

**UJI AKTIVITAS MATERIAL FOTOKATALIS $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb)
DALAM MENDEGRADASI METILEN BIRU**

SKRIPSI

**Oleh:
MUHAMMAD LATHIF AL-ABROR
NIM. 16630065**



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

**UJI AKTIVITAS MATERIAL FOTOKATALIS $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb)
DALAM MENDEGRADASI METILEN BIRU**

SKRIPSI

**Oleh:
MUHAMMAD LATHIF AL-ABROR
NIM. 16630065**

**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**

**UJI AKTIVITAS MATERIAL FOTOKATALIS $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb)
DALAM MENDEGRADASI METILEN BIRU**

SKRIPSI


Oleh:

**MUHAMMAD LATHIF AL-ABROR
NIM. 16630065**

Telah disetujui oleh

Pembimbing I

Pembimbing II



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



**Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I
NIPT. 20142011409**

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**



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

**UJI AKTIVITAS MATERIAL FOTOKATALIS $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb)
DALAM MENDEGRADASI METILEN BIRU**

SKRIPSI

Oleh :
MUHAMMAD LATHIF AL-ABROR
NIM. 16630065

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 23 Desember 2021**

Penguji Utama : Eny Yulianti, M.Si (.....)
NIP. 19760611 200502 2 006

Ketua Penguji : Rif'atul Mahmudah, M.Si (.....)
NIDT. 19830125 20160801 2 068

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

Anggota Penguji : Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I. (.....)
NIPT. 20142011409

**Mengesahkan,
Ketua Program Studi**



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini:

Nama : Muhammad Lathif Al-Abror
NIM : 16630065
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Uji Aktivitas Material Fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) Dalam Mendegradasi Metilen Biru

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

Malang, 24 Desember 2021
Yang membuat pernyataan



Muhammad Lathif Al-Abror
NIM. 16630065

HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

Orang tua yaitu Bapak M.Choiri dan Ibu Siti Wakhidah yang telah memberi dukungan dan pelajaran hidup untuk menghadapi segala permasalahan dengan baik dan telah merawat serta mendidik saya menjadi pribadi yang lebih baik. Tidak lupa untuk kakak adik saya yaitu M. Kholid, Khotim, dan Rifa yang selalu memberikan dukungan moril sebagai motivasi dalam menyelesaikan tugas akhir. Terakhir untuk diri saya sendiri yang sudah sampai di titik ini semoga Allah membalas pribadi ini dengan sebaik-baiknya balasan.

Motto

“Segala sesuatu pasti ada pengecualian”

KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah penulis haturkan kehadiran Allah SWT yang telah memberihkan rahmat, taufik, serta hidayah-Nya kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan proposal penelitian dengan judul “Uji Aktivitas Material Fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) dalam Mendegradasi Metilen Biru” ini. Shalawat dan salam tetap terlimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW, yang telah membawa cahaya Islam. Penulis menyadari dalam proses penyusunan proposal penelitian ini tak lepas dari peran berbagai pihak, dengan ini penulis sampaikan ucapan terimakasih kepada:

1. Kedua orang tua penulis yang selalu mendukung secara moril dan materiil kepada penulis.
2. Prof Dr. M. Zainuddin, MA selaku rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I selaku dosen pembimbing yang telah bersedia meluangkan waktunya dalam membimbing dan memberi masukan sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.
4. Seluruh dosen Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang atas ilmu yang telah diberikan
5. Seluruh teman-teman saya, terutama teman sepenelitian (Indra, Fikri, Usman, Novia, Silfia), teman kelas kimia B'16, dan juga teman sekontrakan Ikadha Malang yang telah membantu dalam penyelesaian penelitian ini.

Penulis menyadari penelitian ini jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, kritik, saran, serta bimbingan yang sifatnya membangun sangat penulis harapkan.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
LEMBAR KEASLIAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR LAMPIRAN	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR PERSAMAAN	ix
ABSTRAK	x
ABSTRACK	xi
مستخلص البحث	xii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan.....	7
1.4 Batasan Masalah.....	8
1.5 Manfaat Penelitian.....	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Senyawa Aurivillius Lapis Empat $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb)	9
2.2 Fotokatalis	11
2.3 Senyawa Aurivillius $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) Sebagai Material Fotokatalis	13
2.4 Pandangan Islam tentang Material Fotokatalis	15
2.5 Pengaruh Kation A pada Aktivitas Fotokatalis	18
2.6 Pengaruh Morfologi pada Aktivitas Fotokatalis	20
2.7 Sintesis Senyawa Aurivillius dengan Metode Lelehan Garam	24
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Pelaksanaan Penelitian	28
3.2 Alat dan Bahan	28
3.2.1 Alat	28
3.2.2 Bahan	28
3.3 Tahapan Penelitian	29
3.4 Prosedur Kerja	30
3.4.1 Sintesis $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) dengan Metode Lelehan Garam.....	30
3.4.2 Karakterisasi dan Analisis Hasil Sintesis dengan XRD.....	31
3.4.3 Karakterisasi dan Analisis Hasil Sintesis dengan SEM.....	31
3.4.4 Karakterisasi dan Analisis Hasil Sintesis dengan Spektroskopi.... UV-Vis DRS	32

3.4.5 Uji Fotokatalis Hasil Sintesis dengan Spektroskopi UV-Vis	32
3.4.5.1 Pembuatan Larutan Induk Metilen Biru	32
3.4.5.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru	33
3.4.5.3 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru	33
3.4.5.4 Uji Kestabilan Metilen Biru.....	33
3.4.5.5 Pengujian Aktivitas Fotokatalis dalam Degradasi Metilen Biru	34
3.4.5.6 Data Uji Fotokatalis	35

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Sintesis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) dengan Metode Lelehan Garam ..	36
4.2. Karakterisasi $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) menggunakan XRD	38
4.3. Karakterisasi $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) menggunakan SEM-ED	39
4.4. Karakterisasi $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) menggunakan UV-Vis DRS	41
4.5. Uji fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) menggunakan Spektroskopi UV-Vis	43
4.5.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru	43
4.5.2. Pembuatan Kurva Standar Larutan Metilen Biru	43
4.5.3. Pengujian Aktivitas Fotokatalitik $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) dalam Mendegradasi Metilen Biru	44
4.5.3.1. Uji kestabilan Larutan Metilen Biru	44
4.5.3.2. Uji Adsorpsi-desorpsi $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$).....	45
4.5.3.3. Uji Degradasi $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) terhadap Larutan Metilen Biru.....	46
4.6. Dialog Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam.....	50

BAB V PENUTUP

5.1. Kesimpulan	54
5.2. Saran.....	54

DAFTAR PUSTAKA	55
LAMPIRAN.....	60

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir.....	60
Lampiran 2. Perhitungan	64
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi menggunakan XRD.....	69
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi menggunakan SEM	74
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi menggunakan EDS.....	75
Lampiran 6. Hasil Analisis DRS	77
Lampiran 7. Hasil Analisis Uji Fotokatalis.....	79

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur senyawa Aurivilius Lapis Empat $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb)	11
Gambar 2.2	Mekanisme reaksi fotokatalis	12
Gambar 2.3	Aktivitas fotoreduksi katalis SBTO, BTO, P25, dan BiOBr	14
Gambar 2.4	Aktivitas fotodegradasi RhB dengan katalis BBT dan BBT-Ag	15
Gambar 2.5	Hasil SEM untuk (a) senyawa non-doped $NaTaO_3$ (b) $NaTaO_3$ terdoping La.....	19
Gambar 2.6	Aktivitas fotokatalitik dari (a) SBN (b) BBN	20
Gambar 2.7	Morfologi partikel BTO (a) dengan metode padatan (BTO-0); (b-h) dengan metode lelehan garam: (b) BTO-4; (c) BTO-8; (d) BTO-16; (e) BTO-32; (f) BTO-40 (g); BTO-50; (h) BTO-60	22
Gambar 2.8	Aktivitas fotokatalitik degradasi RhB senyawa BTO	22
Gambar 2.9	Gambar SEM senyawa M- Bi_2WO_6 dengan rasio garam (suhu kalsinasi 400°C selama 8 jam) (a) 1:5; (b) 1:10 (c) 1:15; (d) 1:20	23
Gambar 2.10	Gambar SEM senyawa H- Bi_2WO_6 dengan variasi pH (a) pH:3; (b) pH:5 (c) pH:7; (d) pH:9	24
Gambar 2.11	Pola XRD Bi_2NbO_5F yang disintesis dengan metode lelehan garam (BF) dan metode padatan (BF-S)	25
Gambar 2.12	Morfologi partikel senyawa (a) BF-S (b) BF	25
Gambar 2.13	Pola XRD dan hasil SEM $Bi_4Ti_3O_{12}$ yang disintesis menggunakan garam NaCl-KCl pada suhu 650, 850, dan 1050 °C	26
Gambar 2.14	Pola XRD dan hasil SEM $Bi_4Ti_3O_{12}$ yang disintesis menggunakan garam Na_2SO_4 - K_2SO_4 pada suhu 650, 850, dan 1050 °C	27
Gambar 4.1	(a) sampel sebelum pemanasan, (b) sampel setelah melalui tahap pemanasan, (c) sampel $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Pb, Ba) hasil sintesis dengan metode lelehan garam NaCl/KCl	37
Gambar 4.2	Difraktogram senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Pb, Ba)	38
Gambar 4.3	Mikrograf SEM senyawa: (a) $PbBi_4Ti_4O_{15}$, (b) $BaBi_4Ti_4O_{15}$, (c) $SrBi_4Ti_4O_{15}$	40
Gambar 4.4	Spektra DRS hubungan % Reflektansi dengan panjang gelombang senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb).....	41
Gambar 4.5	Spektra DRS energi celah pita senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb).....	41
Gambar 4.6	Spektrum UV-Vis metilen biru	43
Gambar 4.7	Regresi linier metilen biru konsentrasi 1-8 ppm	44
Gambar 4.8	Spektrum UV-Vis hubungan antara absorbansi dan panjang gelombang dari metilen biru pada: (a) kondisi gelap, (b) kondisi terang	45
Gambar 4.9	Konsentrasi metilen biru ketika uji kestabilan dalam rentang waktu 0-120 menit pada: (a) kondisi gelap, (b) kondisi terang...	45
Gambar 4.10	Konsentrasi metilen biru setelah proses degradasi oleh material fotokatalis: (a) $SrBi_4Ti_4O_{15}$, (b) $BaBi_4Ti_4O_{15}$, (c) $PbBi_4Ti_4O_{15}$	47
Gambar 4.11	Fitting linier aktivitas fotodegradasi metilen biru oleh: (a) $SrBi_4Ti_4O_{15}$, (b) $PbBi_4Ti_4O_{15}$, (c) $BaBi_4Ti_4O_{15}$	49

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Data Kristalografi senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$)	10
Tabel 2.2 Nilai energi celah pita dan aktivitas fotokatalitik untuk produksi H_2 dan O_2 untuk berbagai senyawa	15
Tabel 2.3 Luas Permukaan BET sampel BTO	22
Tabel 3.1 Komposisi prekursor senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$).....	31
Tabel 3.2 Data yang dihasilkan berdasarkan perlakuan.....	35
Tabel 4.1 Presentase unsur-unsur $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$).....	40
Tabel 4.2 Nilai energi celah pita fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$)	42
Tabel 4.3 Rangkuman aktivitas fotodegradasi metilen biru oleh fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$).....	47

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Persamaan Kubelka-Munk.....	32
Persamaan 3.2 Persamaan Persen Degradasi	34

ABSTRAK

Al-Abror, Muhammad Lathif. 2021. **Uji Aktivitas Material Fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) dalam Mendegradasi Metilen Biru.** Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing : Dr. Anton Prasetyo M. Si.

Kata kunci: $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$), kation *A-site*, aktivitas fotokatalitik, metode lelehan garam.

Senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) merupakan senyawa keluarga Aurivillius yang memiliki potensi sebagai material fotokatalis, selain fungsi umumnya sebagai material feroelektrik untuk aplikasi pada memori (Fe-RAM). Beberapa faktor yang mempengaruhi kinerja fotokatalitik adalah energi celah pita dan morfologi partikel yang dihasilkan. Kation *A-site* dilaporkan dapat mempengaruhi kinerja fotokatalitik dalam hal energi celah pita yang dihasilkan. Morfologi yang baik dilaporkan dapat dicapai dengan metode sintesis lelehan garam. Dalam penelitian ini, telah dilakukan sintesis fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) dengan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl. Difraktogram senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) menunjukkan bahwa sampel berhasil disintesis dan terdapat fasa pengotor. Mikrograf SEM menunjukkan bahwa morfologi sampel adalah *plate-like* dan terbentuk agglomerat. Hasil UV-Vis DRS menunjukkan kation *A* yang lebih elektronegatif menghasilkan energi celah pita yang kecil. Energi celah pita senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) secara berurutan adalah 3,17; 3,26; 3,05 eV. Hasil uji degradasi metilen biru menggunakan fotoreaktor dengan 8 lampu UV *blacklight* daya 8 watt pada kondisi pH netral menunjukkan urutan fotokatalis dengan aktivitas fotodegradasi yang terbaik adalah $SrBi_4Ti_4O_{15}$, $PbBi_4Ti_4O_{15}$, dan $BaBi_4Ti_4O_{15}$.

ABSTRACT

Al-Abror, Muhammad Lathif. 2021. **Photocatalytic Activity Test of $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) in Methylene Blue Degradation.** Department of Chemistry, Science and Technology Faculty, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor : Dr. Anton Prasetyo M. Si.

Kata kunci: $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$), A-site cation, photocatalytic activity, molten salts.

$ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) is a compound of the Aurivillius family that has potential as a photocatalyst, in addition to its general function as a ferroelectric material for applications in memory (Fe-RAM). Some of the factors that influence the photocatalytic activity are the bandgap energy and particle morphology. The A-site cation is reported to affect the photocatalytic activity in terms of the bandgap energy, due to the difference in radius. good morphology is reported can be achieved by the molten salt method. In this research, the synthesis of $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) photocatalyst has been carried out using the molten salt flux method of NaCl-KCl. The diffractogram of the $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) showed that the sample was successfully synthesized and there was an impurity phase. The SEM micrographs showed that the morphology of the samples was plate-like and agglomerates were formed. The UV-Vis DRS spectrum showed that the more electronegative A site cation resulted in a small band gap energy. The band gap energy of the $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) were 3,17; 3,26; 3,05 eV, respectively. The results of the methylene blue degradation test using a photoreactor with 8 UV blacklight lamps of 8 watts at neutral pH conditions showed that the sequence of photocatalysts with the best photodegradation activity were $SrBi_4Ti_4O_{15}$, $PbBi_4Ti_4O_{15}$, and $BaBi_4Ti_4O_{15}$.

