oleh karena itu, sebagai kimiawan mempelajari dan memanfaatkan berbagai senyawa kimia seperti barium (Ba), bismut (Bi), titanium (Ti), vanadium (V), dan Oksigen (O) dalam pembuatan fotokatalis ini akan menjadi amal jariyah dan ilmu bermanfaat bagi si pembuatnya, sama seperti orang yang memanfaatkan fotokatalis tersebut. Tidak ada yang buruk selama kita tetap berada dalam jalur yang sesuai dengan tuntunan agama, meskipun ranahnya ialah sains dan teknologi.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa material fotokatalis $\text{BaBi}_4\text{T}_{i4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) berhasil disintesis dengan metode lelehan garam tunggal KCl. $\text{BaBi}_4\text{T}_{i4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ memiliki fasa tetragonal dan grup ruang $I4/mmm$. Namun, ditemukan pengotor TiO_2 rutil pada $x = 0; 0,05; 0,1$; dan $0,15$ dan $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$ pada $x = 0,15$. Hasil SEM-EDS menunjukkan morfologi khas berbentuk *plate-like* yang cenderung terbentuk aglomerasi dengan unsur penyusun Ba, Bi, Ti, V, dan O. Sedangkan, hasil UV-Vis DRS menunjukkan energi celah pita $\text{BaBi}_4\text{T}_{i4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) masing-masing 3,20 eV (387,76 nm); 3,10 eV (400,27 nm); 3,09 eV (401,56 nm); dan 3,09 eV (401,56 nm). Hal ini menunjukkan bahwa doping V efektif dalam menurunkan energi celah pita dan memberikan respon cahaya yang lebih mendekati wilayah tampak, sehingga memberikan aktivitas fotokatalitik yang lebih baik.

5.2 Saran

Sebaiknya perlu dilakukan pengulangan sintesis agar didapat material fasa tunggal $\text{BaBi}_4\text{T}_{i4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) serta dilakukan uji lanjutan menggunakan teknik spektroskopi fotoluminensi untuk mengetahui laju rekombinasi. Selain itu, juga perlu dilakukan uji fotokatalitik terhadap limbah cair untuk mengetahui kemampuan aktivitas fotokatalitik dari material $\text{BaBi}_4\text{T}_{i4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Rahmat. 2015. *Benarkah Matahari Mengelilingi Bumi?*. Jakarta: Erlangga.
- Agustina, Khawiyatur Riv'ah., Suheriyanto, Dwi., dan Prasetyo, Anton. 2020. The Molten Salt Synthesis of Vanadium Doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Using Single Salt NaCl. *Jurnal Kartika Kimia*, 3(1): 19-24.
- Alfaro, S. Obregon., Cruz, Martinez-de la A., Torres-Martinez, Leticia M., dan Lee, S. W. 2010. Remove of Marine Plankton by Photocatalysts with Aurivillius-Type Structure. *Catalysis Communications*, 11(5): 326-330.
- Aini, Nur., Ningsih, Ruspa., Maulina, Desy., Lami', F. F., dan Chasanah, S. N. 2018. Visible Light Driven Photocatalyst of Vanadium (V^{3+}) Doped TiO_2 Synthesized Using Sonochemical Method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 333(1): 1-5.
- Almeida, Priscila Masquetto Vieira de., Gozzo, Fabio Cesar., Thaines, E. H. N. S., Sales, A. J. M., Freatas, R. G., Terezo, Ailton J., Sombra, A. Sergio B., dan Costa, Miguel Mauro. 2018. Dielectric Relaxation Study of The Ceramic Matrix $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}:\text{Bi}_2\text{O}_3$. *Material Chemistry and Physics*, 205: 72-83.
- Aurivillius, B. 1949. Mixed Bismuth Oxides With Layer Lattices: I The Structure Type of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Arkiv Kemi Band*, 1(54): 463-480.
- Austin, Daniel A., Cole, M., Stennet, Martin. C., dan Corkhil, C. L. 2021. A Preliminary Investigation of The Molten Salt Mediated Synthesis of Gd_2TiO_5 'Stuffed' Pyrochlore. *MRS Advances*, 6(8): 149-153.
- Bantawal, Harsha., Shenoy, U. Sandhaya., dan Bhat, Denthaje Krishna. 2020. Vanadium-Doped SrTiO_3 Nanocubes: Insight into Role of Vanadium in Improving The Photocatalytic Activity. *Applied Surface Science*, 513: 1-7.
- Bobic, J. D., Petrovic, M. M. Vijotovic., Ilic, Nikola., Palaimiene, Edita., Grigalaitis, Robertas., Paiva-Santos, Co., Cilence, M., dan Stojanovic, B. D. 2015. Lead-free $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Ceramics: Effect of Synthesis Methods on Phase Formation and Electrical Properties. *Ceramic International*, 41(1): 309-316.
- Brahlek, Matthew., Zhang, Lei., Lapano, Jason., Zhang., Hai-Tian., Engel-Herbert, Roman., Shukla, Nikhil., Datta, Suman., Paik, Hanjong., dan Schlom., Darrel G. 2017. Opportunities in Vanadium-Based Strongly Corralted Electron System. *MRS Communications*, 7(1): 1-26.

- Chakrabakti, Arundhati., Bera, Japes., dan Sinha, Tripurari Prasad. 2009. Dielectric Properties of $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Ceramics Produced by Cost-Effective Chemical Method. *Physic B*, 404(8): 1498-1502.
- Chen, Yu., Xu, Jiageng., Xie, Shaoxiong., Tan, Zhi., Nie, Rui., Guan, Zhongwei., Zhu, Jianguo. 2018. Ion Doping Effects on The Lattice Distortion and Interlayer Mismatch of Aurivillius-Type Bismuth Titanate Compounds. *Materials*, 11(5): 821-835.
- Chen, Zhigang., Gu, Yuxing., Hu, Liangyou., Xiao, Wei., Mao, Xuhui., Zhu, Hua., dan Wang, Dihua. 2017. Synthesis of Nanostructured Graphite via Molten Salt Reduction of CO_2 and SO_2 at Relatively Low Temperature. *Journal of Materials Chemistry A*, 5: 20603-20607.
- Daghrir, Rimeh., Drogui, Patrick., dan Robert, Didier. 2013. Modified TiO_2 for Enviromental Photocatalytic Applications: A Review. *International Engineering Chemistry Research*, 52(10): 3581-3599.
- Ferreira, Wellington Castro., Rodrigues, Gelson Luiz Clemente., Araujo, Bruno Soasa., Aguiar, Francisco Andre Andrade., Silva, Ariel Nonato Almeida de Abreu., Fachine, Pierre Basilio Almeida., Paschoal, Carlos William de Araujo., dan Ayala, Alejandro Pedro. 2020. Pressure Induced Structural Phase Transition in The Multiferroic Four-Layer Aurivillius Ceramic $\text{Bi}_5\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$. *Ceramics Internationals*, 46:18056-18062.
- Ganguly, Priyanka., Byrne, C., Breen, A., dan Pillai, S. C. 2018. Antimicrobial Activity of Photocatalysts: Fundamentals, Mechanisms, Kinetics and Recent Advances. *Applied Catalysis B: Environmental*, 225: 51–75.
- Gouget, Guillaume., Debacker, Damien P., Ara, Kim., Giorgia, Olivieri., Jean-Jacques, Gallet., dan Fabrice, Bournel. 2017. In Situ Solid Gas Reactivity of Nanoscaled Metal Borides from Molten Salt Synthesis. *Inorganic Chemistry*, 56(15): 9225-9234.
- Grosjean, Remi., Yanh, Le Godec., Simon, Delacroix., Gouget, Guillaume., Patricia, Beaunier., Ersen, Ovidiu., Ihiwakrim, Dris., Kurakevych, Oleksandr O., Caneac, Corrine., dan Portehault, David. 2018. A High Pressure Pathway Toward Boron-Based Nanostructure Solids. *Dalton Transaction*, 47(23): 7634-7639.
- Gu, Daguo., Qin, Yingying., Wen, Yongchun., Li, Tie., Qin, Lin., dan Seo, Hyo Jin. 2016. Electronic Structure and Optical Properties of V-Doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds*, 695: 2224-2231.
- Guler, Urcan., dan Turan, Rasit. 2010. Effect of Particle Properties and Light Polarization on The Plasmonic Resonance in Metallic Nanoparticles. *Optic Express*, 18(16):17322-173338.

- Gupta, Santosh K., dan Mao, Yuanbing. 2020. A Review on Molten Salt Synthesis of Metal Oxide Nanomaterials: Status, Opportunity, and Challenge. *Progress in Materials Science*, 117: 1-41.
- Handayani, R. Safitri, Noriana., Aini, Nur., Hardian, Arie., dan Prasetyo, Anton. 2019. Synthesis and Characterization on Vanadium Doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ as Photocatalyst Material. *International Conference on Advanced Materials for Better Future*, 578: 012-017.
- He, Hongquan., Yin, Jiao., Li, Yingxuan., Zhang, Ying., Qiu, Hengshan., Xu, Tao., dan Wang, Chuanyi. 2014. Applied Catalysis B: Environmental Size Controllable Synthesis of Single Crystal Ferroelectric $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheet Dominated with {001} Facets Toward Enhanced Visible Light Driven Photocatalytic Activities. *Applied Catalysis B: Environmental*, 156–157: 35–43.
- Hou, Jungang., Cao, Rui., Wang, Zheng., Jiao, Shuqiang., dan Zhu, Hongmin. 2011. Chromium-Doped Bismuth Titanate Nanosheets as Enhanced Visible-Light Photocatalyst with A High Percentage of Reactive {110} Facets. *Journal Material Chemistry*, 21(20): 7296-7301.
- Hu, Qianqian., Huang, Jiquan., Li, Guojing., Jiang, Yabin., Lan, Hai., Guo, Wang., dan Cao, Yongge. 2016. Origin of The Improved Photocatalytic Activity of Cu Incorporated TiO_2 for Hydrogen Generation from Water. *Applied Surface Science*, 382: 170-177.
- Hu, Zhimi., Xiao, Xu., Jin, Huanyu., Li, Tianqi., Chen, Ming., Liang, Zhun., Guo Zhengfeng., Li, Jia., Wan, Jun., Huang, Liang., Zhang, Yanrong., Feng, Guang., dan Zhuo, Jun . 2017. Rapid Mass Production of Two Dimensional Metal Oxides and Hydroxides via The Molten Salts Method. *Nature Communications*, 8(1): 15630-15638.
- Huang, Jinliang., Lihua, Li., Gu, Yongjun., dan Li, Qian Li. 2011. Influences of Progressing Parameters on Flake $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Powder Synthesized by Molten Salt Synthesis Method. *Advanced Materials Research*, 335-336: 704-707.
- Huda., Muhammad N. dan Turner, John A. 2010. Morphology-Dependent Optical Absorption and Conduction Properties of Photoelectrochemical Photocatalysts for H_2 Production: A Case Study. *Journal of Applied Physics*, 107(12): 123703(1)-12370(5).
- Hushur, Anwar., Ko, Jae-Hyeon., Kojima, Seiji., Lee, Sang Seob., dan Jang, Min-Su. 2002. Raman Scattering Study of A and B-Site Substitutions in Ferroelectric $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Journal of The Korean Physical Society*, 41(5): 763-768.
- Ji, Guangbin., Lin, Xiaohui., Sun, Yanyan., Trimizi, Syed Ahmed Ali., Su, Hailin., dan Du, Youwei. 2011. Molten Salt Growth and Magnetic Properties of

Octahedral CoFe_2O_4 Crystals: Effects of Synthesis Conditions. *CrystEngComm*, 13(21): 6451-6455.

- Jiang, Dafu., Otitoju, Tunmise Ayode., Ouyang, Yuanyuan., Shoparwe, Noor Fazilani., Wang, Song., Zhang, Ailing., dan Li, Sanxi. 2021. A Review on Metal Ions Modified TiO_2 for Photocatalytic Degradation of Organic Pollutants. *Catalysts*, 11(9): 13669-1367.
- Jiang, Wan., Huangfu, Tongshuai., Zheng, Yiran., Bao, Liang., Liu, Yong., Xu, Gang., dan Han, Gaorong. 2019. Surfactant-Free Hydrothermal Synthesis of Hierarchical Flower-Like Bi_2WO_6 Mesosphere Nanostructures with Excellent Visible-Light Photocatalytic Activity. *CrystEngComm*, 21: 6293-6300.
- Jin, Rencheng., Hong, Liu., Yanshui, Guan., Junhao, Zhou., dan Guihua, Li. 2015. Molten Salt Synthesis of Fluorine-Doped Mn_3O_4 Nanobelts as Anode Materials for Li-Ion Batteries. *CrystEngComm*, 17(40): 7717-7722.
- Kan, Yanmei., Jin, Xihai., Wang, Peiling., Li, Yongx., Bing, Cheng., dan Yan, Dongsheng. 2003. Anisotropic Grain Growth of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ in Molten Salt Fluxes. *Material Research Bulletin*, 38(4): 567-576.
- Ke, Xingfei., Jieming, Cao., Mingbo, Zheng., Yongping, Chen., Liu, Jinsong., dan Ji, Guangbin. 2007. Molten Salt Synthesis of Single Crystal Co_3O_4 Nanorods. *Material Letters*, 61(18): 3901-3903.
- Khalidi, Zahira., Comini, Elisabetta., Hartiti, Bouchaib., Moumen, Abderrahim., Arachchige, Hashita., Fadili, Sala., Thevenin, Philippe., dan Abderrafi, Kamal. 2017. Effect of Vanadium Doping on ZnO Sensing Properties Synthesized by Spray Pyrolysis. *Materials & Design*, 139: 56-64.
- Khokar, Anita., Mahesh, M. L.V., James, A. R., Goyal, Parveen K., dan Sreevinas, K. 2013. Sintering Characteristics and Electric Properties of $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Ferroelectric Ceramics. *Journal Alloys and Compounds*, 58: 150-159.
- Kikuchihara, Anna., Sakurai, Fumito., dan Kimura, Toshio. 2012. Preparation of Plate-Like NaNbO_3 Particles by Single-Step Molten Salt Synthesis. *Journal of The American Ceramic Society*, 95(5): 1-7.
- Kim, Chang Yeoul., Sekino, Tohru., dan Nihara, Koichi. 2003. Synthesis of Bismuth Sodium Titanate Nanosized Powders by Solution/Sol-Gel Process. *Journal of The American Ceramic*, 86(9): 1464-1467.
- Kim, Soo Ho., Park, Hoon., Jee, Seung Hyun., Ahn, Ho Sang., Kim, Dong-Joo., Choi, Ji Won., Yoon, Seok Jin., dan Yoon, Young Soo. 2009. Synthesis and Structural Properties of Lithium Titanium Oxide Powder as-Synthesized by Two Step Calcination Process. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 26(2): 458-488.

- Kim, Tai Suk., Kim, Ki Woong., Jeon, Min Ku., Jung, Chang Hwa., dan Woo, Seong Ihl. 2007. Effect of Vanadium Content on Remanent Polarization in Bismuth Titanate Thin Films Prepared by Liquid Source Misted Chemical Deposition. *Applied Physical Letter*, 90(4): 042912-042915.
- Kimura, T., dan Yamagichu, T. 1983. Fused Salt Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Ceramic International*, 9(1): 13-17.
- Kimura, T. 2011. Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders. *Advances in Ceramics-Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications*. ISBN 978-954-307-505-1.
- Kocak, Tayfun., Wu, Langyuan., Wang, Jiang., Savaci, Umut., Turan, Servet., dan Zhang, Xiagong. 2021. The Effect of Vanadium Doping on The Cycling Performance of $\text{LiNi}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$ Spinel Cathode for High Voltage Lithium-Ion Batteries. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 881(47): 114926-114963.
- Lazarevic, Z., Stojanovic, B., dan Varela, Jose,. 2005. Approach to Analyzing Synthesis, Structure and Properties of Bismuth Titanate Ceramics. *Science of Sintering*, 37(3): 199-216.
- Lazarevic, Z. Z., Bobic. J. D., Rocevic N. Z., Paunovic, Novica., dan Stojanovic, B. 2009. Study of Barium Bismuth Titanate Prepared by Mechanochemical Synthesis. *Science of Sintering*, 41(3): 329-335.
- Li, Jiangtian., dan Wu, Nianqiang. 2015. Semiconductor-Based Photocatalysts and Photoelectrochemical Cells for Solar Fuel Generation: A Review. *Catalyst Science Technology*, 5(3): 1360-1384.
- Li, Jiajiu., Huang, Rongxia., Peng, Congfei., Dai, Yejing., Xiong, Shunjin., Cai, Chunhui., dan Lin, Hua-Tay. 2020. Low Temperature Synthesis of Plate-Like $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ via Molten Salt Method. *Ceramic International*, 46(12): 19752-19757.
- Li, Lihong., Deng, Jinxia., Chen, Jun., Xing, Xianran. 2016. Topochemical Molten Salt Synthesis for Functional Perovskite Compounds. *Chemical Science*, 7(2): 855-865.
- Li, Zushu., Lee, Wiliam Edward., dan Zhang, Shaowei. 2007. Low-Temperature Synthesis of CaZrO_3 Powder from Molten Salts. *Journal of The American Ceramic Society*, 90(2): 364-368.
- Liu, Cheng., Liu, Xueyin., Hou, Zhaoning., Jia, Quanli., Cheng, Benjun., dan Zhang, Shaowei. 2020. Low-Temperature Molten Salt Synthesis and The Characterization between of Submincron-Sized $\text{Al}_8\text{B}_4\text{C}_7$ Powder. *Materials*, 13(1): 70-79.