مستخلص البحث

الأبرار، محمد لطيف. 2021. اختبار نشاط مادة الحفاز الضوئي $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A=Sr, Ba, Pb) في تحلل الميثيلين الأزرق. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف: الدكتور أنتون فراستيو، الماجستير

الكلمات المفتاحية: $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A=Sr, Ba, Pb)، الكاتيون الموقع، نشاط التحفيز الضوئي، طريقة ذوبان الملح

إن مركب $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A=Sr, Ba, Pb) هو مركب من عائلة Aurivillius التي لها إمكانية كمواد محفز ضوئي، بالإضافة إلى وظيفتها العامة كمادة حديدية كهربائية للتطبيقات في الذاكرة (Fe-RAM). العديد من العوامل التي تؤثر على أداء التحفيز الضوئي هي طاقة فجوة النطاق ومورفولوجيا الجسيمات الناتجة. تم الإبلاغ عن أن الكاتيون الموقع يؤثر على أداء التحفيز الضوئي من حيث طاقة فجوة النطاق الناتجة. تم الإبلاغ عن تحقيق مورفولوجيا جيدة بواسطة طريقة تصنيع الملح المصهور. في هذا البحث تم تصنيع المحفز الضوئي $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A=Sr, Ba, Pb) باستخدام طريقة ذوبان الملح المختلط من NaCl-KCl. أظهر مخطط الحيود لمركب $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A=Sr, Ba, Pb) أنه تم تصنيع العينة بنجاح وكان هناك مرحلة شوائب. تظهر الصور المجهرية SEM أن مورفولوجيا العينة تشبه الصفيحة وتتشكل التكتلات. أظهرت نتائج UV-Vis DRS أن الكاتيون الأكثر كهرسلبية أدى إلى طاقة فجوة نطاق صغيرة. تبلغ طاقة فجوة النطاق لمركب $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A=Sr, Ba, Pb) على التوالي 3،17؛ 3،26؛ 3،05 فولت. أظهرت نتائج اختبار تحلل الميثيلين الأزرق أن تسلسل المحفزات الضوئية مع أفضل نشاط تحلل ضوئي هي $SrBi_4Ti_4O_{15}$ و $PbBi_4Ti_4O_{15}$.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Masalah

Polusi air akibat polutan organik telah menarik perhatian dunia karena ancaman seriusnya terhadap lingkungan yang mayoritas dihasilkan oleh industri tekstil (Schwarzbenb, dkk., 2006). Polutan zat warna yang cenderung karsinogenik ini bersifat stabil dan tidak dapat terurai dengan proses biologi (*non-biodegradable*) karena strukturnya yang kompleks (Cripps, 1990). Berbagai metode telah dikembangkan untuk penanganan masalah ini di antaranya dengan sedimentasi, filtrasi, adsorpsi, koagulasi, ozonisasi, dan perlakuan biologis. Tetapi metode-metode tersebut mempunyai kelemahan seperti proses filtrasi dan adsorpsi yang sifatnya non destruktif yakni hanya transfer kontaminan dari fase cair ke permukaan padat sehingga memerlukan perawatan lebih lanjut (Ibhadon dan Fitzpatrick, 2013; Uddin, 2017). Proses koagulasi kimia menghasilkan lumpur dan polutan sekunder jika tidak ada penanganan yang benar. Perlakuan biologis dinilai tidak efektif dikarenakan sebagian besar zat warna bersifat biopersistensi (tahan terhadap proses biologi) (Groff, 1991; Sue dan Groff, 1990).

Dalam beberapa tahun terakhir, metode fotokatalis telah menarik banyak pihak untuk mengatasi masalah limbah zat warna dikarenakan berbiaya murah, stabil secara kimia, toksisitas rendah (Fujishima, dkk., 2000). Berbagai material fotokatalis heterogen berbasis semikonduktor yang sangat komersial aplikasinya telah berhasil disintesis antara lain TiO_2 , CdS , ZnO , dan WO_3 . Namun material komersial tersebut memiliki kelemahan yaitu (a) laju rekombinasi elektron dan

hole yang cepat sebelum menginisiasi proses fotokatalitik sehingga menurunkan aktivitas fotokatalitiknya, (b) sebagian memiliki energi celah pita besar (TiO_2 dan ZnO) sekitar 3,2-3,3 eV, sehingga tidak mampu bekerja dibawah radiasi sinar tampak (He, dkk., 2008; Jingxiang, dkk., 2017; Uma, dkk., 2019). Material lain yang dilaporkan berpotensi digunakan sebagai material fotokatalis adalah senyawa berstruktur Aurivillius.

Manusia sebagai khalifah Allah di bumi sudah seharusnya mampu menjalankan kewajibannya terhadap alam semesta seperti memelihara dan menjaganya, serta memulihkannya jika terjadi suatu kerusakan. Hal ini sesuai dengan *kalamullah al qadim* surat al-Hud ayat 61 sebagai berikut:

هُوَ أَنشَأَكُم مِّنَ الْأَرْضِ وَاسْتَعْمَرَكُمْ فِيهَا فَاسْتَغْفِرُوهُ ثُمَّ تَوْبُوا إِلَيْهِ إِنَّ رَبِّي قَرِيبٌ مُّحِيبٌ (٦١)

Artinya : “Dia telah menciptakanmu dari bumi (tanah) dan menjadikanmu pemakmurnya, karena itu mohonlah ampunan kepada-Nya, kemudian bertobatlah kepada-Nya. Sesungguhnya Tuhanku sangat dekat (rahmat-Nya) dan memperkenankan (doa hamba-Nya).”

Shihab (2005) menjelaskan dalam tafsir al Misbah nya bahwa Allah SWT telah menciptakan manusia dari bumi (tanah) dan menjadikannya untuk memakmurkannya. Huruf *sin* dan *ta'* dalam kata *ista'mara* ada yang memahaminya sebagai perintah sehingga berarti Allah memerintahkan manusia memakmurkan bumi. Thabataba'i memahami kata tersebut dalam arti mengolah bumi sehingga beralih menjadi suatu tempat dan kondisi yang bisa dipetik manfaatnya. Salah satu bentuk interpretasi memakmurkan bumi sesuai disiplin ilmu kimia adalah dengan mengatasi pencemaran lingkungan melalui degradasi limbah organik zat warna menggunakan material fotokatalis seperti Aurivillius.

Senyawa Aurivillius memiliki rumus umum $\text{Bi}_2\text{O}_2[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]$ yaitu gabungan lapisan bismuth dengan lapisan perovskit. Kation A merupakan kation bermuatan +1, +2, atau +3 yang memiliki koordinasi dodekahedral seperti Na^+ , Mg^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , dan Bi^{3+} . Sedangkan kation B merupakan logam transisi bermuatan tinggi yang memiliki koordinasi oktahedral dengan n berupa bilangan bulat ($1 \leq n \leq 8$) yang menunjukkan jumlah oktahedral pada lapisan perovskit, seperti Nb^{5+} , Ti^{4+} , Ta^{6+} , V^{5+} , dan W^{6+} (Borg, dkk., 2002; Aurivillius, 1949). Senyawa jenis Aurivillius sendiri sudah banyak yang berhasil disintesis dikarenakan sifat-sifat penting yang dimilikinya. Sifat-sifat penting dari senyawa Aurivillius antara lain sifat ferroelektrik, fotokatalis, *photoluminescence*, dan termoelektrik (Lazarevic, dkk., 2005; Yao, dkk., 2003; Zhao, dkk., 2014).

$\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($A = \text{Sr}, \text{Ba}, \text{Pb}$) merupakan salah satu famili material Aurivillius lapis empat yang dilaporkan mempunyai sifat ferroelektrik. Senyawa $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($A = \text{Sr}, \text{Ba}, \text{Pb}$) dilaporkan mempunyai struktur kristal orthorombik dengan grup ruang $A2_1am$ namun berbeda kisi akibat ketidakaturan kation A nya (*cation disorder*). Parameter kisi meningkat seiring meningkatnya jari jari kation A ($\text{Sr}^{2+} = 118 \text{ pm}$, $\text{Pb}^{2+} = 119 \text{ pm}$, $\text{Ba}^{2+} = 135 \text{ pm}$). Pada lapisan Bi_2O_2 , jumlah kation A jenis alkali tanah meningkat seiring meningkatnya ukuran kation yakni 0,02% kation Sr^{2+} dan 0,28% kation Ba^{2+} yang menggantikan Bi . Sedangkan senyawa $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ menunjukkan ketidakaturan kation terbesar dengan 40% Bi dalam lapisan Bi_2O_2 terisi oleh kation Pb^{2+} (Kennedy, dkk., 2008).

Sifat lain dari golongan senyawa ini yang juga menarik perhatian banyak pihak adalah sebagai material fotokatalis. Senyawa $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($A = \text{Sr}, \text{Ba}, \text{Pb}$) secara berturut turut memiliki energi celah pita 3,0; 3,2; dan 3,02 eV (Tu, dkk.,

2019; Qi, dkk., 2019; Kim, dkk., 2006). Senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ murni yang disintesis dengan metode hidrotermal dilaporkan memiliki aktivitas fotokatalitik yang cukup bagus ketika diaplikasikan untuk fotodegradasi CO_2 karena polarisasi spontan feroelektrik yang kuat (Tu, dkk., 2019). Meskipun senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) yang disintesis dengan reaksi padatan memiliki energi celah pita cukup besar, material ini mampu mendegradasi Rhodamin B (RhB) sebanyak 15% di bawah radiasi UV-Vis selama 3,5 jam. Potensi fotokatalitik ini dapat ditingkatkan dengan penambahan nanopartikel Ag (BBT-Ag) atau perubahan ukuran partikel dari mikro menjadi nano (Qi, dkk., 2019). Kim, dkk. (2006) melaporkan bahwa Senyawa $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ yang disintesis dengan reaksi padatan memiliki kemampuan pemecahan air (*water splitting*) sebesar $11,2 \mu\text{mol/jam}$ untuk evolusi H_2 dan $433 \mu\text{mol/jam}$ untuk evolusi O_2 . Keberadaan ion timbal memberikan peran penting dalam aktivitas fotokatalitik dikarenakan dalam penelitian tersebut, senyawa hasil yang bebas timbal seperti $\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$, $\text{CaBi}_2\text{NbO}_9$, dan $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ tidak menunjukkan aktivitas fotokatalitik dalam pemecahan air. Senyawa lain yang mengandung ion timbal seperti $\text{PbBi}_2\text{NbO}_9$, dan PbTiO_3 keduanya memiliki aktivitas fotokatalitik secara berturut turut yaitu $3,2 \mu\text{mol/jam H}_2/520 \mu\text{mol/jam O}_2$ dan $13,6 \mu\text{mol/jam H}_2/523 \mu\text{mol/jam O}_2$. Tidak ada laporan informasi mengenai perbandingan energi celah pita dan kemampuan fotokatalitik dari ketiga senyawa diatas ($\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$, $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$, $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$) yang disintesis dalam satu waktu dengan metode yang sama.

Senyawa $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($A = \text{Sr, Ba, Pb}$) dengan perbedaan kation A yang menempati posisi ion Bi^{3+} , tentunya memiliki efek tersendiri terhadap sifat material tersebut salah satunya sifat fotokatalitiknya. Perbedaan substitusi kation A

dilaporkan mempengaruhi nilai energi celah pita dikarenakan efek sterik dan efek induksi yang dihasilkan. Semakin besar kation A mengakibatkan ekspansi volume unit sel sehingga energi pemisahan *valence bond* dengan *covalence bond* berkurang (energi celah pita kecil). Sedangkan efek induksi, semakin elektronegatif kation A maka akan menurunkan densitas elektron sehingga melemahkan ikatan dan menurunkan energi celah pita (Hur, dkk., 2006). Berdasarkan penelitian Hur, dkk. (2006) energi celah pita $\text{Ba}(\text{In}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ lebih kecil dari pada energi celah pita untuk $\text{Sr}(\text{In}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ yaitu 3,30 dan 3,62 eV. Hal ini mengindikasikan dalam hal ini efek sterik lebih berpengaruh dari pada efek induksi. Li, dkk. (2008) juga melaporkan bahwa untuk senyawa $\text{ABi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ ($A = \text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba}$), urutan kemampuan fotokatalitiknya adalah $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9 > \text{CaBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9 > \text{BaBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ dengan nilai energi celah pita secara berurutan adalah 3,64; 3,67; dan 3,52 eV. Luas permukaan dari senyawa tersebut tidak berbeda signifikan sehingga bukan menjadi faktor terjadinya perbedaan aktivitas fotokatalitiknya. Adapun faktor utama penyebab perbedaan aktivitas fotokatalisnya terdapat pada perbedaan struktur kristal dan struktur elektronik. Struktur kristal dari $\text{BaBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ adalah tetragonal, berbeda dari dua senyawa lainnya yaitu ortorombik. Hal itu menyebabkan aktivitas fotokatalitiknya menjadi paling rendah karena tidak adanya distorsi kisi/tidak adanya pergeseran ion pada *pseudo* tetragonal $\text{BaBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$. Sedangkan pada $\text{ABi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ ($A = \text{Ca}, \text{Sr}$), meningkatnya ukuran kation A^{2+} menyebabkan peningkatan sudut ikatan Ta-O-Ta yaitu $152,313^\circ$ ($\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$) dan $145,382^\circ$ ($\text{CaBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$). Sudut ikatan Ta-O-Ta yang semakin mendekati sudut ideal 180° maka semakin banyak energi eksitasi yang terdelokalisasi sehingga aktivitas fotokatalitik $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ lebih baik dari pada

$\text{CaBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$. Hal ini mengindikasikan bahwa jenis kation A akan mempengaruhi aktivitas fotokatalitiknya.

Morfologi suatu partikel fotokatalis juga berperan penting dalam aktivitas fotokatalitik selain pengaruh dari energi celah pita dan laju rekombinan. Metode sintesis yang dilaporkan menghasilkan morfologi partikel yang khas adalah metode lelehan garam dan metode hidrotermal (He, dkk., 2014; Li, dkk., 2012). Metode lelehan garam dinilai salah satu metode yang cukup aplikatif karena berbagai kelebihan yaitu suhu reaksi relatif rendah, mampu mengontrol ukuran dan bentuk partikel, dan mampu meningkatkan derajat homogenitas (Rahaman, 2003). Berdasarkan penelitian He, dkk. (2014), senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan morfologi *plate like* hasil sintesis dengan metode lelehan garam memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih baik dibandingkan dengan morfologi *irregular shape* untuk senyawa yang sama hasil sintesis metode reaksi padatan. Selain itu, semakin tinggi keteraturan pola dari morfologi *plate like* dan luas permukaan terbukti juga mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya. Selain itu, Dai, dkk. (2019) juga melaporkan bahwa senyawa Bi_2WO_6 hasil sintesis dengan metode lelehan garam menghasilkan kristalinitas dan kemurnian yang lebih tinggi dari pada reaksi padatan.

Berdasarkan uraian diatas, maka dalam penelitian ini akan dikaji aktivitas fotokatalitik dari senyawa Aurivillius lapis empat dengan jenis kation A yang berbeda yaitu $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($A = \text{Sr, Ba, Pb}$) dalam proses degradasi zat warna metien biru. Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa Aurivillius lapis empat $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($A = \text{Sr, Ba, Pb}$) dengan metode lelehan garam campuran NaCl/KCl dengan harapan dapat diperoleh material dengan morfologi yang unik.

Senyawa produk hasil sintesis dilakukan uji karakterisasi dengan (a) difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan data kristalografinya, (b) *scanning electron microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi partikel, (c) *Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectrophotometer* (UV-Vis DRS) untuk mengetahui energi celah pita, dan (d) spektrofotometer *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis) untuk mengetahui aktivitas fotokatalitiknya.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut.

- a. Bagaimana fasa senyawa, morfologi partikel, dan energi celah pita senyawa Aurivillius lapis empat $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) yang disintesis dengan metode lelehan garam NaCl/KCl?
- b. Bagaimana aktivitas fotokatalitik senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) yang disintesis dengan metode lelehan garam dalam mendegradasi metilen biru?

1.3. Tujuan

Tujuan dalam penelitian ini adalah

- a. Untuk mengetahui fasa senyawa, morfologi partikel, dan energi celah dari senyawa Aurivillius $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) yang disintesis dengan metode lelehan garam NaCl/KCl?
- b. Untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik senyawa hasil sintesis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) dalam mendegradasi metilen biru.

1.4. Batasan Masalah

- a. Lelehan garam yang digunakan adalah NaCl:KCl dengan perbandingan rasio mol $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) dan NaCl:KCl adalah 1:7:7.
- b. Suhu sintesis yang digunakan adalah 700, 750, dan 800°C selama 8 jam.