- Liu, Xuanxuan, Xu, Lei., Huang, Yanlin., Qin, Chunaxiang., Qin, Lin., dan Seo, Hyo Jin. 2017. Improved Photochemical Properties of Aurivillius $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ with Partial Substitution of Ti^{4+} with Fe^{3+} . *Ceramics International*, 43(5): 12372-12380.
- Liu, Yongbao., Zhu, Gangqiang., Gao, Jianzhi., Hojamberdeiv, Mirabbos., Zhu, Runliang., Wei, Xiumei., Guo, Quanmin., dan Liu, Peng. 2017. Enhanced Photocatalytic Activity of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheet by Fe^{3+} Doping and The Addition of Au Nanoparticles: Photodegradation of Phenol and Bisphenol A. *Applied Catalysis B: Environmental*, 200: 72-82.
- Long, Zeqing., Li, Qiangang., Wei, Ting., Zhang, Gungming., dan R, Zhijun. 2020. Historical Development and Prospects of Photocatalysts for Pollutant Removal in Water. *Journal of Hazardous Materials*, 395: 122-599.
- Lou, Zhengsong., Minglong, He., Ruikun, Wang., Weiwei, Qin., Dejian, Zhao., dan Changel, Chen. 2014. Large-Scale Synthesis of Monodisperse Magnesium Ferrite via an Environmentally Friendly Molten Salt Route. *Inorganic Chemistry*, 53(4): 2053-2057.
- Mao, Yuanbing., Park, Tae-Jin., Zhang, Fen., Zhou, Hongjun., dan Wong, Satnislus S. 2007. Environmentally Friendly Methodologies of Nanostructure Synthesis. *Small*, 3(7): 1122-1139.
- Mao, Yuanbing., Tran, Thai., Guo, Xiao., Huang, Jian Y., Shih, C. Ken., Wang, Kang L., dan Chang, Jane P. 2009. Luminescence of Nanocrystalline Erbium-Doped Yttria. *Advance Functional Materials*, 19(5): 748-754.
- McGinty, John., Yazdanpanah, Nima., Price, Chris., Horst, Joop H., dan Sefcik, J. 2020. Chapter 1: Nucleation and Crystal Growth in Continuous Crystallization. *The Handbook of Continuous Crystallization*. 1: 1-50.
- Moulson, A., dan Herbert, J. M. 1990. *Electroceramics Materials, Properties, Applications*. London: Chapman & Hall.
- Mujiono, Abdillah. 2001. *Agama Ramah Lingkungan Perspektif al-Qur'an*, Cetakan I. Jakarta: Paramadina.
- Murugesan, Sankaran., Huda, Muhammad N., Yan, Yanfa., Al-Jassim, Mowafak., dan Subramanian, Vaidyanathan. 2010. Band-Engineered Bismuth Titanate Pyrochlores for Visible Light Photocatalyst. *The Journal of Physical Chemistry*, 114(23): 10598-10605.
- Nagaveni, K., Hegde, M. S., dan Madras G., 2004. Structure and Photocatalytic Activity of $\text{Ti}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_{2\pm\delta}$ (M = W, V, Ce, Zr, Fe, and Cu) Synthesized by Solution Combustion Method. *Journal of Physical Chemistry B*, 108: 20204-20212.

- Pawar, Milind., Sendogdular, Topcu Selda., dan Gouma, Perena. 2018. A Brief Overview of TiO_2 Photocatalyst for Organic Dye Remediation: Case Study of Reaction Mechanisms Involved in Ce- TiO_2 Photocatalyst System. *Journal of Nanomaterials*. 18(147): 1-13.
- Peng, Ruicha., Wu, Nian., Zheng, Yu., Huang, Yangbao., Luo, Yunbai., dan Yu, Ping. 2016. Large Scale Synthesis of Metal Ion-Doped Manganese Dioxide for Enhanced Electrochemical Performance. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 8(13): 8474-8480.
- Peng, Sheng., McMahon, Jeffrey. M., Schatz, Gorge. C., Gray, Stephen. K., dan Sun, Yugang. 2010. Reversing The Size-Dependence of Surface Plasmon Resonance. *Proceedings of The National Academy of Sciences*, 107(33): 14530-14534.
- Pleckova, Natalia V., dan Seddon, Kenneth R. 2008. Application of Ionic Liquids in The Chemical Industry. *Chemical Society Review*, 37(1):123-150.
- Pookmanee, Pusit., Uriwilast, Phunthanee., dan Phanichpant, Sukon. 2004. Hydrothermal Synthesis of Fine Bismuth Titanate Powders. *Ceramics International*, 30(70): 1913-1915.
- Porob, Digamber G., dan Maggard, Paul A. 2006. Synthesis of Textured $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ and $\text{LaBi}_4\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ Ferroelectric Layered Aurivillius Phases by Molten Salt Flux Methods. *Material Research Bulletin*, 41(8): 1513-1519.
- Qi, Wenzhi., Wang, Yaqiong., Wu, Jiyue., Hu, Zimeng., Jia, Chenglong., dan Zhang, Hongtao. 2019. Relaxor Ferroelectric and Photocatalytic Properties of $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$. *Advances in Applied Ceramics*, 118(7): 418-424.
- Quthb, Sayyid. 2004. *Tafsir Fi Zhilalil Qur'an di Bawah Naungan Al-Qur'an Jilid IX*. Jakarta: Gema Insani Press.
- Rahmawati, F., Wulandari, R., Nofaris, E., dan Mudjijono. 2017. Optical Properties and Photocatalytic Activity of $\text{CdS-TiO}_2/\text{Graphite}$ Composite. *Science and Engineering of Composite Materials*, 24(2): 1-8.
- Ramana, E. Venkata., Prasad, Nandiraju Venkata., Tobaldi, David Maria., Zavasnik, Janez., Singh, M., Hortiguella, Maria Jesus., Seabra, Maria., Prasad, Guduru., dan Valente, M. A. 2017. Effect of Samarium and Vanadium co-Doping on Structure, Ferroelectric and Photocatalytic Properties of Bismuth Titanate. *Royal Society of Chemistry*, 7(16): 9680-9692.
- Rao, Chintamani Nagesa Ramachandra. 1995. *Solid State Chemistry*. Singapore: World Scientific Publishing.

- Ravelli, Davide., Protte, Stefano., dan Albini, Angelo. 2015. Energy and Molecules from Photochemical/Photocatalytic Reaction: An Overview. *Molecules*, 20(1): 1527-1542.
- Roy, Poulomi., Berger, Steffen., dan Patrik, Schuki. 2011. TiO₂ Nanotube: Synthesis and Applications. *Chemistry International Education*, 50(13): 2904-2939.
- Serpone, Nick., dan Emeline, Alexei V. 2002. Suggested Terms and Definitions in Photocatalysis and Radiocatalysis. *International of Photoenergy*, 4(3): 92-131.
- Setiyawan, Muhammad Nur Kholis. 2005. *Al-Qur'an Kitab Sastra Terbesar*. Yogyakarta: eLS AQ.
- Sikalidis, Costas. 2011. *Advances in Ceramics Synthesis and Processing and Specific Application*. Rijeka: In Tech.
- Shihab, Muhammad Quraish. 2001. *Tafsir al-Misbah: Pesan, Kesan, dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, Muhammad Quraish. 2012. *Tafsir al-Misbah Volume 1*. Jakarta: Lentera Hati.
- Simoes, Alexandre Zirpoli., Stojanovic, B., Ramirez, Miguel Angel., Cavaleiro, Alberto Aldriano., Longo, Elson., dan Varela, Jose Arana. 2008. Lanthanum Doped Bi₄Ti₃O₁₂ Prepared by The Soft Chemical Method: Rietveld Analysis and Piezoelectric Properties. *Ceramic International*, 34(2): 257-261.
- Stanuch, Krzysztof. 2014. Influence of Vanadium Doping on Dielectric Properties of Barium Titanate Ceramics. *Materials Science*: 109-116.
- Sun, Hui., Yao, Tianshu., Xie, Xi., Lu, Yuxi., Wang, Yan., Xu, Zirou., Han, Jie., dan Chen, Xiaobing. 2019. Ni, Eu-Co Doping Effect on The Photocatalytic Activity and Magnetic Recyclability in Multifunctional Single-Phase Photocatalyst Bi₅FeTi₃O₁₅. *Journal of Colloid and Interface Science*, 534: 499-508.
- Sun, Qingbo., McBride, Bethany R., dan Liu, Yun. 2017: (N³⁻, M⁵⁺) Co-Doping Strategies for The Development of TiO₂-Based Visible Light Catalyst. *Research and Reviews in Electrochemistry*, 8(1): 106-115.
- Tang, Chao., Li, Xu., Tang, Yujing., Zeng, Jie., Xie, Jingyu., Xiong, Bifeng. 2019. Agglomeration Mechanism and Restraint Measures of SiO₂ Nanoparticles in Meta-Aramid Fibers Doping Modification via Molecular Dynamics Simulations. *Nanotechnology*, 31(16): 1-17.