1.5. Manfaat

Manfaat dalam penelitian ini adalah memberikan informasi ilmiah kepada masyarakat terkait morfologi, nilai energi celah pita, dan aktivitas fotokatalitik dalam mendegradasi metilen biru dari senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) yang disintesis dengan metode lelehan garam NaCl/KCl.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Senyawa Aurivillius Lapis Empat $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$)

Material Aurivillius merupakan material oksida logam dengan rumus formula $Bi_2A_{n-1}B_nO_{3n+3}$ dan sering disebut material feroelektrik berstruktur lapisan bismuth. Senyawa Aurivillius terdiri dari lapisan *pseudo perovskite* $(A_{n-1}B_nO_{3n+1})^{2-}$ dan lapisan bismuth $(Bi_2O_2)^{2+}$ yang tersusun secara bergantian. Kation A adalah kation berukuran besar (1,34-1,61 Å) dan bermuatan kecil (monovalensi, divalensi, atau trivalensi) dengan koordinasi dodekahedral seperti Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , Sr^{2+} , logam tanah jarang, atau pencampurannya. Kation B adalah kation berukuran kecil (0,59-0,65 Å) dan bermuatan besar dengan koordinasi oktahedral seperti Mo^{6+} , Ti^{4+} , Ta^{5+} , Nb^{5+} , W^{6+} , dan lain-lain. *Subscript n* berupa bilangan bulat ($1 \leq n \leq 8$) yang menunjukkan jumlah oktahedral pada lapisan *perovskite* BO_6 (Borg, dkk., 2002). Contoh material dari keluarga Aurivillius adalah Bi_2WO_6 ($n= 1$), $Bi_2SrTa_2O_9$ ($n= 2$), dan $Bi_4Ti_3O_{12}$ ($n= 3$). Material Aurivillius telah banyak dikembangkan dikarenakan sifat-sifatnya yang menarik seperti feromagnetik, feroelektrik, piezoelektrik, fotokatalisis, dan lain-lain (Hui, dkk., 2014; Tu, dkk., 2019).

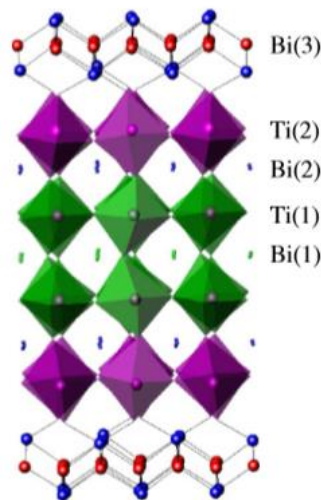
$ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) merupakan salah satu senyawa keluarga Aurivillius yang tersusun bergantian antara 4 lapis *perovskite* BO_6 oktahedral dan lapisan bismuth $(Bi_2O_2)^{2+}$ di sepanjang sumbu c dengan sebagian logam A ditempati oleh logam Sr , Ba , dan Pb . Kennedy, dkk., (2008) melaporkan senyawa Aurivillius lapis empat $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) memiliki struktur kristal

ortorombik dengan grup ruang $A2_1am$, lebih lengkapnya data kristalografinya ditunjukkan pada Tabel 2.1. Struktur senyawa Aurivillius lapis empat $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) ditampilkan pada Gambar 2.1.

Senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) banyak diteliti karena beberapa sifatnya seperti feroelektrik, piezoelektrik, dielektrik, dan fotokatalis (Qi, dkk., 2019; Tu, dkk., 2019; Kim, dkk., 2006; Zulhadjri, dkk., 2011). $SrBi_4Ti_4O_{15}$ dilaporkan mempunyai sifat fisiokimia yang unik yaitu suhu Curie yang relatif tinggi (530 °C), *loss* dielektriknya rendah, kekuatan *breakdown* dielektrik tinggi, serta anisotropinya tinggi (Hao, dkk., 2009; Kojima, dkk., 1995; Nayak, dkk., 2017). $BaBi_4Ti_4O_{15}$ memiliki potensi besar untuk aplikasi Fe-RAM karena suhu Curie yang relatif tinggi (683 K), dan koefisien piezoelektrik d_{33} tinggi (23 pC/N), serta menunjukkan reproduksibilitas yang baik dengan nilai polarisasi sisa 5,4 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ dan bidang koersif 4,03 MV/m (Fang, dkk., 2012). $PbBi_4Ti_4O_{15}$ termasuk senyawa dengan suhu Curie tinggi sekitar 570 °C, konstanta dielektrik rendah pada suhu ruang, serta menarik untuk aplikasi memori karena kecepatan *switching* yang tinggi, retensi tinggi, dan punya daya tahan tinggi (Park, dkk., 2001).

Tabel 2.1. Data Kristalografi senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) (Kennedy, dkk., 2008)

	$SrBi_4Ti_4O_{15}$	$BaBi_4Ti_4O_{15}$	$PbBi_4Ti_4O_{15}$
Grup Ruang	$A2_1am$	$A2_1am$	$A2_1am$
Parameter Kisi			
a (Å)	5,4509	5,4373	41.005
b (Å)	5,4697	5,4558	41.865
c (Å)	5,4535	5,4312	41.415



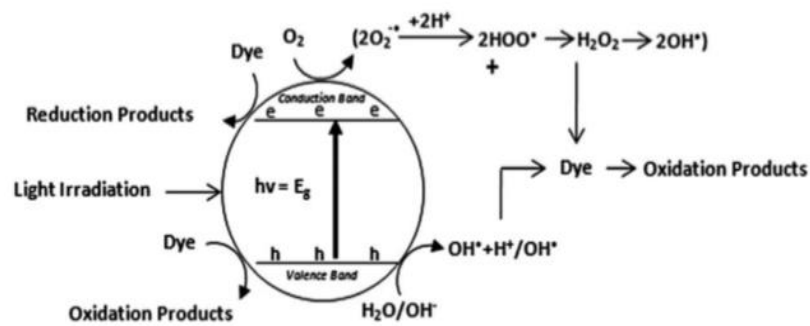
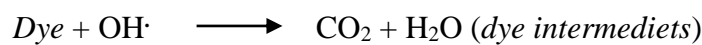
Gambar 2.1 Struktur senyawa Aurivilius lapis empat $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) (Kennedy, dkk., 2008).

2.2. Fotokatalis

Fotokatalis adalah reaksi yang dipercepat dengan adanya suatu katalis yang diaktifkan melalui induksi foton, dan umumnya material katalis ini berupa semikonduktor. Terdapat dua jenis reaksi fotokatalis; (1) fotokatalis homogen, reaktan dan material fotokatalis memiliki fasa yang sama; (2) fotokatalis heterogen, reaktan dan material fotokatalis memiliki fasa yang berbeda (Ameta dan Ameta, 2017). Teknologi fotokatalis dapat diterapkan dalam berbagai aspek seperti pengolahan limbah industri zat warna, produksi hidrogen dari *water splitting*, fotoreduksi CO_2 , proses desinfeksi air minum, dan sensor gas (Gamage McEvoy dan Zhang, 2014; Suman, dkk., 2015; Tu, dkk., 2019).

Mekanisme dari proses fotokatalis yaitu, ketika suatu fotokatalis diiradiasi oleh cahaya pada panjang gelombang yang sesuai (energi foton sama atau lebih besar dari energi celah), maka sebuah elektron (e^-) tereksitasi menuju pita konduksi meninggalkan *hole* (h^+) di pita valensi. Kemudian *hole* (h^+) di pita

valensi akan bereaksi dengan air menghasilkan radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$), dan Elektron (e^-) pada pita konduksi akan bereaksi dengan oksigen menghasilkan radikal oksigen untuk membentuk radikal hidroperoksil ($\text{HOO}\cdot$) yang selanjutnya dihasilkan radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$). Kemudian radikal hidroksil mampu mengkonversi polutan organik menjadi CO_2 dan H_2O dengan reaksi sebagai berikut (Ajmal, dkk., 2014).



Gambar 2.2 Mekanisme reaksi fotokatalis (Ajmal, dkk., 2014).

Berikut beberapa faktor yang mempengaruhi efisiensi proses fotokatalitik sebagai berikut (Pawar, dkk., 2018):

1. Intensitas sumber cahaya

Aktivitas fotokatalitik semikonduktor tergantung pada intensitas penyerapan cahaya. Efisiensi fotokatalitik yang lebih baik dapat dicapai dengan peningkatan intensitas cahaya karena meningkatkan pemisahan muatan.

2. Sifat fotokatalis

Efisiensi reaksi fotokatalitik dapat dipengaruhi oleh jumlah foton yang diserap oleh permukaan fotokatalis. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi fotokatalitik terjadi pada permukaan yang teradsorpsi. Morfologi permukaan

seperti ukuran dan bentuk partikel adalah faktor penting yang mempengaruhi fungsi proses fotokatalisis.

3. Suhu

Ketika suhu reaksi meningkat, efisiensi fotokatalitik menurun karena rekombinasi yang meningkat dari pasangan e^-/h^+ dan peningkatan desorpsi spesies yang teradsorpsi dari bagian luar fotokatalis.

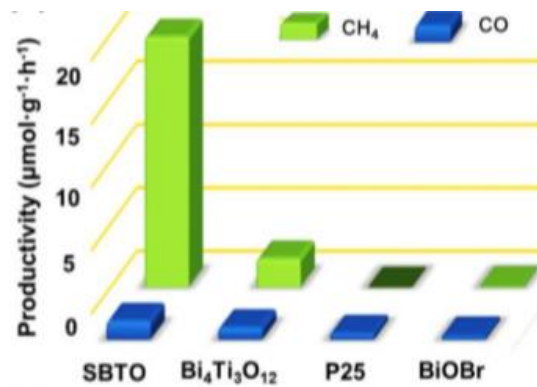
4. Kuantitas suatu fotokatalis

Diperkirakan bahwa aktivitas fotokatalitik dapat ditingkatkan dengan meningkatkan konsentrasi katalis. Namun, tingkat konsentrasi katalis harus ditentukan karena kelebihan katalis dapat mencegah difusi cahaya ke dalam larutan yang dapat menyebabkan hamburan cahaya yang tidak menguntungkan.

2.3. Senyawa Aurivillius Lapis Empat $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) Sebagai Material Fotokatalis

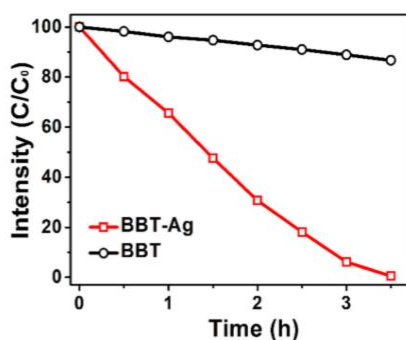
Senyawa Aurivillius lapis empat $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) memiliki nilai energi celah pita yaitu; (1) 3,0 eV untuk senyawa $SrBi_4Ti_4O_{15}$ yang disintesis dengan metode hidrotermal, (2) 3,20 eV untuk senyawa $BaBi_4Ti_4O_{15}$ yang disintesis dengan metode reaksi padatan, (3) 3,02 eV untuk senyawa $PbBi_4Ti_4O_{15}$ yang disintesis dengan metode reaksi padatan (Tu, dkk., 2019; Qi, dkk., 2019; Kim, dkk., 2006). Hal itu mengindikasikan semakin besar ukuran jari-jari kation A menghasilkan energi celah pita yang lebih besar pula ($Sr^{2+}= 118$ pm, $Pb^{2+}= 119$ pm, $Ba^{2+}= 135$ pm). Namun, berbeda dengan penelitian Li, dkk. (2008) untuk senyawa $ABi_2Ta_2O_9$ (A= Ca, Sr, Ba), dimana semakin besar jari-jari kation A menghasilkan energi celah pita yang lebih kecil.

Tu, dkk. (2019) melaporkan $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (SBTO) memiliki kemampuan fotokatalitik yang lebih baik dalam mereduksi CO_2 menghasilkan CH_4 dan CO jika dibandingkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BTO), TiO_2 (P25), dan BiOBr pada reaksi padatan-gas. Khususnya gas CH_4 yang dihasilkan oleh $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ jauh mengungguli tiga fotokatalis lainnya seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Aktivitas fotoreduksi katalis SBTO, BTO, P25, dan BiOBr (Tu, dkk., 2019).

Qi, dkk. (2019) melaporkan senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) memiliki aktivitas fotokatalitik yang cukup baik. Senyawa BBT *powder* mampu mendegradasi Rodhamin B (RhB) sebesar 15% ketika serbuk diradiasi UV-Vis selama 3,5 jam. Kemampuan fotokatalitik dalam mendegradasi RhB meningkat menjadi 100% selama 3,5 jam iradiasi dengan UV-Vis ketika ditambahkan nanopartikel Ag pada permukaan BBT, seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Aktivitas fotodegradasi RhB dengan katalis BBT dan BBT-Ag (Qi, dkk., 2019).

Kim, dkk. (2006) melaporkan $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ memiliki kemampuan fotokatalitik dalam *water splitting* menjadi H_2 dan O_2 yang lebih baik dibandingkan $\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$. Keberadaan atom Pb (*lead substitution*) juga disebutkan mampu menggeser serapan ke daerah sinar tampak ($\lambda \geq 420$ nm untuk $\text{PbBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ dan ($\lambda \geq 400$ nm untuk $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$). Substitusi atom Pb pada sebagian senyawa terbukti mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitik dalam *water splitting* untuk produksi H_2 dan O_2 seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Nilai energi celah pita dan aktivitas fotokatalitik untuk produksi H_2 dan O_2 untuk berbagai senyawa (Kim, dkk., 2006).

Senyawa	E_g (eV)	Laju Pembentukan (mmol/h)	
		H_2	O_2
Aurivillius			
$\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$	3,36	0	0
$\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$	3,02	11,2	433
$\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$	3,18	-	-
$\text{PbBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$	2,88	3,2	520
Ruddlesden-Popper			
$\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$	3,31	0	0
PbTiO_3	2,98	13,6	523

2.4. Pandangan Islam tentang Material Fotokatalis

Manusia sebagai *khalifatullah fi al-ardh* sudah seharusnya memahami konsep ekologi yang baik yakni tentang interaksi makhluk hidup dengan

lingkungan sekitar. Penerapan konsep tersebut menuntut manusia untuk merawat dan melestarikan alam, seperti tidak mengeksploitasi sumber daya secara berlebihan. Allah melarang manusia untuk berbuat kerusakan seperti yang telah termaktub dalam al Qur'an surat al-A'raf ayat 56.

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ حَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ (٥٦)

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

Berdasarkan ayat tersebut, Allah melarang hambanya untuk berbuat kerusakan di bumi yang telah dibuat baik oleh Allah SWT. Manusia diperintahkan untuk menyembah Allah dan meminta pertolongan hanya kepada-Nya. Ayat tersebut juga menjelaskan bahwa rahmat Allah SWT dekat kepada orang-orang yang berbuat kebaikan, salah satu perbuatan baik dalam konsep ekologi yang baik adalah melakukan perbaikan-perbaikan lingkungan perairan menggunakan material fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) dalam mendegradasi limbah zat warna (Shihab, 2002).

Pencemaran lingkungan dari limbah organik zat warna merupakan suatu permasalahan yang mampu diatasi melalui proses degradasi oleh material fotokatalis. Seperti yang telah diketahui, sistem kerja fotokatalisis dalam mendegradasi polutan memerlukan foton atau cahaya yang salah satu sumbernya dari sinar matahari. Hal mengindikasikan pentingnya penciptaan sinar matahari

dalam kehidupan sehari-hari. Sebagaimana firman Allah SWT surat Asy-Syams ayat 1 sebagai berikut:

وَالشَّمْسِ وَضُحَاهَا (١)

Artinya: “*Demi matahari dan sinarnya pada pagi hari*”

Abdullah (2015) berpendapat sesuatu yang berhubungan dengan sumpah Allah SWT merupakan perkara yang agung dan punya nilai manfaat besar bagi kehidupan. Hal ini mengisyaratkan matahari adalah makhluk Allah yang istimewa dengan segudang manfaat melalui sinar yang terpancar darinya, salah satunya untuk proses fotodegradasi polutan. Hal ini juga diperjelas dalam Al-Qur’an surat Yunus ayat 5 sebagai berikut:

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

Artinya: “*Dialah yang menjadikan matahari bersinar dan bulan bercahaya dan ditetapkan-Nya manzilah-manzilah (tempat-tempat) bagi perjalanan bulan itu, supaya kamu mengetahui bilangan tahun dan perhitungan (waktu). Allah tidak menciptakan yang demikian itu melainkan dengan hak. Dia menjelaskan tanda-tanda (kebesaran-Nya) kepada orang-orang yang mengetahui.*”

Abdurrahman (2006) dalam kitabnya menafsirkan penciptaan matahari dan bulan adalah sebagai sesuatu yang penuh hikmah. Tanda-tanda kebesaran Allah tersebut diperuntukkan bagi mereka yang mengetahui karena mereka dapat mengambil manfaatnya dalam menjalani hidup. Ayat tersebut juga memberikan isyarat bahwa sifat matahari adalah *dhiya*’ yang berarti cahaya yang dihasilkan bersumber dari matahari itu sendiri, sedangkan Allah mensifati bulan sebagai *nur*

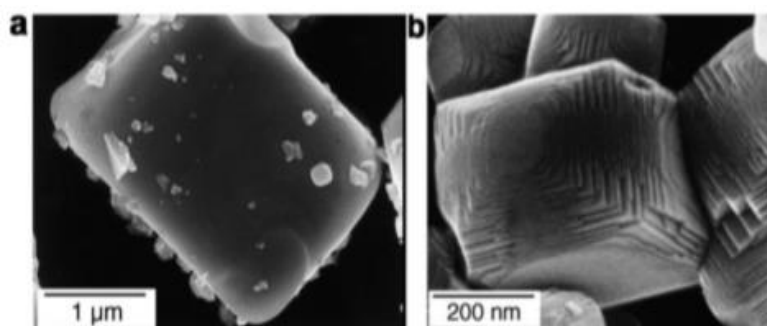
yang berarti cahaya yang keluar bukan bersumber dari bulan itu sendiri (Az-Zukhaili, 1982).

2.5. Pengaruh Kation A pada Aktivitas Fotokatalis

Substitusi kation *A* yang berbeda berpengaruh terhadap nilai energi celah pita karena efek sterik dan efek induksi yang dihasilkan. Semakin besar ukuran kation *A* (efek sterik) mengakibatkan ekspansi volume unit sel sehingga ikatan *B-O* mengalami perpanjangan dan melemah. Melemahnya ikatan kovalensi tersebut mengakibatkan berkurangnya energi pemisahan antara *valence bond* dengan *covalence bond* (energi celah pita kecil). Adapun efek induksi, semakin elektronegatif kation *A* mengakibatkan penurunan densitas elektron dari ikatan *B-O* yang berdekatan sehingga ikatannya melemah dan terjadi penurunan energi celah pita (Etourneau, dkk., 1992; Hur, dkk., 2006). Berdasarkan penelitian Hur, dkk. (2006), efek sterik lebih dominan daripada efek induksi terhadap energi celah pita untuk senyawa $A(\text{In}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ (*A* = Sr, Ba) dengan E_g berturut-turut 3,62 dan 3,30 eV.

Substitusi situs *A* dan *B* dilaporkan memiliki efek terhadap struktur pita, aktivitas fotokatalitik, dan perilaku fotovoltaiik. Yin, dkk. (2003) telah mengembangkan fotokatalis dengan mengubah jari-jari ionik di situs *A* untuk senyawa $A\text{In}_{0,5}\text{Nb}_{0,5}\text{O}_3$ (*A* = Ca, Sr, Ba) dengan tipe struktur perovskite ABO_3 . Jari-jari ionik situs *A* yang lebih besar menghasilkan energi celah pita yang lebih kecil. Namun, fotokatalis $\text{CaIn}_{0,5}\text{Nb}_{0,5}\text{O}_3$ dilaporkan memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih baik untuk *water splitting* dibandingkan $A\text{In}_{0,5}\text{Nb}_{0,5}\text{O}_3$ (*A* = Sr, Ba) dikarenakan memiliki luas permukaan lebih besar dan sistem kristal ortorombik. Kudo, dkk. (2007) melaporkan adanya doping pada situs *A* mampu mempengaruhi

morfologi partikel untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik seperti yang ditunjukkan Gambar 2.5. Senyawa perovskite NaTaO_3 terdoping La memiliki ukuran partikel 0,1-0,7 μm , sedangkan *non-doped* NaTaO_3 berkisar 2-3 μm . Selain itu, permukaan *non-doped* NaTaO_3 adalah halus, sedangkan NaTaO_3 terdoping La memiliki permukaan memiliki permukaan nanostruktur ukuran 3-15 nm. Penurunan ukuran partikel dan pembentukan permukaan nanostruktur yang khas menghasilkan aktivitas fotokatalitik yang baik.

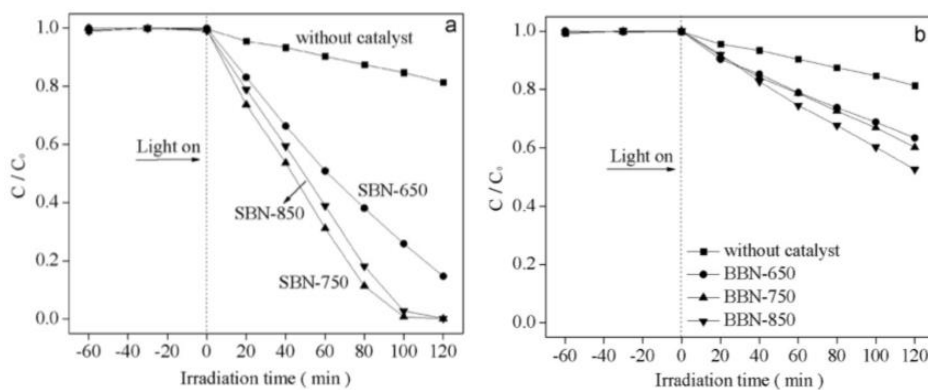


Gambar 2.5 Hasil SEM untuk (a) senyawa *non-doped* NaTaO_3 (b) NaTaO_3 terdoping La (Kudo, dkk., 2007).

Pengaruh situs A terhadap perilaku fotokatalitik juga telah dilaporkan oleh Hojamberdiev, dkk., (2017) dalam sintesis perovskite LnTaON_2 ($\text{Ln} = \text{La}$ dan Pr) dengan tipe struktur ABO_3 . Senyawa LnTaON_2 ($\text{Ln} = \text{La}$ dan Pr) dilaporkan menunjukkan penyerapan yang kuat di daerah sinar tampak dengan energi celah pita secara berurutan 1,95 dan 1,97 eV. Hal itu berarti jari jari situs A yang lebih besar menunjukkan energi celah pita yang lebih kecil ($r \text{La}^{3+} > \text{Pr}^{3+}$). Selain itu, aktivitas fotokatalitik LaTaON_2 untuk pemecahan air dilaporkan lebih baik dari pada PrTaON_2 dengan total evolusi gas O_2 sebesar 66,9 dan 40,9 $\mu\text{mol}/5h$. Begitu juga untuk produksi H_2 , senyawa LaTaON_2 dengan ko-katalis Pt menunjukkan

aktivitas fotokatalitik yang lebih baik dari pada PrTaON_2 dengan ko-katalis Pt yaitu masing-masing 26,2 dan 18,3 $\mu\text{mol}/5\text{h}$.

Wu, dkk. (2011) telah mensintesis fotokatalis Aurivillius $\text{ABi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ ($A=\text{Sr}$ (SBN), Ba (BBN)) menggunakan metode kompleks sitrat dengan variasi suhu dan metode padatan (SSR) sebagai perbandingan. Hasil penelitian menunjukkan suhu kalsinasi berpengaruh terhadap aktivitas fotokatalitik. Suhu anil yang tinggi menghasilkan kristalinitas yang baik dan laju rekombinasi yang lebih lambat sehingga aktivitas fotokatalitik meningkat. Selain itu, luas permukaan juga berpengaruh terhadap aktivitas fotokatalitik, sebagai contoh SBN-750 memiliki laju degradasi metil jingga yang lebih cepat dari pada SBN-850 dikarenakan luas permukaan SBN-750 yang lebih besar. Fotokatalis SBN dilaporkan memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih baik dari pada fotokatalis BBN seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.6.

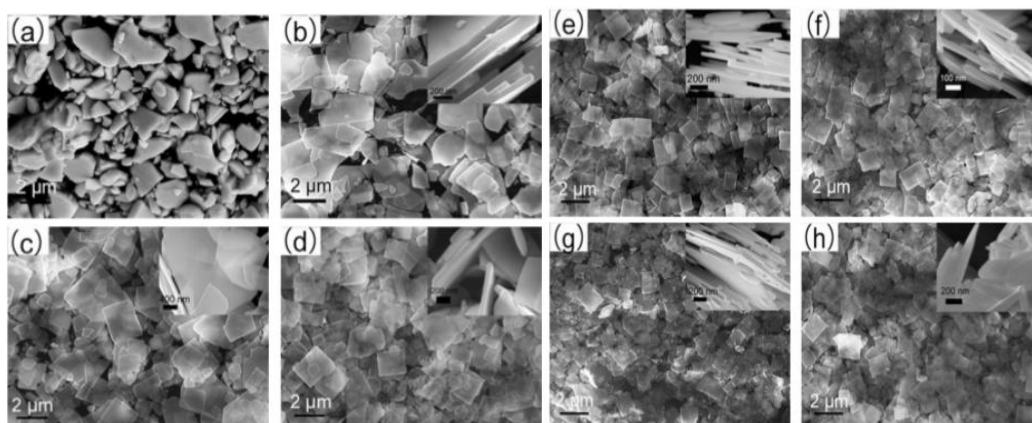


Gambar 2.6 Aktivitas fotokatalitik dari (a) SBN (b) BBN (Wu, dkk., 2011).

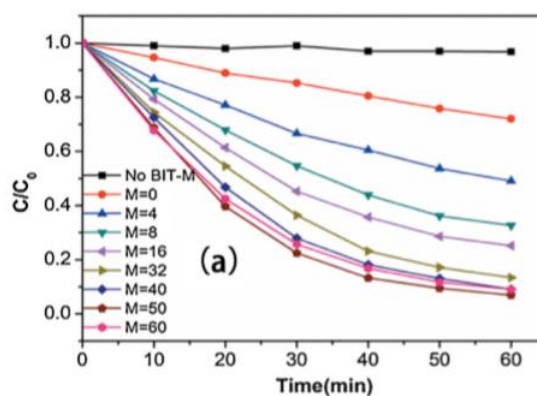
2.6. Pengaruh Morfologi pada Aktivitas Fotokatalis

Sifat fotokatalitik material semikonduktor sangat bergantung pada morfologi dan ukurannya. Luas permukaan yang besar, ketebalan rendah, dan

struktur berongga mampu meningkatkan penyerapan cahaya dan aksesibilitas suatu fotokatalis. Sifat-sifat tersebut memungkinkan percepatan migrasi komponen pembawa dan mengurangi dosis penggunaan fotokatalis (He, dkk., 2018). Ketika semikonduktor berbasis bismuth direduksi ketebalannya sampai di bawah 10 nm maka akan terjadi peningkatan luas permukaan, absorpsi cahaya, migrasi zat pembawa sehingga aktivitas fotokatalitik menjadi lebih baik. *Nanosheets* BiOCl beebentuk persegi (3-7 nm) telah terbukti memiliki aktivitas fotokatalitik lebih tinggi dalam degradasi RhB dari pada struktur *nanosheets* yang lebih tebal karena luas permukaan yang besar (Li, dkk., 2017). He, dkk., (2014) telah mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BTO) dengan metode lelehan garam NaCl-KCl variasi konsentrasi dan metode padatan sebagai perbandingan. Hasil didapat morfologi senyawa BTO-0 (metode padatan) adalah *irregular shape*, sedangkan senyawa BTO-M (M= 4, 8, 16, 32, 40, 50, 60) yang disintesis dengan metode lelehan garam memiliki morfologi *plate like* dengan keteraturan meningkat seiring konsentrasi garam meningkat seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7. Dilaporkan senyawa BTO yang disintesis dengan metode lelehan garam memiliki aktivitas fotokatalitik degradasi RhB yang lebih baik dibandingkan BTO dengan metode padatan, seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.8. aktivitas fotokatalitik meningkat seiring meningkatnya konsentrasi garam sampai M: 50, sedangkan untuk BTO-60 aktivitasnya tidak lebih baik daripada BTO-50. Perbedaan aktivitas fotokatalitik tersebut dikarenakan keteraturan morfologinya dan juga luas permukaan yang dihasilkan, data luas permukaan senyawa BTO ditunjukkan pada Tabel 2.3.



Gambar 2.7 Morfologi partikel BTO (a) dengan metode padatan (BTO-0); (b-h) dengan metode lelehan garam: (b) BTO-4; (c) BTO-8; (d) BTO-16; (e) BTO-32; (f) BTO-40 (g); BTO-50; (h) BTO-60 (He, dkk., 2014).



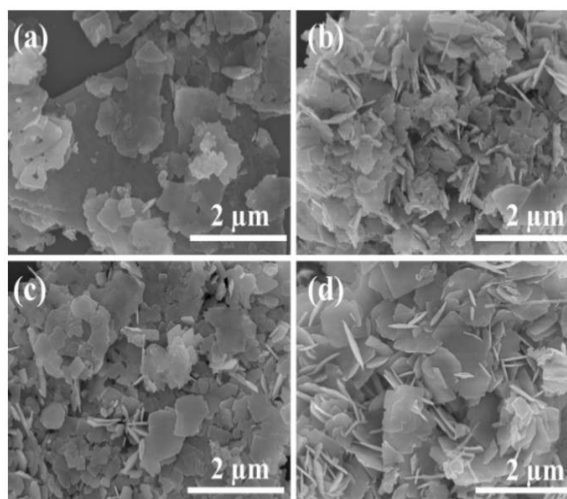
Gambar 2.8 Aktivitas fotokatalitik degradasi RhB senyawa BTO (He, dkk., 2014).

Tabel 2.3 Luas permukaan BET sampel BTO (He, dkk., 2014).

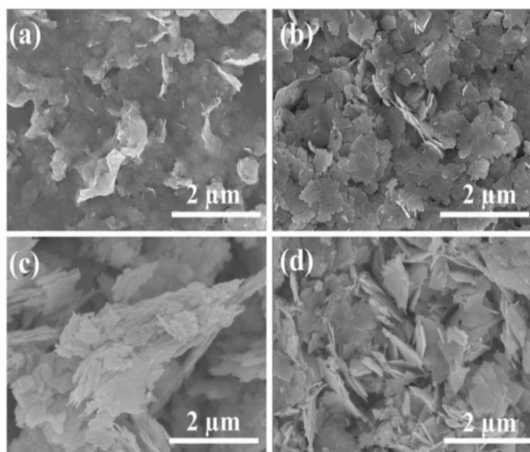
Sampel	BTO-0	BTO-4	BTO-8	BTO-16	BTO-32	BTO-40	BTO-50	BTO-60
Luas Permukaan BET (m^2/g)	1,425	2,303	3,129	3,582	5,12	6,023	6,467	6,277

Yang, dkk., (2018) mensintesis material fotokatalis Bi_2WO_6 menggunakan metode lelehan garam (M- Bi_2WO_6) dan metode hidrotermal (H- Bi_2WO_6). Material *nanosheets* M- Bi_2WO_6 dilaporkan memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih baik dengan efisiensi fotodegradasi RhB sebesar 97,13% dibawah radiasi sinar matahari selama 180 menit, sedangkan H- Bi_2WO_6 hanya 86,88%. Begitu

juga untuk fotodegradasi larutan TC, M- Bi_2WO_6 memiliki aktivitas fotodegradasi lebih baik dari pada H- Bi_2WO_6 dengan perbandingan efisiensinya adalah 97,30%:78,58%. Aktivitas fotokatalitik yang lebih baik dari M- Bi_2WO_6 dikaitkan dengan kristalinitas yang tinggi, energi celah pita yang rendah, serta ukuran dan morfologinya yang seragam sehingga berakibat pada kemampuan pemanenan cahaya baik, dan kapasitas serapan yang superior. Morfologi M- Bi_2WO_6 menjadi lebih seragam dengan bertambahnya konsentrasi garam, sehingga didapat morfologi paling baik didapat pada perbandingan perkusor dan garam yaitu 1:20. Sedangkan morfologi H- Bi_2WO_6 yang lumayan seragam didapat pada kondisi pH 5, sehingga aktivitas fotokatalitik yang diuji adalah H- Bi_2WO_6 pH 5 dengan M- Bi_2WO_6 dengan rasio garam 1:20. Morfologi M- Bi_2WO_6 dan H- Bi_2WO_6 ditunjukkan pada Gambar 2.9. dan Gambar 2.10.