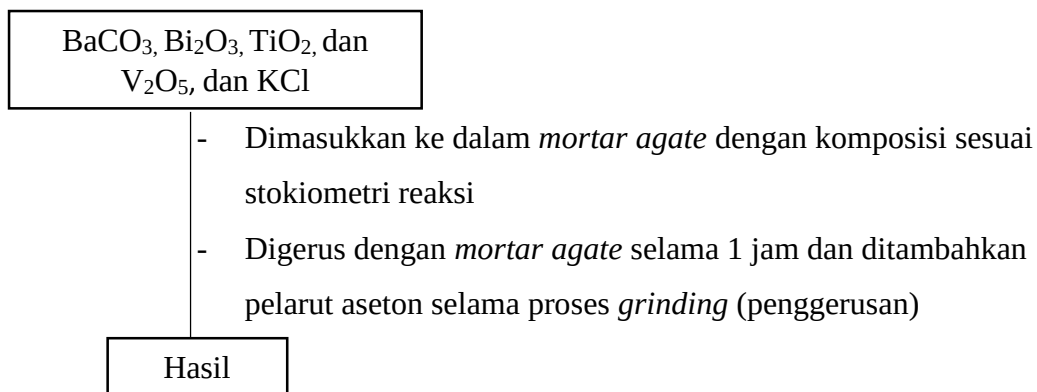
- Tang, Qing-Yuan., Kan, Yan-Mei., Li, Yao-Gang., Zhang, Guo-Jun., dan Wang, Pei-Ling. 2006. Effect of Vanadium Doping on Fabrication and Property of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Ceramics. *Scripta Materialia*, 54(12): 2075-2080.
- Tang, Qing-Yuan., Kan, Yan-Mei., Li, Yao-Gang., dan Zhang, Guo-Jun. 2007., Nd/V Co-Doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Powder Prepared by Molten Salt Synthesis. *Journal of The American Ceramic Society* 90(10): 3353-3356.
- Tellier, Jouin., Boullay, Philippe., Manier, Miguel., dan Mercurio, Daniele. 2004. A Comparative Study of The Aurivillius Phase Ferroelectrics $\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ and $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$. *Journal of Solid State Chemistry*, 177(6): 1829-1837.
- Tian, Baozhu., dan Li, Chunzhong. 2009. Flame Sprayed V-Doped TiO_2 Nanoparticles with Enhanced Photocatalytic Activity under Visible light Light Irradiation. *Chemical Engineering Journal*, 151(1-3): 220-227.
- Tong, Hua., Ouyang, Shuxin., Bi, Yungpi., Umezawa, Naoto., Oshikiri, Mitsuke., dan Ye, Jinhua. 2012. Nano-Photocatalytic Materials: Possibilities and Challenge. *Advanced Materials*, 24(2): 229-251.
- Wang, Qian., Hisatomi, Takashi., Moriya, Yosuke., Maeda, Kasuhiko., dan Domen, Kazunari. 2013. Physicochemical Properties and Photocatalytic H_2 Evolution Activity of Rh-Doped $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ Prepared by Molten Salt Synthesis. *Catalyst Science & Technology*, 44: 5371-5408.
- Wang, Tong., dan Xu, Tao. 2017. Effects of Vanadium Doping on Microstructures and Optical Properties of TiO_2 . *Ceramic International*, 43(1): 1558-1564.
- Wang, Yaqin., Zhang, Ruirui., Li, Jianbao., Li, Liangliang., dan Lin, Shiwei. 2014. First-Principle Study on Transition Metal-Doped Anatase TiO_2 . *Nanoscale Research Letters*, 9(1): 46-53.
- Wei, L., Liu, Y., Lu, Y., dan Wu, T. 2012. Morphology and Photoluminescence of $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{MoO}_4$ Powders by A Molten Salt Method. *Journal of Nanomaterials*. 1-6.
- Wendari, Tio Putra., Arief, Syukri., Mufti, Nandang., Bass, Jacob., Blake, Graeme R., dan Zulhadjri. 2020. Ratio effect Salt Fluxes on Structure, Dielectric and Magnetic Properties of La, Mn Doped $\text{PbBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ Aurivillius Phase. *Ceramic International*, 46(10): 14822-14827.
- Wu, Guoling., Ping, Li., Xu, Dongbo., Luo, Bifu., Hong, Yuanzhi., Shi, Weidong., dan Liu, Chunbo. 2015. Hydrothermal Synthesis and Visible-Light-Driven Photocatalytic Degradation for Tetracycline of Mn-Doped SrTiO_3 Nanocubes. *Applied Surface Science*, 333: 39-47.
- Xue, Piojie., Wu, Heng., Lu, Yaou., dan Zhu, Xinhua. 2018. Recent Progress in Molten Salt Synthesis of Low-Dimensional Perovskite Oxide

- Nanostructures, Structural Characterization, Properties, and Functional Applications: A Review. *Journal of Materials Science & Technology*, 34(6): 914-930.
- Yang, Yahui., Chen, Qiyuan., Yin, Zhoulun, dan Li, Jie. 2009. Study on The Photocatalytic Activity of $K_2La_2Ti_3O_{10}$ Doped with Vanadium (V). *Journal of Alloys and Compounds*, 488(1): 364-369.
- Yao, Wei., Feng., Wang, Hong., Xu, Xiao H., Shang, Shu X., Hou, Yun., Zhang, Yin., dan Wang, Min. 2003. Synthesis and Photocatalytic Property of Bismuth Titanate $Bi_4Ti_3O_{12}$. *Materials Letters*, 57(13): 1899-1902.
- Zhang, Kena., Gao, Feng., Xu, Jie., Fu, Maosen., Wang, Li., Zhang, Qingqing., dan Ruan, Yong. 2017. Synthesis of $Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$ Platelet Crsytal Based on $Bi_4Ti_3O_{12}$ Precursor by Topochemical Microcrystal Conversion. *Journal of Alloys and Compounds*, 726: 955-960.
- Zhao, Zhihao., Li, Xiaolei., Ji, Huiming., dan Deng, Minyang. 2014. Formation Mechanism of Plate-Like $Bi_4Ti_3O_{12}$ Particles in Molten Salt Fluxes. *Integrated Ferroelectrics: An International Journal*, 154: 154-158.
- Zhao, Yue., Li, Rengui., dan Mu, Linchao., Li, Can. 2017. The Significance of Crystal Morphology Controlling in Semiconductor-Based Photocatalysis: A Case Study on $BiVO_4$ Photocatalyst. *Crystal Growth & Design*, 17(6): 2923-2928.
- Zhou, Hongjun., Mao, Yuangbin., dan Wong, Stanislaus S. 2007. Probing Structure-Parameter Correlation in The Molten Salt Synthesis of $BaZrO_3$ Perovskite Submicrometer-Sized Particles. *Chemistry of Materials*, 19(22): 5238-5249.
- Zhou, Yang., Chen, Jie., Bakr, Osman Mohammed., dan Sun, Hong-Tao. 2018. Metal-Doped Lead Halide Perovskite: Synthesis, Properties, and Optoelectronic Application. *Chemistry of Materials*, 30(19): 6580-6613.
- Zhu, H. X., Wang, X. H., Zhou, D. F., Jiang, H., dan Liu, X. M. 2020. First-Principles Study on Electronic, Magnetic Properties and Optical Absorption of Vanadium Doped Rutile TiO_2 . *Physics Letters A*, 384(26): 126637-126643.
- Zuniga, Jose P., Abdou, Maya., Gupta, Santosh Kumar., dan Mao, Yuanbing. 2018. Molten-Salt Synthesis of Complex Metal Oxides Nanoparticles. *Journal of Visualized Experiments*, 140: 1-7.

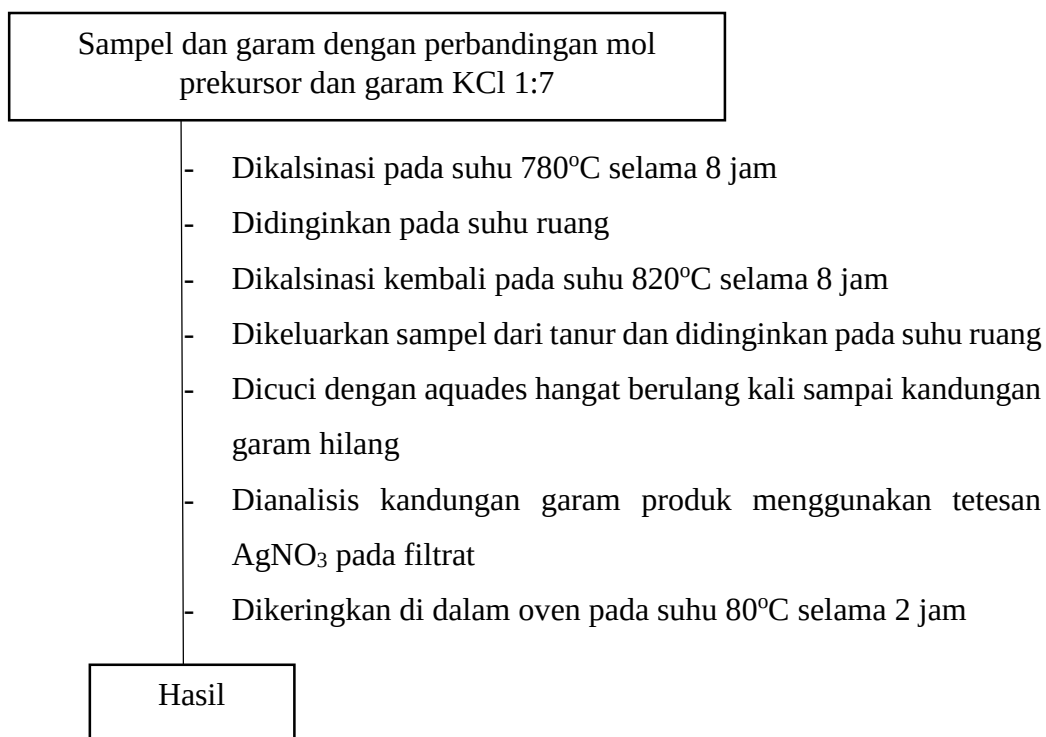
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