Gambar 2.9 Gambar SEM senyawa M- Bi_2WO_6 dengan rasio garam (suhu kalsinasi 400°C selama 8 jam) (a) 1:5; (b) 1:10 (c) 1:15; (d) 1:20 (Yang, dkk., 2018).



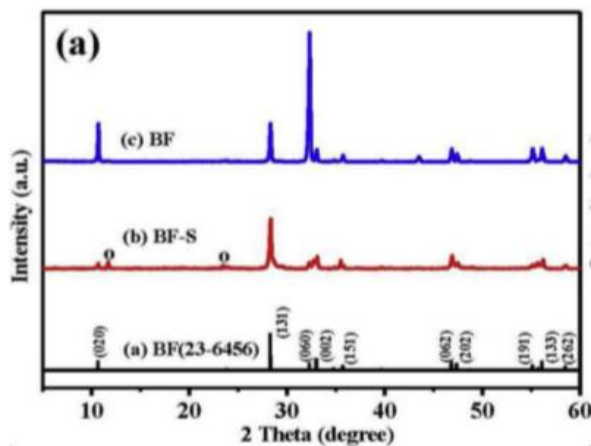
Gambar 2.10 Gambar SEM senyawa H- Bi_2WO_6 dengan variasi pH (a) pH:3 ; (b) pH:5 (c) pH:7; (d) pH:9 (Yang, dkk., 2018).

2.7. Sintesis Senyawa Aurivillius dengan Metode Lelehan Garam

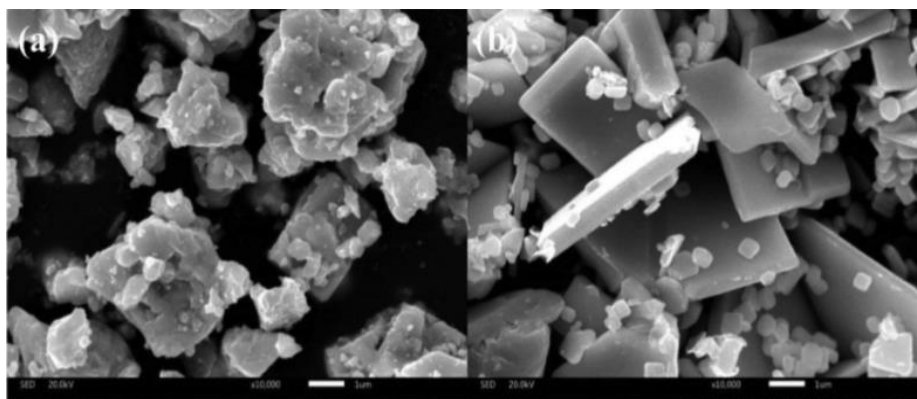
Metode lelehan garam atau *molten salts* merupakan salah satu metode sintesis material yang melibatkan penggunaan lelehan garam sebagai medium pembentukan senyawa oksida dari penyusunnya. Metode ini tergolong simpel, ramah lingkungan, dan telah banyak digunakan untuk mensintesis oksida anorganik dengan kemurnian tinggi dan nanopartikel dengan komposisi dan morfologi yang dapat dikontrol. Metode ini merupakan modifikasi dari metode padatan, garam dengan titik leleh rendah ditambahkan ke reaktan kemudian campuran dipanaskan di atas titik leleh garam sehingga garam akan bertindak sebagai pelarut. Beberapa garam tunggal telah banyak diaplikasikan seperti NaCl, K_2SO_4 , KCl, NaNO_3 , dan Na_2SO_4 , sedangkan untuk garam campuran seperti NaCl-KCl, K_2SO_4 - Na_2SO_4 , dan NaNO_3 - KNO_3 (Rahaman, 2003; Xue, dkk., 2018; Yoon, dkk., 1998).

Wang, dkk., (2019) telah mensintesis senyawa Aurivillius $\text{Bi}_2\text{NbO}_5\text{F}$ menggunakan metode lelehan garam dan metode padatan. Senyawa $\text{Bi}_2\text{NbO}_5\text{F}$ dengan metode lelehan garam (BF) memiliki kemurnian lebih tinggi dari pada

$\text{Bi}_2\text{NbO}_5\text{F}$ metode padatan (BF-S), hasil pola XRD kedua senyawa ditampilkan pada Gambar 2.11. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan sampel BF-S memiliki morfologi blok kasar yang tidak teratur, sedangkan untuk sampel BF memiliki morfologi *plate-like* yang halus seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.12.



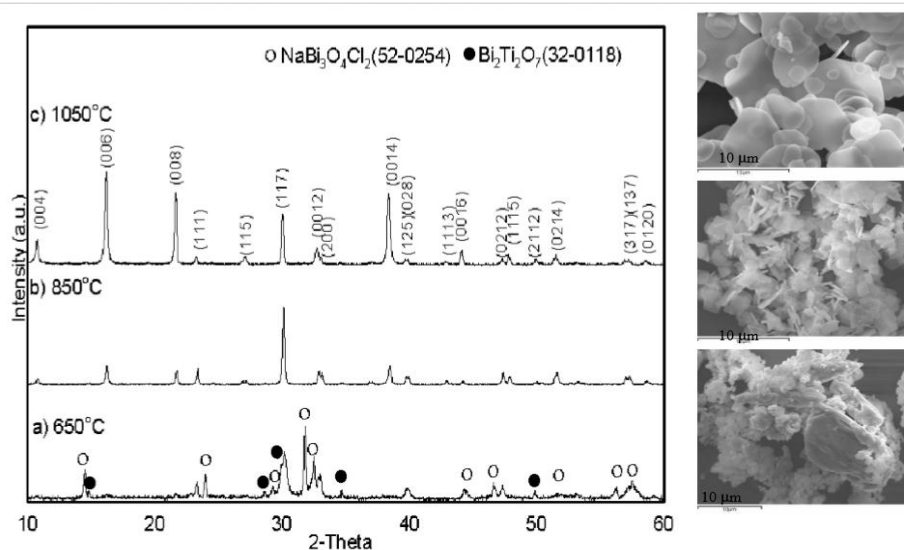
Gambar 2.11 Pola XRD $\text{Bi}_2\text{NbO}_5\text{F}$ yang disintesis dengan metode lelehan garam (BF) dan metode padatan (BF-S) (Wang, dkk., 2019).



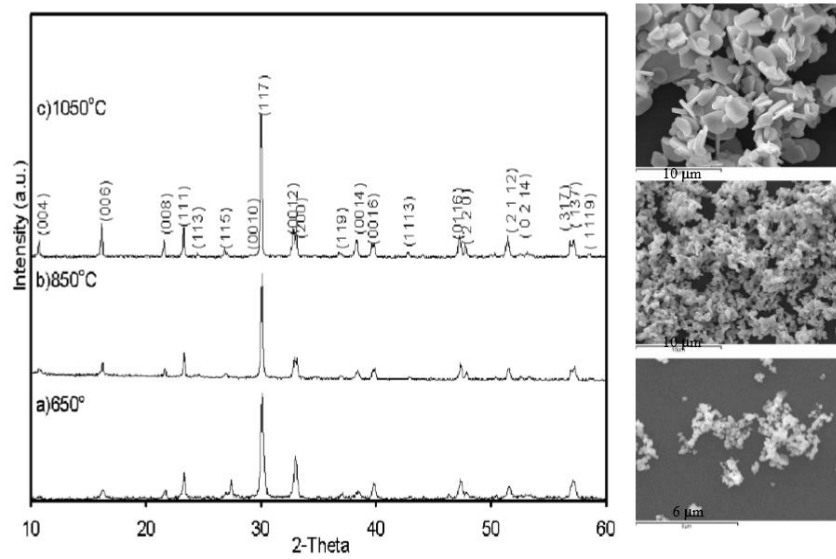
Gambar 2.12 Morfologi partikel senyawa (a) BF-S (b) BF (Wang, dkk., 2009).

Setasuwon dan Kijamnajsak (2008) telah berhasil mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl dan $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$ dengan variasi suhu 650, 850, dan 1050 °C. Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan garam NaCl-KCl terbentuk pada suhu 850 dan 1050 °C, karena pada suhu 650 °C

terdapat fase lain yaitu $\text{NaBi}_3\text{O}_4\text{Cl}_2$ dan $\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.13. Morfologi yang dihasilkan pada suhu 850 °C adalah *plate-like* dengan ukuran beberapa mikro dan lebih besar dari 10 μm untuk suhu sintesis 1050 °C. Sedangkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan garam $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$ terbentuk pada semua suhu dari 650, 850, dan 1050 °C yang menunjukkan garam sulfat tidak ikut bereaksi pada suhu rendah 650 °C seperti yang telah terjadi pada garam klorida dengan suhu yang sama. Morfologi yang dihasilkan adalah *plate-like* dengan ukuran partikel lebih kecil dan lebih tebal dari pada sintesis menggunakan garam NaCl-KCl , pola XRD dan hasil SEM sintesis dengan $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$ ditunjukkan pada Gambar 2.14.



Gambar 2.13 Pola XRD dan hasil SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis menggunakan garam NaCl-KCl pada suhu 650, 850, dan 1050 °C (Setasuwon dan Kijamnajsak, 2008).



Gambar 2.14 Pola XRD dan hasil SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis menggunakan garam $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$ pada suhu 650, 850, dan 1050 °C (Setasuwon dan Kijamnajsak, 2008).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Pelaksanaan Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Maret-April 2021 yang bertempat di Laboratorium Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Penelitian ini juga akan dilakukan di Laboratorium Instrumen Institut Teknologi Bandung (ITB) untuk proses karakterisasi.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

Alat-alat yang digunakan antara lain seperangkat alat gelas, neraca analitik, aluminium foil, krus alumina, tanur, *hotplate*, *mortar agate*, reaktor fotokatalis beserta lampu UV *Blacklight* komersial, seperangkat alat XRD, seperangkat alat SEM, seperangkat alat UV-Vis, dan seperangkat alat UV-Vis DRS.

3.2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan antara lain adalah TiO₂ (Sigma-Aldrich, 99,9% serbuk), Bi₂O₃ (Sigma-Aldrich, 99,9% serbuk), SrCO₃ (Sigma-Aldrich, 99,9% serbuk), BaCO₃ (Merck, 99,9% serbuk), PbO (Merck, 99,9% serbuk), NaCl (Merck, 99,9% serbuk), KCl (Merck, 99,9% serbuk), AgNO₃ (Merck, larutan 2,5%), aseton, indikator pH universal, dan aquades.

3.3. Tahapan Penelitian

Tahapan-tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut.

- a. Tahapan sintesis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, \text{ dan } Pb$) dengan metode lelehan garam.

Senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, \text{ dan } Pb$) disintesis menggunakan metode lelehan garam dengan rasio garam campuran $NaCl:KCl = 1:1$, sedangkan rasio perkusor oksida dengan garam campuran adalah 1:7. Sintesis dilakukan dengan pencampuran secara stoikiometrik dan dilakukan kalsinasi pada suhu 700, 750, dan 850°C selama 8 jam.

- b. Tahapan karakterisasi hasil sintesis dengan Difraksi Sinar-X (XRD).

Karakterisasi dengan difraksi sinar-X digunakan untuk mengetahui kisi kristal, data kristalografi, dan kristalinitas senyawa sintesis. Data berupa difraktogram yang dihasilkan kemudian dibandingkan dengan standar.

- c. Tahapan karakterisasi hasil sintesis dengan *Scanning electron microscopy* (SEM).

Karakterisasi dengan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi dari senyawa hasil sintesis. Sampel hasil sintesis dipreparasi dengan melakukan proses *coating* yang kemudian ditembakkan elektron yang dipercepat sehingga terjadi penghamburan elektron yang merepresentasikan morfologi sampel.

- d. Tahapan karakterisasi hasil sintesis dengan spektroskopi UV-Vis DRS.

Karakterisasi dengan spektroskopi UV-Vis DRS digunakan untuk mengetahui daerah serapan sinar dan energi celah pita yang merupakan jarak antara *valence band* dan *conduction band* dari senyawa hasil sintesis.

e. Tahapan uji fotokatalis hasil sintesis dengan spektroskopi UV-Vis.

Karakterisasi dengan spektroskopi UV-Vis bertujuan untuk mengetahui kemampuan fotokatalis senyawa hasil sintesis dalam mendegradasi polutan metilen biru dibawah radiasi sinar UV.

3.4. Prosedur Kerja

3.4.1. Sintesis $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) dengan Metode Lelehan Garam

Sintesis senyawa Aurivillius $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) diawali dengan proses preparasi bahan dan pemanasan awal dengan mencampurkan prekursor sesuai data Tabel 3.1 dengan massa target 3 gram. Campuran tersebut dihomogenkan dengan *mortar agate* selama 1 jam dan kemudian dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 8 jam. Tahap selanjutnya mulai ditambahkan garam dalam campuran prekursor sesuai stoikiometri dengan perbandingan mol senyawa target dan mol garam adalah 1:7. Setelah itu, campuran digerus menggunakan *mortar agate* selama 1 jam dengan penambahan aseton selama penggerusan untuk proses penghomogenan. Kemudian ditempatkan pada kurs alumina untuk proses kalsinasi pada suhu 750 dan 800 °C selama 8 jam. Hasil tersebut kemudian diletakkan dalam kertas saring untuk proses penyaringan dengan corong *buchner*. Sampel dicuci dengan air hangat berulang kali sampai garam hilang dan dianalisis dengan larutan $AgNO_3$ ke dalam filtratnya. Adanya endapan putih mengindikasikan garam sudah larut dalam filtrat. Terakhir produk dikeringkan menggunakan oven pada suhu 110 °C selama 24 jam.

Tabel 3.1 Komposisi prekursor senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb)

Target Senyawa	Massa Target (gram)	Massa pereaksi (gram)						
		SrCO ₃	BaCO ₃	PbO	Bi ₂ O ₃	TiO ₂	NaCl	KCl
SrBi ₄ Ti ₄ O ₁₅	3	0,32685	-	-	2,06326	0,70729	0,90574	1,15539
BaBi ₄ Ti ₄ O ₁₅	3	-	0,4214	-	1,9902	0,68224	0,87367	1,11448
PbBi ₄ Ti ₄ O ₁₅	3	-	-	0,45409	1,89595	0,64993	0,83229	1,06170

3.4.2. Karakterisasi dan Analisis Hasil Sintesis dengan Difraksi Sinar-X

Karakterisasi senyawa produk menggunakan Instrumen XRD diawali dengan preparasi sampel yang selanjutnya diletakkan dalam sampel *holder*. Pengukuran dilakukan pada suhu kamar menggunakan radiasi Cu-K α pada 40 kV dan 30 mA pada rentang 2θ ($^\circ$) = 10-90. Hasil XRD yang diperoleh kemudian dilakukan *refinement* menggunakan program Rietica.

Analisis dilakukan dengan membandingkan difaktrogram dengan standar database pada *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS) untuk menyesuaikan fasa kristal hasil sintesis. Kemudian data XRD dilakukan *refinement* dengan metode Le-Bail menggunakan perangkat lunak Rietica untuk mendapatkan data kristalografinya (Lazarevi, dkk., 2007).

3.4.3. Karakterisasi dan Analisis Hasil Sintesis dengan SEM

Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan SEM dilakukan dengan meletakkan sampel pada sampel *holder* dan diukur pada perbesaran 3000-20.000 kali. Data yang diperoleh kemudian dianalisis dengan program *Image J* untuk mengetahui ukuran partikel secara kualitatif.

3.4.4. Karakterisasi dan Analisis Hasil Sintesis dengan Spektroskopi UV-Vis DRS

Karakterisasi senyawa produk menggunakan spektroskopi UV-Vis DRS diawali dengan ditematkannya sampel pada sampel *holder*. Kemudian sampel diukur pada panjang gelombang 200-800 nm.

Analisis data dari instrumen UV-Vis DRS dilakukan dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada persamaan 3.1.

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

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

Nilai energi celah pita ditentukan dengan membuat plot antara $(F(R).hv)^2$ pada sumbu y dan energi foton (hv) pada sumbu x. Energi foton dapat ditentukan dengan data panjang gelombang terukur, dimana $hv = hc/\lambda$. Selanjutnya energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai energi celah pita (sumbu x) ketika $y=0$.

3.4.5. Uji Fotokatalis Hasil Sintesis dengan Spektroskopi UV-Vis

3.4.5.1. Pembuatan Larutan Induk Metilen biru

Metilen biru sebanyak 10 mg dilarutkan dengan penambahan akuades dalam labu takar 100 mL hingga tanda batas. Kemudian dikocok hingga homogen, sehingga didapat larutan induk metilen biru 100 ppm.

3.4.5.2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

Penentuan panjang gelombang maksimum pada larutan metilen biru 10 ppm diukur serapan dengan rentang 400-800 nm menggunakan spektroskopi UV-Vis. Data absorbansi terbesar dan panjang gelombang yang paling banyak diserap metilen biru digunakan untuk menentukan panjang gelombang maksimum. Kemudian data gelombang maksimum tersebut digunakan untuk membuat kurva standar.

3.4.5.3. Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru

Larutan metilen biru digunakan dengan variasi 1-8 ppm dengan rentang 1 ppm (larutan dibuat dari pengenceran larutan induk metilen biru 100 ppm dengan akuades) sebanyak 10 mL. Kemudian masing-masing variasi larutan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimumnya. Hasil pembuatan kurva standar didapat hubungan antara absorbansi (A) dengan konsentrasi (c). Persamaan regresi linier digunakan untuk menentukan A_0 yang merupakan konsentrasi terukur dari larutan induk.

3.4.5.4. Uji Kestabilan Metilen Biru

Larutan metilen biru 4 ppm sebanyak 100 mL diuji waktu kestabilannya dengan perlakuan tanpa sampel dan dengan/tanpa radiasi sinar UV untuk mengetahui sifat dari larutan tersebut. Metilen biru diukur pH dengan indikator universal dan diukur absorbansinya pada menit ke-0, 30, 60, 90, 120 dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

3.4.5.5. Pengujian Aktivitas Fotokatalis dalam Degradasi Metilen Biru

Pengujian aktivitas fotokatalis dalam mendegradasi metilen biru dilakukan pada waktu kestabilan. Larutan metilen biru 4 ppm sebanyak 100 mL dimasukkan dalam gelas kimia 250 mL. Kemudian ditambahkan katalis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ sebanyak 0,1 gram. Lalu campuran diaduk dengan *stirrer* selama 30 menit dalam kondisi gelap untuk memastikan kesetimbangan adsorpsi-desorpsi tercapai (Wang, dkk., 2017). Setelah itu, campuran dimasukkan dalam reaktor fotokatalis selama 30 menit dengan penyinaran UV *Blacklight*. Setelah proses penyinaran, dilakukan sentrifugasi untuk memisahkan larutan hasil dan katalis. Kemudian dilakukan pengukuran larutan hasil degradasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum untuk mengetahui banyaknya metilen biru yang terdegradasi. Dicek pH larutan dengan indikator pH universal. Pengukuran serapan dilakukan sebanyak 3 kali. Aktivitas fotodegradasi metilen biru didapat dengan membandingkan absorbansi sebelum dan sesudah proses degradasi dengan menggunakan persamaan 3.2. sehingga didapat % degradasi. Pengujian dengan langkah yang sama dilakukan pada sampel $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$, dan $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$. Analisis dilakukan dengan melihat hubungan % degradasi dari proses degradasi menggunakan katalis dengan % degradasi dari larutan kontrol.

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \dots\dots\dots(3.2)$$

Dengan C_0 adalah konsentrasi awal metilen biru dan C_t adalah konsentrasi metilen biru setelah proses degradasi.

3.4.5.6. Data Uji Fotokatalis

Data-data yang akan diperoleh dalam tahapan uji fotokatalitik terangkum dalam Tabel 3.2. sebagai berikut.

Tabel 3.2 Data yang dihasilkan berdasarkan perlakuan

NO	Perlakuan	Data
1	Penentuan panjang gelombang maksimum	Panjang gelombang (nm)
2	Pembuatan kurva baku standar	Persamaan regresi linier antara absorbansi dan konsentrasi
3	Uji kestabilan metilen biru	Waktu
4	Uji fotokatalitik $ABi_4Ti_4O_{15}$ dalam degradasi metilen biru	Persen degradasi

BAB IV

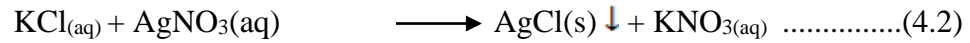
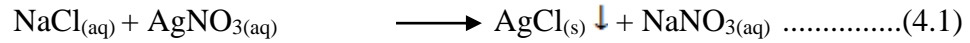
HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) dengan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl yang dikalsinasi pada suhu 700, 750, dan 800°C selama 8 jam. Senyawa hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan instrumen (a) XRD untuk mengetahui fasa dan struktur kristal dari senyawa, (b) SEM-EDS untuk mengetahui morfologi partikel dan kandungan unsur-unsurnya, (c) UV Vis-DRS untuk mengetahui energi celah pita dari senyawa, dan (d) UV-Vis untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik senyawa dalam mendegradasi metilen biru.

4.1. Sintesis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) dengan Metode Lelehan Garam

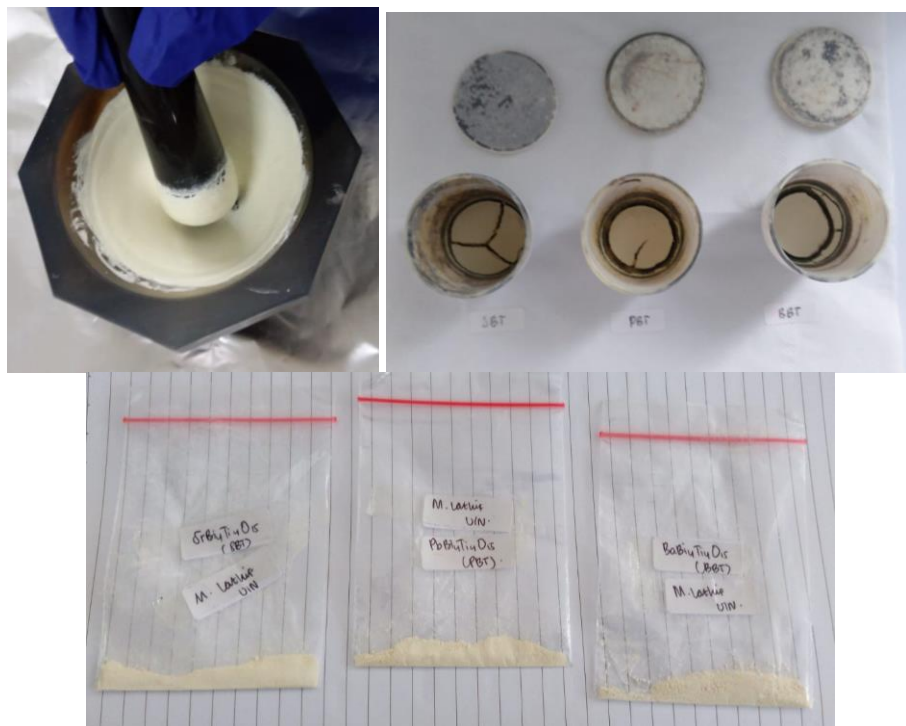
Sintesis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) dilakukan dengan mereaksikan masing-masing prekursor ACO_3 ($A = Sr, Ba$), PbO, Bi_2O_3 , dan TiO_2 dengan penambahan aseton selama penggerusan untuk meningkatkan proses penghomogenan antar prekursor. Kemudian dilakukan kalsinasi awal pada suhu 700 °C selama 8 jam. Setelah itu, campuran prekursor digerus kembali dengan penambahan garam NaCl/KCl dengan perbandingan mol prekursor dan garam 1:7. Kemudian dilakukan kalsinasi kembali pada suhu 750 dan 800°C masing-masing selama 8 jam. Suhu kalsinasi tersebut sesuai dengan titik leleh dari garam NaCl/KCl, sehingga proses reaksi antar prekursor untuk mendapatkan produk dapat berjalan maksimal (Kimura, 2011). Senyawa hasil kalsinasi kemudian dicuci dengan aquades panas untuk menghilangkan garamnya. Proses identifikasi

dilakukan menggunakan larutan AgNO_3 yang ditandai dengan adanya endapan putih sesuai dengan reaksi berikut,



Terakhir senyawa produk dikeringkan dalam oven pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ selama 3 jam.

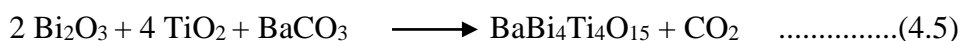
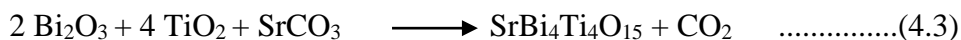
Gambar sampel pada serangkaian proses sintesis ditampilkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 (a) sampel sebelum tahap pemanasan, (b) sampel setelah melalui tahap pemanasan, (c) sampel $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($A = \text{Sr}, \text{Pb}, \text{Ba}$) hasil sintesis dengan metode lelehan garam NaCl/KCl

Sampel senyawa $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ($A = \text{Sr}, \text{Pb}, \text{Ba}$) yang telah melalui tahap pemanasan dan pencucian garam memiliki warna putih dengan sedikit kekuning-kuningan. Senyawa $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ tampak memiliki warna putih kekuningan yang lebih pekat daripada $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dan $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$. Reaksi yang terjadi dalam

pembentukan senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Pb, Ba$) ditampilkan pada persamaan 4.3-4.5 berikut ini:



4.2. Karakterisasi $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) menggunakan XRD

Difraktogram senyawa hasil sintesis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) dibandingkan dengan data standar *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS) No. 43-0973 ($SrBi_4Ti_4O_{15}$), No. 43-0972 ($PbBi_4Ti_4O_{15}$), dan No.35-0757 ($BaBi_4Ti_4O_{15}$), yang ditampilkan pada Gambar 4.2.

Berdasarkan data menunjukkan senyawa $SrBi_4Ti_4O_{15}$ berhasil disintesis dikarenakan kesesuaian dengan data standar dengan puncak khas pada posisi 2θ ($^\circ$) = 23,1; 30,3; 32,9; 39,7; 47,2; 57,2 . Namun ditemukan juga puncak puncak lain yang mengindikasikan adanya pengotor $Bi_4Ti_3O_{12}$ pada 2θ ($^\circ$) = 16,3; 26,93; 48,09; 62,7. Munculnya fasa pengotor $Bi_4Ti_3O_{12}$ menunjukkan bahwa terjadi reaksi tersendiri antara prekursor Bi_2O_3 dan TiO_2 . Senyawa $PbBi_4Ti_4O_{15}$ berhasil disintesis berdasarkan kesesuaian pada puncak khas data standar 2θ ($^\circ$) = 23,15; 30,3; 32,85; 39,6; 47,2; dan 57,2; tetapi terdapat puncak pengotor $Bi_2Ti_2O_7$ dengan intensitas puncak yang sangat kecil pada 2θ ($^\circ$) = 28,8. Fasa senyawa $BaBi_4Ti_4O_{15}$ berhasil terbentuk dengan puncak yang khas pada 2θ ($^\circ$) = 23,05; 30,1; 32,7; 39,4; 47,1; dan 56,9; serta ditemukan fasa pengotor berupa senyawa perovskite $BaTiO_3$ dengan intensitas rendah pada 2θ ($^\circ$) = 31,7. Dalam penelitian terdahulu sintesis $BaBi_4Ti_4O_{15}$, munculnya puncak intensitas rendah pada 2θ ($^\circ$) =

~ 31,75 tidak diidentifikasi sebagai pengotor atau fasa lain (Diao, dkk., 2013; Qi, dkk., 2019). Penggunaan suhu sintesis dibawah 950 °C kemungkinan menjadi salah satu faktor sulit didapatkannya senyawa murni $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) (Zulhadjri, dkk., 2011; Huang, dkk., 2011; Chang, dkk., 2014).

4.3. Karakterisasi $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) menggunakan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan instrumen SEM-EDS digunakan untuk menentukan morfologi partikel, ukuran partikel, dan komposisi unsur-unsur penyusun senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$). Mikrograf senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$) ditampilkan pada Gambar 4.4. Morfologi yang dihasilkan berbentuk *plate-like* yang merupakan morfologi khas dari Aurivillius. Senyawa $SrBi_4Ti_4O_{15}$ tampak partikel nya banyak yang mengalami aglomerasi dibanding $BaBi_4Ti_4O_{15}$ dan $PbBi_4Ti_4O_{15}$. Partikel senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Ba, Pb$) terlihat memiliki batas-batas tepi yang jelas dan sedikit agglomeratnya. Aglomerasi partikel disebabkan ukuran partikel kecil dan penggunaan suhu sintesis yang tinggi (Wang, C., dan Chen, S.H., 2012). Data EDS yang dirangkum dalam Tabel 1. menunjukkan kation A berhasil tersubstitusi didalam senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$), serta menunjukkan garam $NaCl/KCl$ telah berhasil dihilangkan dikarenakan tidak adanya unsur unsur penyusun garam $NaCl/KCl$ yang terdeteksi.

Gambar 4.3 Mikrograf SEM senyawa: (a) $PbBi_4Ti_4O_{15}$, (b) $BaBi_4Ti_4O_{15}$, (c) $SrBi_4Ti_4O_{15}$

Tabel 4.1 Persentase unsur-unsur $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A= Sr, Ba, Pb$)

Senyawa	Kadar (%)					
	Bi	Ti	O	Sr	Ba	Pb

SrBi ₄ Ti ₄ O ₁₅	65,62	16,49	11,14	6,75	-	-
BaBi ₄ Ti ₄ O ₁₅	63,70	9,32	7,14	-	19,83	-
PbBi ₄ Ti ₄ O ₁₅	60,45	12,63	8,07	-	-	18,85

4.4. Karakterisasi ABi₄Ti₄O₁₅ (A= Sr, Ba, Pb) menggunakan UV-Vis DRS

Spektra UV-Vis DRS ditampilkan pada Gambar 4.5 dan menunjukkan senyawa ABi₄Ti₄O₁₅ (A= Sr, Ba, Pb) memiliki daerah serapan pada daerah sinar tampak dan sinar ultraviolet dengan panjang gelombang 380-406 nm. Data reflektansi diolah menggunakan persamaan Kubelka-Munk untuk menentukan energi celah pita. Hasil plot Tauc persamaan Kubelka-Munk ditampilkan pada Gambar 4.6 dan data energi celah pita ABi₄Ti₄O₁₅ (A= Sr, Ba, Pb) dirangkum pada Tabel 2.

Gambar 4.4 Spektra DRS hubungan %Reflektansi dengan panjang gelombang senyawa ABi₄Ti₄O₁₅ (A= Sr, Ba, Pb)

Gambar 4.5 Spektra DRS energi celah pita senyawa ABi₄Ti₄O₁₅ (A= Sr, Ba, Pb)

Berdasarkan pada Tabel 4.2, urutan nilai energi celah pita dari yang kecil ke yang terbesar adalah PbBi₄Ti₄O₁₅ < SrBi₄Ti₄O₁₅ < BaBi₄Ti₄O₁₅. Hal ini menunjukkan semakin besar keelektronegatifan kation A mengakibatkan energi celah pita kecil (Ba: 0,9; Sr: 1,0; Pb: 1,8). Hur, dkk (2006) melaporkan bahwa semakin elektronegatif kation A maka akan menurunkan densitas elektron sehingga ikatan melemah dan energi celah pita menurun. Dalam penelitian tersebut juga dilaporkan bahwa kation A yang lebih besar mengakibatkan penerunan energi celah pita (efek sterik). Berdasarkan hal tersebut menunjukkan efek induksi dalam penelitian ini lebih berpengaruh daripada efek kesterikan.

Penelitian terdahulu menyebutkan nilai energi celah pita $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ adalah 3,0 eV. Adanya fasa sekunder pada sintesis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ telah sedikit mempengaruhi energi celah pita sehingga didapat nilainya 3,17 eV. Sedangkan nilai energi celah pita $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dan $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ secara berurutan adalah 3,02 dan 3,20 eV. Hal ini berarti adanya fasa sekunder pada kedua senyawa tersebut tidak mempengaruhi nilai energi celah pita dikarenakan komposisi fasa sekunder yang kecil (Tu, dkk., 2019; Qi, dkk., 2019; Kim, dkk., 2006).