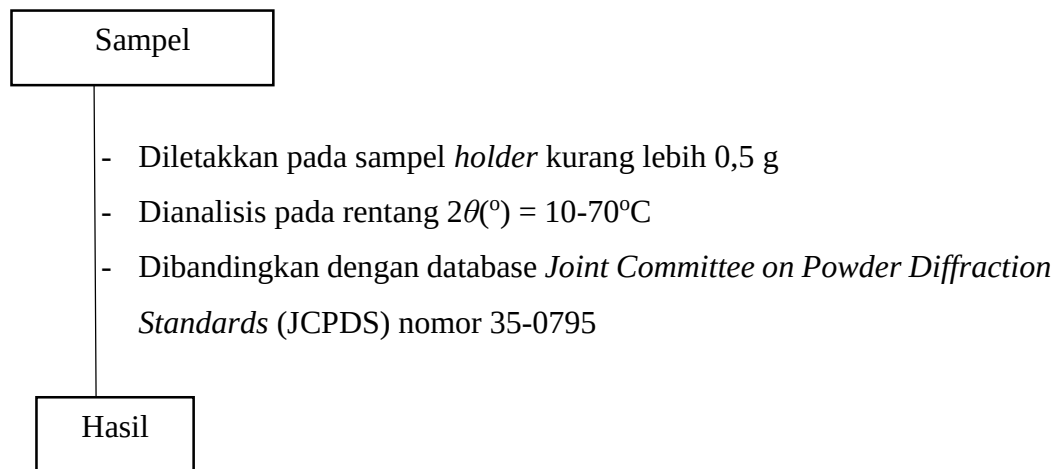
L.1.1 Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal



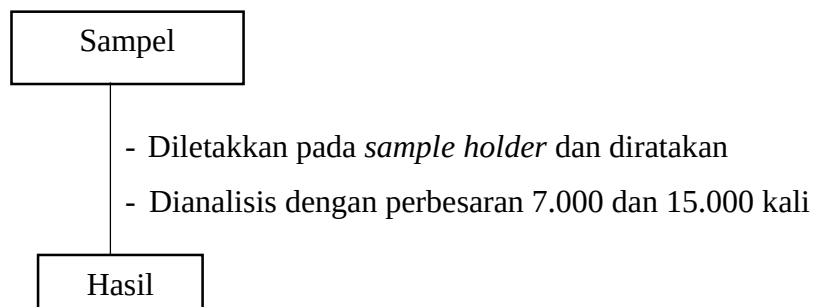
L.1.2 Sintesis BaBi₄Ti_{4-x}V_xO₁₅ (x= 0; 0,05; 0,1; 0,15) dengan Metode Lelehan Garam



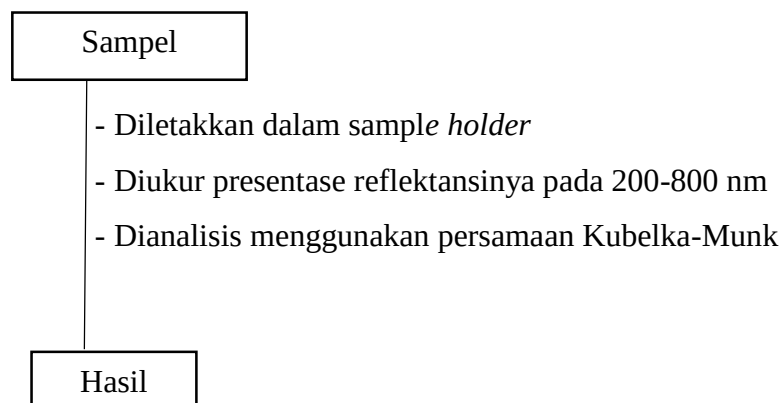
L.1.3 Karakterisasi dan Analisis dengan Teknik XRD

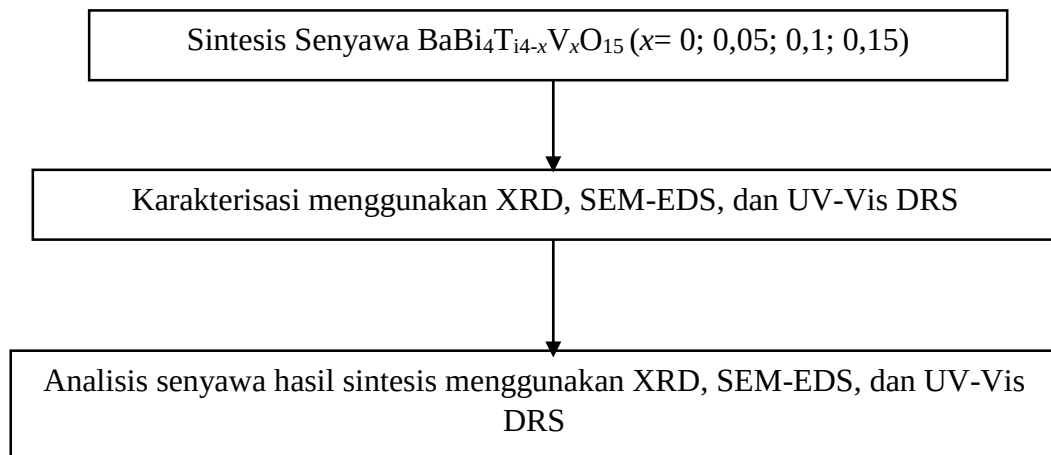


L.1.4 Karakterisasi dan Analisis dengan Teknik SEM-EDS



L.1.5 Karakterisasi dan Analisis dengan Teknik UV-Vis DRS





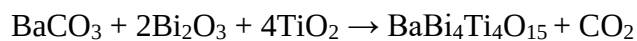
Lampiran 2. Perhitungan Preparasi Bahan

Pada penelitian ini akan disintetis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$) menggunakan lelehan garam KCl dengan target massa produk yaitu 3 gram dan perbandingan mol prekursor $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{4-x}\text{V}_x\text{O}_{15}:\text{KCl}$ adalah 1:7 sehingga perhitungan kebutuhan prekursor diuraikan dibawah ini.

Diketahui:

Mr BaCO_3	= 197,336 gr/mol
Mr Bi_2O_3	= 465,96 gr/mol
Mr TiO_2	= 79,876 gr/mol
Mr V_2O_5	= 181,88 gr/mol
Mr KCl	= 74,5 gr/mol
Ar Ba	= 137,327 gr/mol
Ar Ti	= 47,867 gr/mol
Ar Bi	= 208,9804 gr/mol
Ar V	= 51 gr/mol
Mr $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$	= 1404,7166 gr/mol
Mr $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{15}$	= 1404,8733 gr/mol
Mr $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{3,90}\text{V}_{0,1}\text{O}_{15}$	= 1405,0299 gr/mol
Mr $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{3,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{15}$	= 1405,18655 gr/mol
Mr $\text{BaBi}_4\text{Ti}_{3,80}\text{V}_{0,20}\text{O}_{15}$	= 1405,3432 gr/mol

1. Konsentrasi V = 0



$$\begin{aligned}
 n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} &= \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} \\
 &= \frac{3\text{gr}}{1404,7166 \text{ gr/mol}} \\
 &= 0,0021357 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Massa yang diperlukan :

$$\begin{aligned}
 - \text{BaCO}_3 &= \text{Mr} \times n \text{ BaCO}_3 \\
 &= 197,336 \text{ g/mol} \times 0,0021357 \text{ mol} \\
 &= 0,4215 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 - \text{Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mr} \times n \text{ Bi}_2\text{O}_3 \\
 &= 465.96 \text{ g/mol} \times (2 \times 0,0021357 \text{ mol}) \\
 &= 1,9904 \text{ g} \\
 - \text{TiO}_2 &= \text{Mr} \times n \text{ TiO}_2 \\
 &= 79.867 \text{ g/mol} \times (4 \times 0,0021357 \text{ mol}) \\
 &= 0,6824 \text{ g} \\
 - \text{KCl} &= 7 \times \text{Mr} \times n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \\
 &= 7 \times 74,5 \text{ g/mol} \times 0,0021357 \text{ mol} \\
 &= 1,1139 \text{ g}
 \end{aligned}$$

2. Konsentrasi V = 0,05



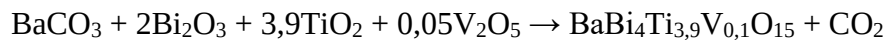
$$\begin{aligned}
 n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{15} &= \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} \\
 &= \frac{3 \text{ gr}}{1404,8733 \text{ gr/mol}} \\
 &= 0,0021354 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Massa yang diperlukan :

$$\begin{aligned}
 - \text{BaCO}_3 &= \text{Mr} \times n \text{ BaCO}_3 \\
 &= 197,336 \text{ g/mol} \times 0,0021354 \text{ mol} \\
 &= 0,4214 \text{ g} \\
 - \text{Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mr} \times n \text{ Bi}_2\text{O}_3 \\
 &= 465,96 \text{ g/mol} \times (2 \times 0,0021354) \text{ mol} \\
 &= 1,9902 \text{ g} \\
 - \text{TiO}_2 &= \text{Mr} \times n \text{ TiO}_2 \\
 &= 79,867 \text{ g/mol} \times (3,95 \times 0,0021354 \text{ mol}) \\
 &= 0,6738 \text{ g} \\
 - \text{V}_2\text{O}_5 &= \text{Mr} \times n \text{ V}_2\text{O}_5 \\
 &= 181,88 \text{ g/mol} \times (0,025 \times 0,0021354 \text{ mol}) \\
 &= 0,0097 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 - \text{KCl} &= 7 \times \text{Mr} \times n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \\
 &= 7 \times 74,5 \text{ g/mol} \times 0,001354 \text{ mol} \\
 &= 1,1138
 \end{aligned}$$

3. Konsentrasi V = 0,1

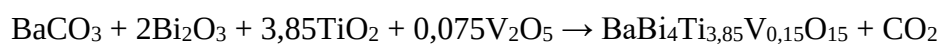


$$\begin{aligned}
 n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_{3,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{15} &= \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} \\
 &= \frac{3 \text{ gr}}{1405,0299 \text{ gr/mol}} \\
 &= 0,0021352 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Massa yang diperlukan :

$$\begin{aligned}
 - \text{BaCO}_3 &= \text{Mr} \times n \text{ BaCO}_3 \\
 &= 193,336 \text{ g/mol} \times 0,0021352 \text{ mol} \\
 &= 0,4130 \text{ g} \\
 - \text{Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mr} \times n \text{ Bi}_2\text{O}_3 \\
 &= 465,96 \text{ g/mol} \times (2 \times 0,0021352 \text{ mol}) \\
 &= 1,9898 \text{ g} \\
 - \text{TiO}_2 &= \text{Mr} \times n \text{ TiO}_2 \\
 &= 79,867 \text{ g/mol} \times (3,9 \times 0,0021352 \text{ mol}) \\
 &= 0,6651 \text{ g} \\
 - \text{V}_2\text{O}_5 &= \text{Mr} \times n \text{ V}_2\text{O}_5 \\
 &= 181,88 \text{ g/mol} \times (0,05 \times 0,0021352 \text{ mol}) \\
 &= 0,0195 \text{ g} \\
 - \text{KCl} &= 7 \times \text{Mr} \times n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \\
 &= 7 \times 74,5 \text{ g/mol} \times 0,0021352 \text{ mol} \\
 &= 1,1137 \text{ g}
 \end{aligned}$$

4. Konsentrasi V = 0,15



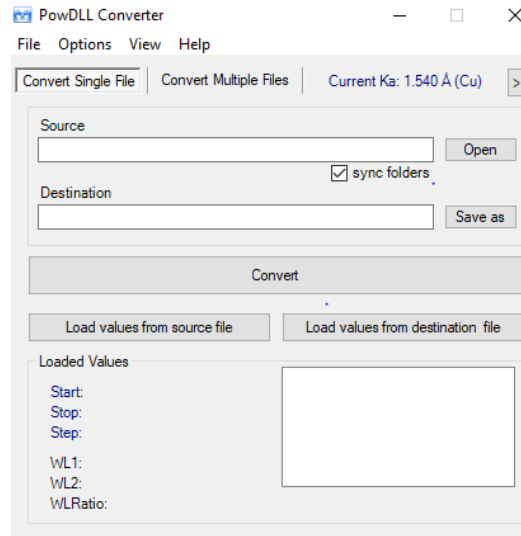
$$\begin{aligned}
 n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_{3,85}\text{V}_{0,15}\text{O}_{15} &= \frac{\text{Massa}}{Mr} \\
 &= \frac{3gr}{1405,18655 \text{ gr/mol}} \\
 &= 0,0021349 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Massa yang diperlukan :

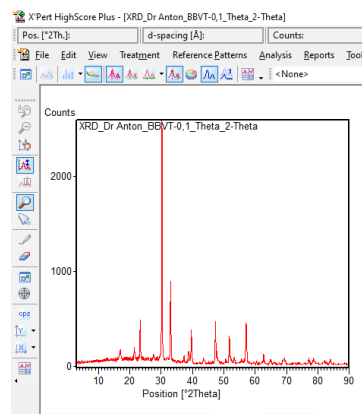
$$\begin{aligned}
 - \text{BaCO}_3 &= Mr \times n \text{ BaCO}_3 \\
 &= 193,336 \text{ g/mol} \times 0,0021349 \text{ mol} \\
 &= 0,4128 \text{ g} \\
 - \text{Bi}_2\text{O}_3 &= Mr \times n \text{ Bi}_2\text{O}_3 \\
 &= 465,96 \text{ g/mol} \times (2 \times 0,0021349 \text{ mol}) \\
 &= 1,9897 \text{ g} \\
 - \text{TiO}_2 &= Mr \times n \text{ TiO}_2 \\
 &= 79,867 \text{ g/mol} \times (3,85 \times 0,0021349 \text{ mol}) \\
 &= 0,6565 \text{ g} \\
 - \text{V}_2\text{O}_5 &= Mr \times n \text{ V}_2\text{O}_5 \\
 &= 181,88 \text{ g/mol} \times (0,075 \times 0,0021349 \text{ mol}) \\
 &= 0,0291 \text{ g} \\
 - \text{KCl} &= 7 \times Mr \times n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \\
 &= 7 \times 74,5 \text{ g/mol} \times 0,0021349 \text{ mol} \\
 &= 1,11
 \end{aligned}$$

Lampiran 4. Tahapan Analisis Data Standar dan Pengotor Senyawa BBT Menggunakan Perangkat *X'Pert HighScore* dan *OriginPro 2018*

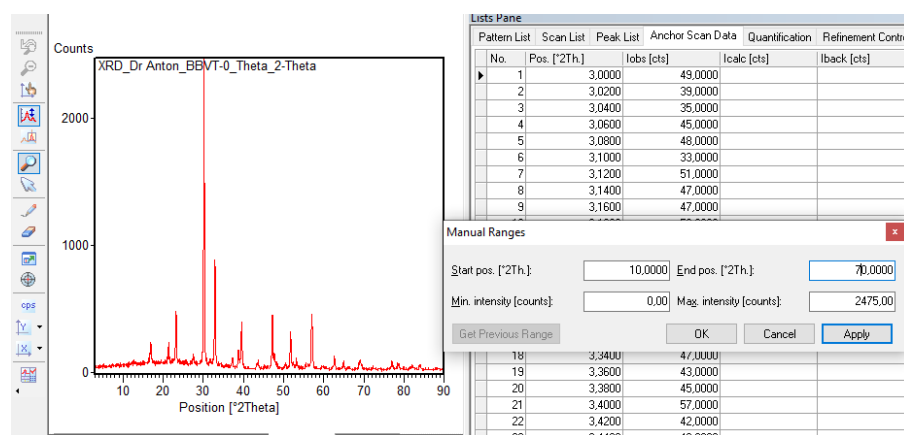
1. Buka aplikasi *PowDLL Converter* untuk mengonversi eksistensi data output dari Ragaku ASC (*.asc) ke XRDML (*.xrdml)



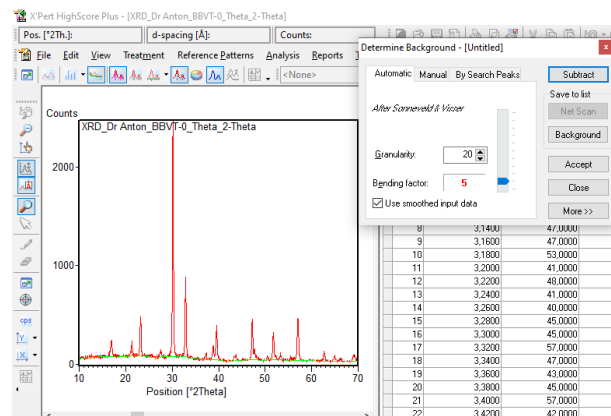
2. Drop file XRDML (*.xrdml) ke perangkat *X'pert HighScore*