4.5. Uji Fotokatalis $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) menggunakan Spektroskopi UV-Vis

4.5.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

Penentuan panjang gelombang maksimum larutan metilen biru dilakukan untuk mengetahui absorbansi maksimum larutan tersebut. Spektrum dari metilen biru ditampilkan pada Gambar 4.6. Hasil tersebut menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum dari metilen biru adalah 664,1 nm, hasil serupa telah dilaporkan pada penelitian-penelitian sebelumnya (Khudair, dkk., 2020). Data ini kemudian akan dijadikan acuan dalam proses pengukuran pengukuran selanjutnya.

4.5.2. Pembuatan Kurva Standar Larutan Metilen Biru

Pembuatan kurva standar metilen biru bertujuan untuk menentukan konsentrasi terukur metilen biru dalam pengujian aktivitas fotodegradasi. Kurva baku dari metilen biru dibuat pada konsentrasi 1-8 ppm dan pada panjang gelombang 664,1 nm. Kurva yang dihasilkan dari hubungan antara konsentrasi

(sumbu x) dan absorbansi (sumbu y) ditampilkan pada Gambar 4.7. Hasil kurva didapat persamaan regresi liniernya adalah $y = 0,1997x + 0,0187$ dengan nilai $R^2 = 0,9988$. Data koefisien koreksi (R^2) menunjukkan kelinieran yang tinggi absorbansi dan konsentrasi dikarenakan nilainya mendekati 1, sehingga penentuan konsentrasi terukur metilen biru akan memiliki akurasi data yang tinggi.

4.5.3. Pengujian Aktivitas Fotokatalitik $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) dalam Mendegradasi Metilen Biru

4.5.3.1. Uji Kestabilan Larutan Metilen Biru

Sebelum uji aktivitas fotokatalitik senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) dalam mendegradasi larutan metilen biru, terlebih dahulu dilakukan uji kestabilan metilen biru 4 ppm pada kondisi gelap (tanpa sinar UV) dan pada kondisi terang dengan radiasi sinar UV dalam waktu 0-120 menit dengan interval 30 menit. Hal ini bertujuan untuk menentukan apakah terjadi proses degradasi oleh radiasi sinar UV tanpa adanya material fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$). Spektrum metilen biru ditampilkan pada Gambar 4.8. dan menunjukkan tidak ada penurunan absorbansi yang signifikan pada rentang waktu 0-120 menit dalam kondisi gelap ataupun kondisi terediasi sinar UV. Lebih jelasnya konsentrasi metilen biru ditampilkan pada Gambar 4.9. dan terlihat tidak ada perbedaan yang signifikan. Hal ini menunjukkan senyawa metilen biru stabil pada rentang waktu tersebut sehingga uji fotodegradasi menggunakan fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) akan dilakukan pada rentang waktu tersebut.

4.5.3.2. Uji Adsorpsi-Desorpsi $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb)

Uji adsorpsi-desorpsi fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) dilakukan pada waktu 0 dan 30 menit yang bertujuan untuk menentukan adanya kemungkinan senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) mempunyai kemampuan adsorpsi terhadap metilen biru. Hasil adsorpsi-desorpsi menunjukkan adanya kemungkinan terjadi proses adsorpsi tetapi tidak terlalu signifikan. Senyawa $SrBi_4Ti_4O_{15}$, $BaBi_4Ti_4O_{15}$, $PbBi_4Ti_4O_{15}$ secara berturut-turut memiliki presentase adsorpsi sebesar 8,7; 6,64; dan 8,28%.

4.5.3.3. Uji Degradasi $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) terhadap Larutan Metilen Biru

Uji aktivitas fotodegradasi material fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) dilakukan dengan menggunakan fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) sebanyak 0,1 gram yang ditambahkan dalam larutan metilen biru 4 ppm. Uji degradasi dilakukan dibawah radiasi sinar UV selama rentang waktu 0-120 menit dengan interval 30 menit. Metilen biru hasil degradasi kemudian diukur absorbansinya dan diolah menggunakan persamaan kurva standar untuk mendapatkan konsentrasinya. Konsentrasi metilen biru setelah proses degradasi oleh beberapa material fotokatalis ditampilkan pada Gambar 4.10. dan kemudian dirangkum pada Tabel 4.3.

Berdasarkan data Tabel 1., menunjukkan konsentrasi metilen biru yang didegradasi oleh $ABi_4Ti_4O_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb) menurun seiring dengan bertambahnya waktu degradasi. $SrBi_4Ti_4O_{15}$ mampu mendegradasi metilen biru

sampai 1,41 ppm dalam 120 menit (47,8%), sedangkan $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Pb, Ba$) berturut-turut mampu mendegradasi sampai 1,6 ppm (46,64%) dan 1,02 ppm (30,34%). Hal ini menunjukkan waktu degradasi yang lama menghasilkan aktivitas fotodegradasi yang lebih baik. Aktivitas fotodegradasi $PbBi_4Ti_4O_{15}$ lebih baik dibandingkan $BaBi_4Ti_4O_{15}$. Hal ini menunjukkan adanya indikasi bahwa energi celah pita yang kecil memiliki aktivitas fotodegradasi yang lebih baik. Pengotor yang muncul pada sintesis $PbBi_4Ti_4O_{15}$ dan $BaBi_4Ti_4O_{15}$ tidak mempengaruhi aktivitas fotodegradasi dikarenakan nilai energi celah pita nya masih masuk dalam *range* senyawa tersebut. $SrBi_4Ti_4O_{15}$ dengan energi celah pita yang lebih besar daripada $PbBi_4Ti_4O_{15}$ memiliki aktivitas fotodegradasi yang lebih baik dibanding $PbBi_4Ti_4O_{15}$, hal ini disebabkan ukuran partikel dari senyawa $SrBi_4Ti_4O_{15}$ lebih kecil dari $PbBi_4Ti_4O_{15}$ sehingga memiliki luas permukaan yang lebih besar.

Kinetika degradasi metilen biru oleh material $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) dikaji menggunakan laju reaksi *pseudo* orde pertama sesuai persamaan 4.6 Langmuir-Hinshelwood (Mohaghegh, dkk., 2014).

$$\ln \frac{C_0}{C} = kt \quad \dots\dots\dots(4.6)$$

dengan C_0 adalah konsentrasi awal metilen biru, C adalah konsentrasi sisa metilen biru pada saat waktu degradasi t menit, dan k adalah konstanta laju reaksi. Plot laju reaksi *pseudo* orde pertama kinetika degradasi metilen biru ditampilkan pada Gambar 4.11.

Hasil *plotting* didapat nilai R^2 masing-masing senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Pb, Ba$) adalah 0,9712; 0,9667; 0,9425. Hal ini menunjukkan kesesuaian data dengan regresi linier nya adalah sebesar 97,12; 96,67; dan 94,25%, sehingga reaksi degradasi metilen biru tersebut dapat diasumsikan sebagai reaksi orde pertama. Nilai konstanta laju reaksi (k) didapat dari *slope* yang masing-masing nilainya adalah 0,0049; 0,00567; dan 0,00294 menit^{-1} . Makna dari kinetika degradasi pseudo orde pertama tersebut adalah laju reaksi dari proses degradasi dipengaruhi oleh konsentrasi satu reaktan berpangkat satu.

4.6. Dialog Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Zaman yang semakin maju dan berkembang tanpa disadari menimbulkan berbagai dampak negatif. Seperti perkembangan pesat industrialisasi tekstil menghasilkan limbah zat warna yang dapat merusak biota lingkungan perairan. Berbagai kerusakan akibat perbuatan manusia yang tidak bertanggung jawab telah termaktub dalam al-Quran surat ar-Rum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ
يَرْجِعُونَ (٤١)

Artinya : “Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia; Allah menghendaki agar mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”

Kata “zhahara” berarti terjadinya sesuatu di muka bumi, sehingga nampak terang dan jelas. Lafadz “al fasad” menurut al-Ashfahani merujuk pada kerusakan apa saja, yang diakibatkan karena keluarnya sesuatu dari keseimbangan, baik sedikit

atau banyak. Ulama kontemporer memahami *al fasad* dengan kerusakan lingkungan, karena lafadznya dikaitkan dengan darat dan laut (Shihab, 2002).

Etika islam dalam penggunaan sesuatu telah diatur dengan sedemikian rupa oleh Allah SWT. Dalam berkehidupan, umat islam dilarang untuk bersikap boros atau berlebihan. Allah berfirman dalam al-A'raf ayat 31.

يٰۤاَيُّهَا اٰدَمُ خُذْ وَا زَيْنَتَكَ مِمَّا عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوْا وَاشْرَبُوْا وَلَا تُسْرِفُوْا اِنَّهٗ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِيْنَ (۳۱)

Artinya : “Wahai anak cucu Adam! Pakailah pakaianmu yang bagus pada setiap (memasuki) masjid, makan dan minumlah, tetapi jangan berlebihan. Sungguh, Allah tidak menyukai orang yang berlebih-lebihan.”

Berdasarkan ayat diatas secara dhahir larangan untuk berbuat *israf*

(berlebihan) disandarkan pada sesuatu yang dimakan dan diminum. Namun jika melihat dari asbabun nuzul nya larangan *israf* tidak terbatas dalam hal makan, Ibnu Juraij mengikuti pendapat dari Atha' bahwa larangan untuk perilaku berlebihan yang dimaksudkan adalah dalam segala hal, larangan penggunaan pewarna tekstil secara berlebihan tanpa melihat kondisi alam. Zaman yang semakin maju harus diiringi oleh pemikiran yang maju terhadap kondisi alam, sehingga keseimbangan alam dapat terjaga (Katsir, 2019).

Sintesis fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) merupakan salah satu upaya manusia dalam menjaga lingkungan dari segala kerusakan seperti pencemaran lingkungan perairan. Manusia diperintahkan untuk merawat dan tidak membuat kerusakan di Bumi. Sebagaimana firman Allah SWT dalam al-Quran surat al A'raf ayat 56:

وَلَا تُفْسِدُوْا فِي الْاَرْضِۗ بَعْدَ اِصْلَاحِهَا وَاذْعُوْهُ حَوْفًا وَّطَمَعًاۗ اِنَّ رَحْمَتَ اللّٰهِ قَرِيْبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِيْنَ (۵۶)

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

Ayat tersebut menegaskan Allah melarang manusia untuk berbuat kerusakan di muka bumi yang telah dijadikan baik oleh Allah. Hal ini berkaitan dengan etika manusia terhadap bumi yang ditempatinya untuk tidak berbuat kedzaliman, merusak kelestarian lingkungan, dan mengeksploitasi sumber daya alam secara berlebihan. Manusia diperintahkan untuk berbuat baik karena rahmat Allah dekat kepada orang-orang yang berbuat baik. Perbuatan baik yang berkaitan dengan alam meliputi merawat dan melestarikan lingkungan (Shihab, 2002).

Penelitian menunjukkan bahwa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) mampu mendegradasi metilen biru yang merupakan salah satu limbah industri yang mencemari dan sulit terurai. Penelitian tersebut merupakan suatu bentuk tindakan manusia sebagai khalifah di bumi yang ditugaskan untuk menjaga, memelihara, dan mengelola bumi sebagaimana firman Allah surat al-Baqoroh ayat 30. Hal tersebut juga tak terlepas dari petunjuk Allah dalam al-Quran surat as-Shadd ayat 27 tentang adanya hikmah di setiap penciptaan Allah SWT dan tidak ada satupun yang sia-sia.

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا
مِنَ النَّارِ (٢٧)

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

Berdasarkan tafsir kemenag RI (2016), Allah menjelaskan bahwa Dia menjadikan langit, bumi, dan makhluk apa saja yang berada di antaranya, tidak sia-sia. Langit dengan segala bintang yang menghiasi, matahari yang memancarkan sinarnya di waktu siang, dan bulan yang menampakkan bentuknya yang berubah-ubah dari malam ke malam, sangat bermanfaat bagi manusia. Begitu juga bumi dengan segala isinya, baik yang tampak di permukaan ataupun yang tersimpan dalam perutnya, sangat besar artinya bagi kehidupan manusia. Semua itu diciptakan Allah atas kekuasaan dan kehendak-Nya sebagai rahmat yang tak ternilai harganya. Salah satu pemanfaatan ciptaan-Nya adalah melakukan sintesis senyawa material fotokatalis $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) yang digunakan untuk mendegradasi limbah zat warna. Dalam pengaplikasiannya, matahari bisa dimanfaatkan sebagai sumber foton/energi untuk aktivitas fotodegradasi limbah zat warna. Hal ini menunjukkan betapa banyak nya hikmah dan pelajaran yang bisa didapat dari semua ciptaan Allah SWT.

BAB V

PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat diambil kesimpulan adalah sebagai berikut:

1. Senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) berhasil disintesis menggunakan metode lelehan garam NaCl/KCl, namun ditemukan beberapa pengotor, yaitu $Bi_3Ti_4O_{12}$, $BaTiO_3$, dan $Bi_2Ti_2O_7$. Mikrograf SEM menunjukkan senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) memiliki morfologi khas *plate-like*, dan terdapat banyak agglomerat pada senyawa $SrBi_4Ti_4O_{15}$. Hasil UV-Vis DRS menunjukkan bahwa energi celah pita senyawa $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Ba, Pb$) secara berurutan adalah 3,05; 3,16; dan 2,94 eV
2. Hasil uji fotodegradasi menunjukkan bahwa dalam 120 menit $SrBi_4Ti_4O_{15}$ mampu mendegradasi metilen biru sampai 1,41 ppm (47,8%) dari konsentrasi awal 2,95 ppm; sedangkan $BaBi_4Ti_4O_{15}$ dan $PbBi_4Ti_4O_{15}$ masing-masing adalah 1,6 (46,64%) dan 1,02 ppm (30,34%) dari konsentrasi awal 3,43 dan 3,46 ppm. Uji kinetika degradasi oleh $ABi_4Ti_4O_{15}$ ($A = Sr, Pb, Ba$) memiliki kesesuaian regresi linier secara berurutan adalah 97,12; 96,67; dan 94,25%.

5.2. Saran

Penelitian ini perlu dilakukan pengembangan lebih lanjut seperti melakukan uji menggunakan spektroskopi fotoluminesensi untuk mengetahui laju rekombinan material fotokatalis.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, R. 2015. *Benarkah Matahari mengelilingi Bumi?*. Jakarta: Erlangga.
- Abdurrahman, asy Syaikh bin Nashir as-Sa'di. 2006. *Taisir al-Karimir Rahman Fi Tafsiri Kalamil Mannan*. Beirut: Mu'assasah ar-Risalah.
- Ajmal, A., Majeed, I., Malik, R.N., Idriss, H., Nadeem, M.A. 2014. Principles and Mechanisms of Photocatalytic Dye Degradation on TiO₂ Based Photocatalyst: a Comparative Overview. *RSC Advances*, 4, 37003–37026.
- Az-Zuhaila, Wahbah. 1982. *Tafsir Al-Wajiz*. Suriah: Darul Fikr.
- Borg, S., Svensson, G., Bovin, J.-O. 2002. Structure Study of Bi_{2.5}Na_{0.5}Ta₂O₉ and Bi_{2.5}Na_{m-1.5}Nb_mO_{3m+3} (m=2–4) by Neutron Powder Diffraction and Electron Microscopy. *Journal of Solid State Chemistry*, 167(1), 86–96.
- Chang, Y., Wu, J., Yang, B., Zhang, S., Lv, T., Cao, W. 2014. Synthesis and Properties of High Aspect Ratio SrBi₄Ti₄O₁₅ Microplatelets. *Materials Letters*.
- Cripps, C., Bumpus, J. A., Aust, S. D. 1990. Biodegradation of Azo and Heterocyclic Dyes by Phanerochaete Chrysosporium. *Applied and Environmental Microbiology*, 56(4), 1114–1118.
- Dai, B., Xuan, M., Lv, Y., Jin, C., Ran, S. 2019. Molten Salt Synthesis of Bi₂WO₆ Powders and Its Visible-Light Photocatalytic Activity. *Materials Research*, 22(5), e20190311.
- Diao, C.L., Xu, J.B., Zheng, H.W., Fang, L., Gu, Y.Z., Zhang, W.F. 2013. Dielectric and Piezoelectric Properties of Cerium Modified BaBi₄Ti₄O₁₅ Ceramics. *Ceramics International*, 39, 6991-6995.
- Etourneau, J., Portier, J., Ménil, F. 1992. The Role of The Inductive Effect in Solid State Chemistry: How The Chemist Can Use It to Modify Both The Structural and The Physical Properties of The Materials. *Journal of Alloys and Compounds*, 188, 1–7.
- Fujishima, A., Rao, T. N., Tryk, D. A. 2000. Titanium Dioxide Photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews* 1, 1-21.
- Gamage McEvoy, J., dan Zhang, Z. 2014. Antimicrobial and Photocatalytic Disinfection Mechanisms in Silver-Modified Photocatalysts Under Dark and Light Conditions. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 19, 62-75.