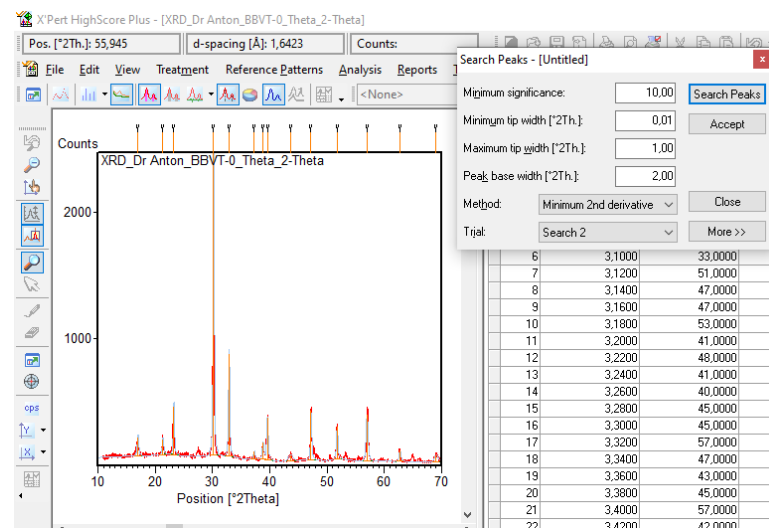
3. Klik kanan → *Set Manual Range*



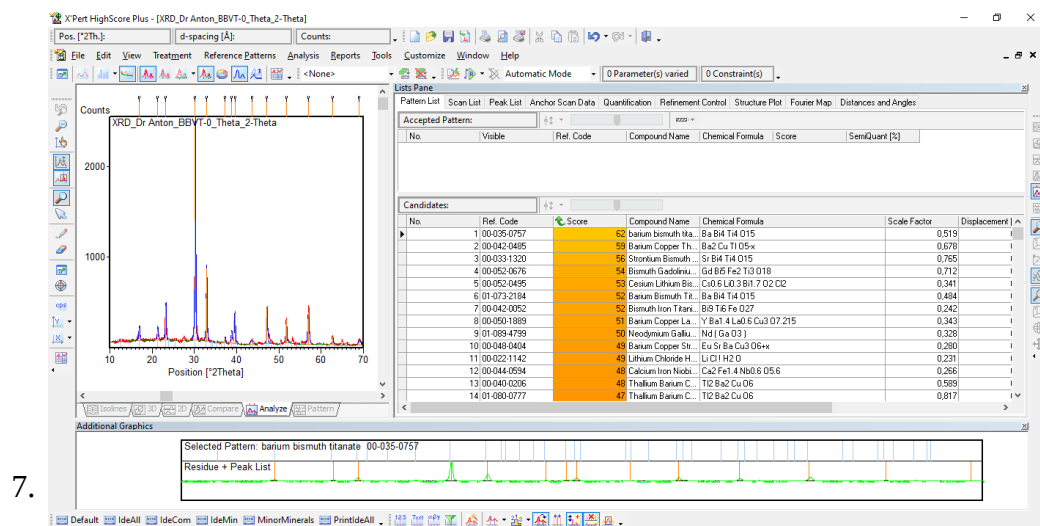
4. Klik kanan → *Determine Background* → *Accept*

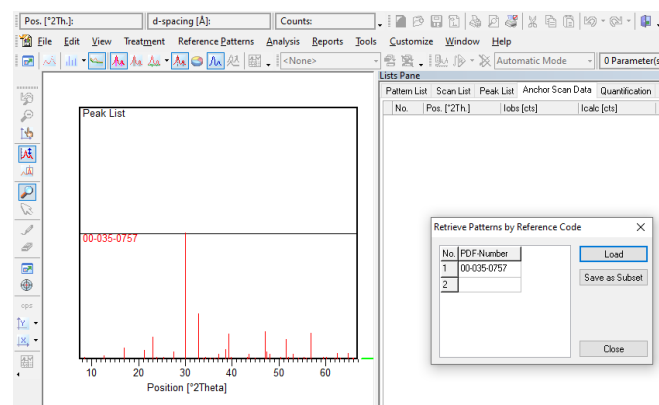


5. Klik kanan → *Search Peaks* → *Accept*

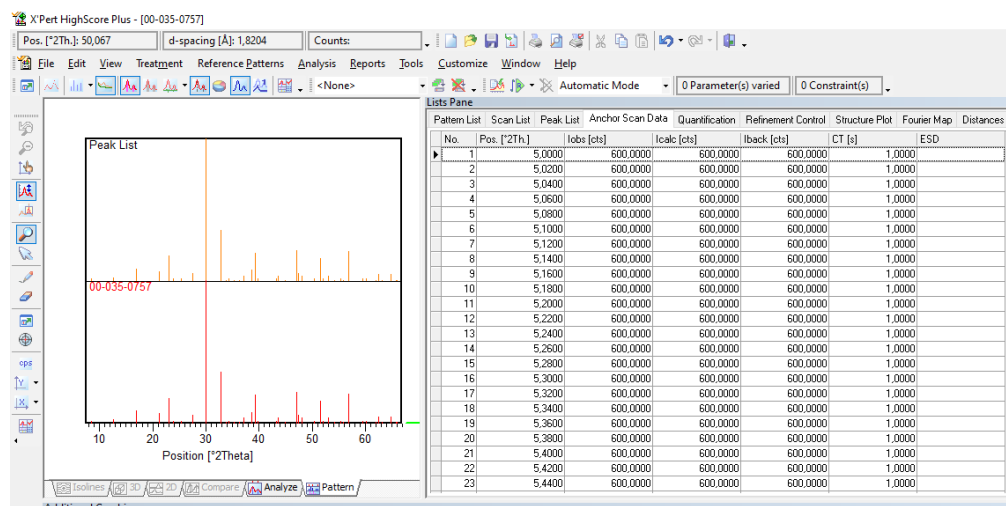


6. Klik kanan → *Search Match* → *Restriction* → *Edit Restriction Set* → *Periodic Table* → *Search* (untuk mencari data standar JCPDS yang sesuai dengan sampel)





8. Klik *Pattern List* → *Simulate Scan from Pattern* → *Anchor Scan Data*

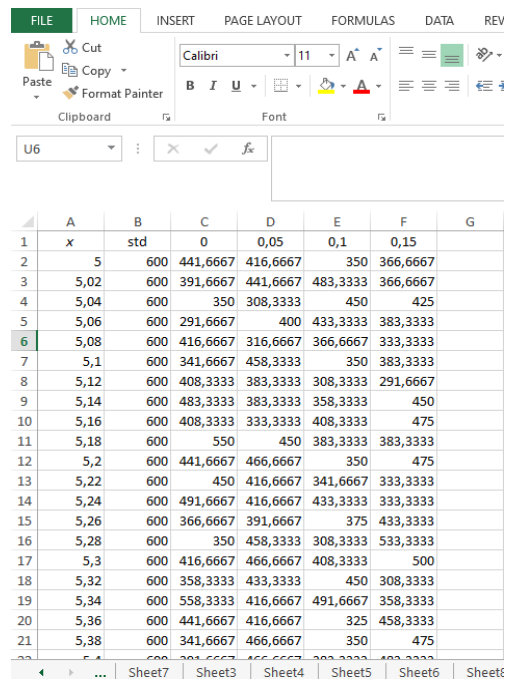


9. Copy ke Microsoft Office Excel

The screenshot shows the Microsoft Excel interface with the data copied from the X'Pert HighScore Plus software. The data is pasted into the 'D1' cell, starting from column D. The data is organized into columns: No., Pos. [°2Th], Iobs [cts], Icalc [cts], Iback [cts], CT [s], and ESD. The 'Icalc [cts]' column is highlighted in grey.

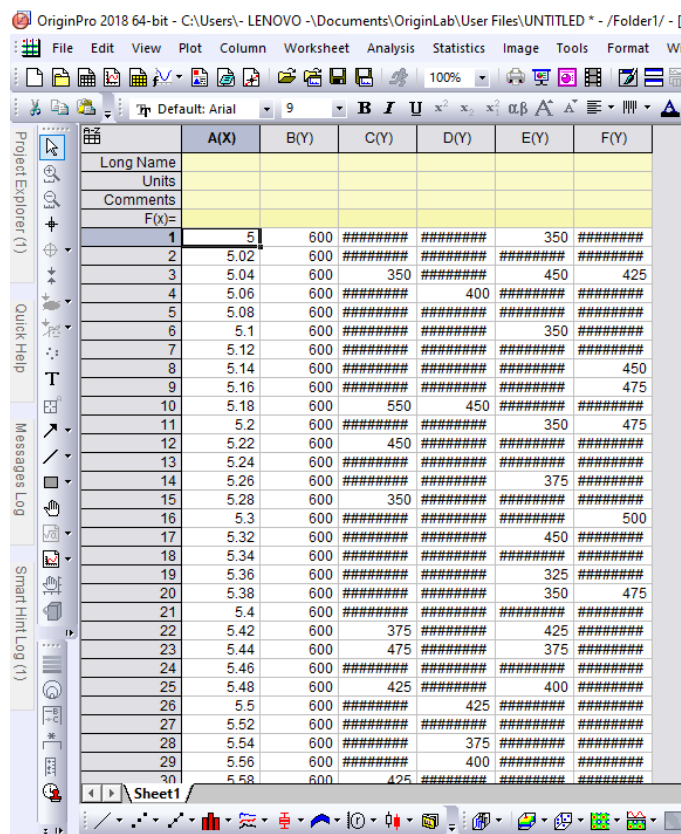
No.	Pos. [°2Th]	Iobs [cts]	Icalc [cts]	Iback [cts]	CT [s]	ESD
1	5.0000	600	600	600	1	
2	5.0200	600	600	600	1	
3	5.0400	600	600	600	1	
4	5.0600	600	600	600	1	
5	5.0800	600	600	600	1	
6	5.1000	600	600	600	1	
7	5.1200	600	600	600	1	
8	5.1400	600	600	600	1	
9	5.1600	600	600	600	1	
10	5.1800	600	600	600	1	
11	5.2000	600	600	600	1	
12	5.2200	600	600	600	1	
13	5.2400	600	600	600	1	
14	5.2600	600	600	600	1	
15	5.2800	600	600	600	1	
16	5.3000	600	600	600	1	
17	5.3200	600	600	600	1	
18	5.3400	600	600	600	1	
19	5.3600	600	600	600	1	
20	5.3800	600	600	600	1	
21	5.4000	600	600	600	1	

10. Masukkan data *Icalc [cts]* dari standar dan *Intensity (cps)* dari masing-masing sampel BaBi₄Ti_{4-x}V_xO₁₅ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15$).



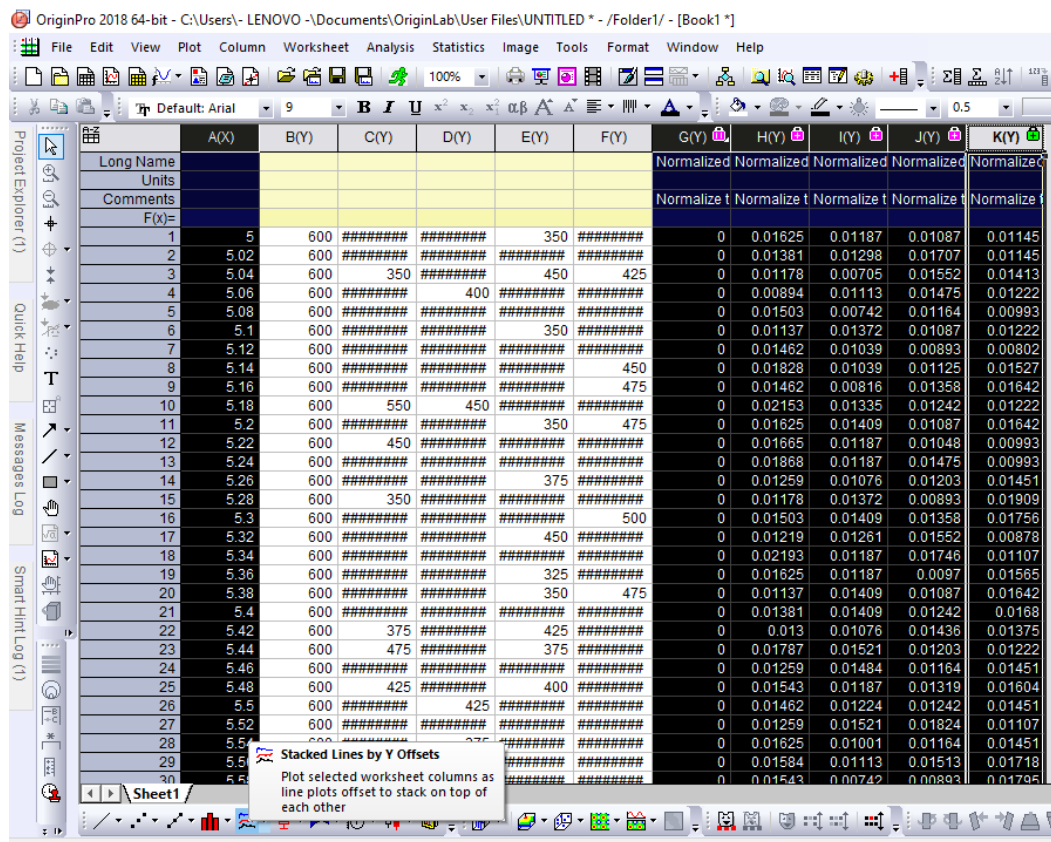
	A	B	C	D	E	F	G
1	x	std	0	0,05	0,1	0,15	
2	5	600	441,6667	416,6667	350	366,6667	
3	5,02	600	391,6667	441,6667	483,3333	366,6667	
4	5,04	600	350	308,3333	450	425	
5	5,06	600	291,6667	400	433,3333	383,3333	
6	5,08	600	416,6667	316,6667	366,6667	333,3333	
7	5,1	600	341,6667	458,3333	350	383,3333	
8	5,12	600	408,3333	383,3333	308,3333	291,6667	
9	5,14	600	483,3333	383,3333	358,3333	450	
10	5,16	600	408,3333	333,3333	408,3333	475	
11	5,18	600	550	450	383,3333	383,3333	
12	5,2	600	441,6667	466,6667	350	475	
13	5,22	600	450	416,6667	341,6667	333,3333	
14	5,24	600	491,6667	416,6667	433,3333	333,3333	
15	5,26	600	366,6667	391,6667	375	433,3333	
16	5,28	600	350	458,3333	308,3333	533,3333	
17	5,3	600	416,6667	466,6667	408,3333	500	
18	5,32	600	358,3333	433,3333	450	308,3333	
19	5,34	600	558,3333	416,6667	491,6667	358,3333	
20	5,36	600	441,6667	416,6667	325	458,3333	
21	5,38	600	341,6667	466,6667	350	475	

11. Copy paste data excel ke perangkat lunak OriginPro 2018



	A(X)	B(Y)	C(Y)	D(Y)	E(Y)	F(Y)
Long Name						
Units						
Comments						
F(x)=						
1	5	600	#####	#####	350	#####
2	5.02	600	#####	#####	#####	#####
3	5.04	600	350	#####	450	425
4	5.06	600	#####	400	#####	#####
5	5.08	600	#####	#####	#####	#####
6	5.1	600	#####	#####	350	#####
7	5.12	600	#####	#####	#####	#####
8	5.14	600	#####	#####	#####	450
9	5.16	600	#####	#####	#####	475
10	5.18	600	550	450	#####	#####
11	5.2	600	#####	#####	350	475
12	5.22	600	450	#####	#####	#####
13	5.24	600	#####	#####	#####	#####
14	5.26	600	#####	#####	375	#####
15	5.28	600	350	#####	#####	#####
16	5.3	600	#####	#####	#####	500
17	5.32	600	#####	#####	450	#####
18	5.34	600	#####	#####	#####	#####
19	5.36	600	#####	#####	325	#####
20	5.38	600	#####	#####	350	475
21	5.4	600	#####	#####	#####	#####
22	5.42	600	375	#####	425	#####
23	5.44	600	475	#####	375	#####
24	5.46	600	#####	#####	#####	#####
25	5.48	600	425	#####	400	#####
26	5.5	600	#####	425	#####	#####
27	5.52	600	#####	#####	#####	#####
28	5.54	600	#####	375	#####	#####
29	5.56	600	#####	400	#####	#####
30	5.58	600	425	#####	#####	#####

12. Klik *Normalize* → *Stacked lines by Y Offsets*



13. Atur format difraktogram seperti format di bawah ini:

- a. *Units* : (mm)
Width : 85
Height : 85
- b. *X axis*
Scale (Horizontal) = from (10); to (70)
(Vertikal) = from (-0,15); to (5)
Line and Ticks = *Bottom* → *Thickness* : 0,3
Length : 3
Style : Out
Top → *Thickness* : 0,3
Length : 3
Style : None
Left & Right (sama seperti “Top”)
- c. Ukuran *Font* = 10
- d. Beri nama pada masing-masing sampe

14. *Copy Page* ke Microsoft Office Word untuk memudahkan dalam menentukan puncak-puncak pengotor dan pergeseran puncak difraksi. Setelah ditemukan puncak-puncak pengotor, kemudian cari kemungkinan senyawa pengotor yang terbentuk di perangkat lunak *X'Pert HighScore*.

15. Kemudian, diolah kembali di perangkat lunak *OriginPro 2018*.

Lampiran 7. Tahapan Analisis Data Energi Celah Pita BBT Menggunakan Perangkat *OriginPro 2018*

1. Dari hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS didapatkan grafik hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang yang ditampilkan pada Gambar L.7. Kemudian dilakukan *Stacked lines by Y Offsets* di perangkat lunak *OriginPro 2018* untuk menggabungkan semua spektra sampel dalam satu grafik.
2. Kemudian data output yang diperoleh dianalisis dengan Persamaan Kubelka-Munk (Persamaan 3.1) di Microsoft Office Excel.
3. Kemudian, diolah menjadi grafik hubungan $F(R)hv^{1/2}$ di sumbu x dengan energi celah pita (hv) di sumbu y menggunakan perangkat lunak *OriginPro 2018*. Energi celah pita ditentukan dengan menarik garis lurus pada kurva yang menurun hingga $y=0$ pada semua sampel.
4. Setelah itu, dilakukan *Stacked lines by Y Offsets* untuk menggabungkan semua spektra dalam satu grafik.