- Hao, H., Liu, H., Ouyang, S. 2009. Structure and Ferroelectric Property of Nb-Doped $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Ceramics. *Journal of Electroceramics*, 22(4), 357–362.
- He, H., Yin, J., Li, Y., Zhang, Y., Qiu, H., Xu, J., Xu, T., Wang, C. 2014. 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.
- He, R., Xu, D., Cheng, B., Yu, J., Ho, W. 2018. Review on Nanoscale Bi-Based Photocatalysts. *Nanoscale Horizons*, 3(5), 464–504.
- He, Z., Xu, X., Song, S., Xie, L., Tu, J., Chen, J., Yan, B. 2008. A Visible Light-Driven Titanium Dioxide Photocatalyst Codoped with Lanthanum and Iodine: An Application in the Degradation of Oxalic Acid. *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(42), 16431–16437.
- Huang, J., Li, L., Gu, Y., Li, Q. 2011. Influence 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, pp 704-707.
- Hur, S. G., Kim, T. W., Hwang, S.-J., Choy, J.-H. 2006. Influences of A- and B-Site Cations on The Physicochemical Properties of Perovskite-Structured $A(\text{In}_{1/3}\text{Nb}_{1/3}\text{B}_{1/3})\text{O}_3$ (A=Sr, Ba; B=Sn, Pb) Photocatalysts. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 183(1–2), 176–181.
- Ibhadon, A., dan Fitzpatrick, P. 2013. Heterogeneous Photocatalysis: Recent Advances and Applications. *Catalysts*, 3(1), 189–218.
- Kennedy, B. J., Zhou, Q., Ismunandar, Kubota, Y., Kato, K. 2008. Cation Disorder and Phase Transitions in The Four-Layer Ferroelectric Aurivillius phases $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (A=Ca, Sr, Ba, Pb). *Journal of Solid State Chemistry*, 181(6), 1377–1386.
- Kim, H. G., Becker, O. S., Jang, J. S., Ji, S. M., Borse, P. H., Lee, J. S. 2006. A Generic Method of Visible Light Sensitization for Perovskite-Related Layered Oxides: Substitution Effect of Lead. *Journal of Solid State Chemistry*, 179(4), 1214–1218.
- Kimura, T. 2011. Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders. In *Advances in Ceramics-Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications*.
- Kojima, S., Imaizumi, R., Hamazaki, S., Takashige, M. 1995. Raman Study of Ferroelectric Bismuth Layer-Oxides $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$. *Journal of Molecular Structure*, 348 37-40.

- Kudo, A., Niishiro, R., Iwase, A., Kato, H. 2007. Effects of Doping of Metal Cations on Morphology, Activity, and Visible Light Response of Photocatalysts. *Chemical Physics*, 339(1–3), 104–110.
- Lazarevic, Z., Stojanovic, B. D., Varela, J. A. 2005. An Approach to Analyzing Synthesis, Structure and Properties of Bismuth Titanate Ceramics. *Science of Sintering*, 37(3), 199–216
- Li, X., Zhu, C., Song, Y., Du, D., Lin, Y. 2017. Solvent Co-Mediated Synthesis of Ultrathin BiOCl Nanosheets with Highly Efficient Visible-Light Photocatalytic Activity. *RSC Advances*, 7(17), 10235–10241.
- Li, Y., Chen, G., Zhang, H., Li, Z., Sun, J. 2008. Electronic Structure and Photocatalytic Properties of $ABi_2Ta_2O_9$ ($A=Ca, Sr, Ba$). *Journal of Solid State Chemistry*, 181(10), 2653–2659.
- Mohaghegh, N., Tasviri, M., Esmail, R., Gholami, M.R. 2014. Nano Sized ZnO Composites: Preparation, Characterization and Application as Photocatalysts for Degradation of AB92 Azo Dye. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 21, 167-179.
- Nayak, P., Badapanda, T., Singh, A. K., Panigrahi, S. 2017. Possible Relaxation and Conduction Mechanism in W^{6+} Doped $SrBi_4Ti_4O_{15}$ Ceramic. *Ceramics International*, 43(5), 4527–4535.
- Park, Y.-I., Nagai, M., Miyayama, M., Kudo, T. 2001. Effect of Composition on Ferroelectric Properties of Sol-Gel Derived Lead Bismuth Titanate ($PbBi_4Ti_4O_{15}$) Thin Films. *Journal Of Materials Science*, 36, 1261-1269.
- Pawar, M., Sendogdular, S.T., Gouma, P. 2018. A Brief Overview of TiO_2 Photocatalyst for Organic Dye Remediation: Case Study of Reaction Mechanisms Involved in Ce- TiO_2 Photocatalysts System. *Journal of Nanomaterials*, 1-13
- Qi, W., Wang, Y., Wu, J., Hu, Z., Jia, C., Zhang, H. 2019. Relaxor Ferroelectric and Photocatalytic Properties of $BaBi_4Ti_4O_{15}$. *Advances in Applied Ceramics*, 118(7), 418–424.
- Hojamberdiev, M., Bekheet, M.F., Hart, J.N., Vequizo, J.J.M., Yamakata, A., Yubuta, K., Gurlo, A., Hasegawa, M., Domen, K., Teshima, K. 2017. Elucidating The Impact of A-Site Cation Change on Photocatalytic H_2 and O_2 Evolution Activities of Perovskite-Type $LnTaON_2$ ($Ln= La$ and Pr). *Physical Chemistry Chemical Physics*, 18(1), 21–46.
- Schwarzenbach, R. P. 2006. The Challenge of Micropollutants in Aquatic Systems. *Science*, 313(5790), 1072–1077.

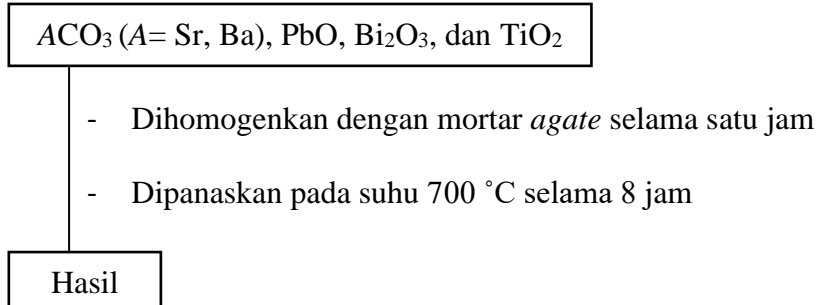
- Setasuwon, P., dan Kijamnajsak, S. 2008. Effects of Starting Materials on Molten Salt Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Advanced Materials Research*, 55–57, 165–168.
- Shihab, M. Q. 2006. *Tafsir Al-Misbah: Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Quran*. Jakarta: Lentera Hati.
- Suman, P.H., Felix, A.A., Tuller, H.I., Varela, J.A. Orlandi, M.O. 2015. Comparative Gas Sensor Response of SnO_2 , SnO and Sn_3O_4 Nanobelts to NO_2 and Potential Interferents. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 208, 122–127.
- Tu, S., Zhang, Y., Reshak, A. H., Auluck, S., Ye, L., Han, X., Ma, T., Huang, H. 2019. Ferroelectric Polarization Promoted Bulk Charge Separation for Highly Efficient CO_2 Photoreduction of $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$. *Nano Energy*, 56, 840–850.
- Uddin, M. K. 2017. A Review on The Adsorption of Heavy Metals by Clay Minerals, with Special Focus on The Past Decade. *Chemical Engineering Journal*, 308, 438–462.
- Uma, H. B., Ananda, S., Nandaprakash, M. B. 2019. High Efficient Photocatalytic Treatment of Textile Aye and Antibacterial Activity Via Electrochemically Synthesized Ni-doped ZnO Nano Photocatalysts. *Chemical Data Collections*, 24, 100301.
- Wang, C., dan Chen, S.H. 2012. Factors Influencing Particle Agglomeration During Solid-State Sintering. *Acta Mech. Sin*, 28 (3), 711-719.
- Wang, J., Li, J., Wang, K., Gong, J., Li, Y., Zhang, G. 2019. Controlled Synthesis of $\text{Bi}_2\text{NbO}_5\text{F}$ Plates with Exposed {010} Facet by Molten Salt Method and Their Photocatalytic Mechanism Insights. *Journal of Alloys and Compounds*, 776, 586–593.
- Wu, W., Liang, S., Wang, X., Bi, J., Liu, P., Wu, L. 2011. Synthesis, Structures and Photocatalytic Activities of Microcrystalline $\text{ABi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ (A= Sr, Ba) powders. *Journal of Solid State Chemistry*, 184(1), 81–88.
- Xue, P., Wu, H., Lu, Y., Zhu, X. 2018. Recent Progress in Molten Salt Synthesis of Low-Dimensional Perovskite Oxide Nanostructures, Structural Characterization, Properties, and Functional Applications: A review. *Journal of Materials Science & Technology*, 34(6), 914–930.
- Yang, G., Liang, Y., Li, K., Yang, J., Zhu, Y., Liu, S., Xu, R. 2018. Comparative Study on The Synthesis and Photocatalytic Performance of Bi_2WO_6 Nanosheets Prepared Via Molten Salt and Hydrothermal Method. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 29(16), 14311–14321.

- Yao, W. F., Wang, H., Xu, X. H., Shang, S. X., Hou, Y., Zhang, Y., Wang, M. 2003. Synthesis and Photocatalytic Property of Bismuth Titanate $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Materials Letters*, 57(13–14), 1899–1902.
- Yin, J., Zou, Z., Ye, J. 2003. Photophysical and Photocatalytic Properties of $\text{MIn}_{0.5}\text{Nb}_{0.5}\text{O}_3$ ($M = \text{Ca}, \text{Sr}, \text{and Ba}$). *The Journal of Physical Chemistry B*, 107(1), 61–65.
- Yoon, K. H., Cho, Y. S., Kang, D. H. 1998. Molten Salt Synthesis of Lead-Based Relaxors. *Journal of Materials Science*, 33(12), 2977–2984.
- Zhao, Z., Li, X., Ji, H., Deng, M. 2014. Formation Mechanism of Plate-like $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Particles in Molten Salt Fluxes. *Integrated Ferroelectrics*, 154(1), 154–158.
- Zulhadjri, Prijamboedi, B., Nugroho, A. A., Mufti, N., Fajar, A., Palstra, T. T. M., Ismunandar. 2011. Aurivillius Phases of $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Doped with Mn^{3+} Synthesized by Molten Salt Technique: Structure, Dielectric, and Magnetic Properties. *Journal of Solid State Chemistry*, 184(5), 1318–1323.

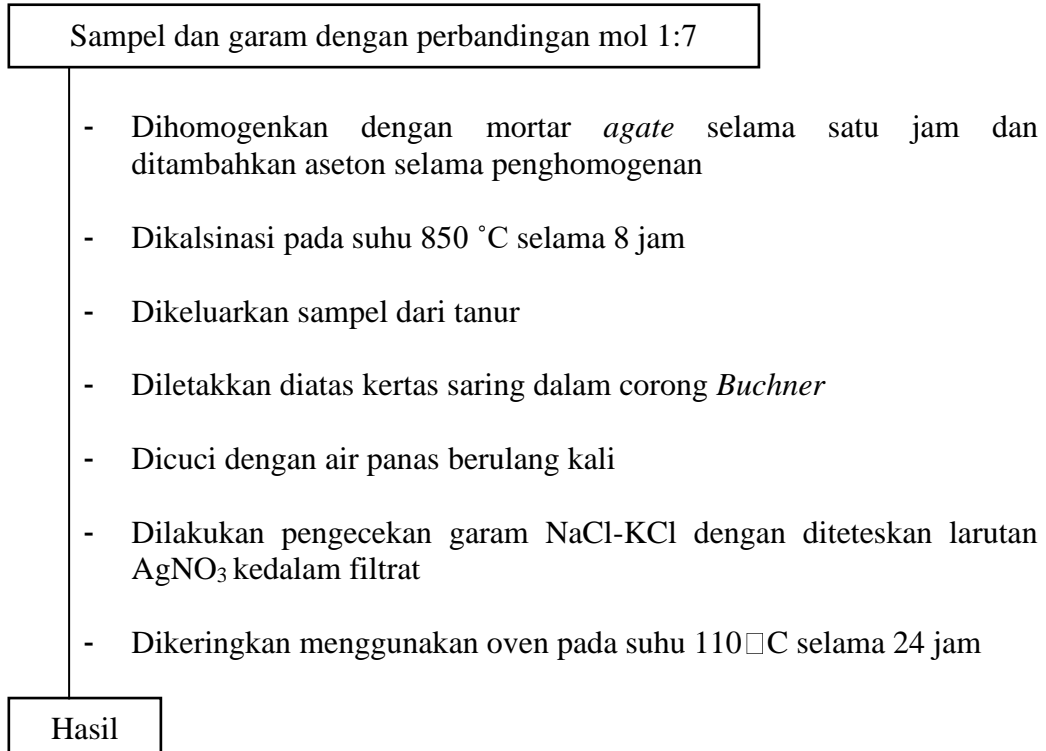
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

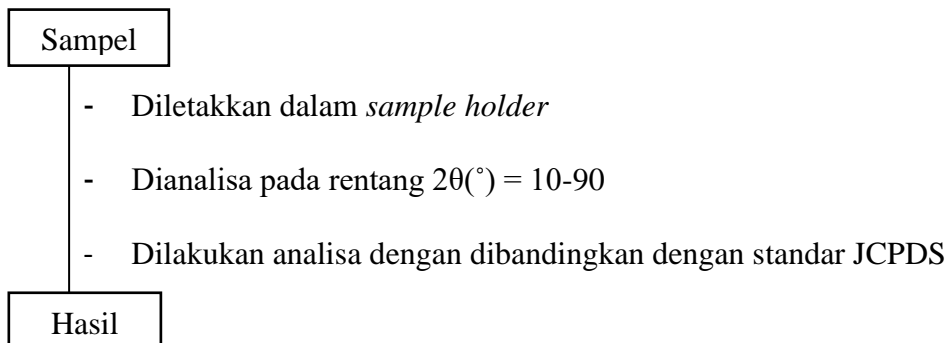
1. Preparasi bahan dan pemanasan Awal



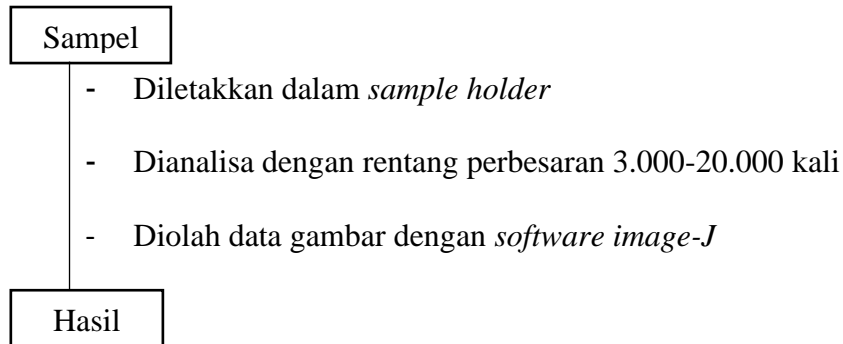
2. Sintesis ABi₄Ti₄O₁₅ dengan metode lelehan garam



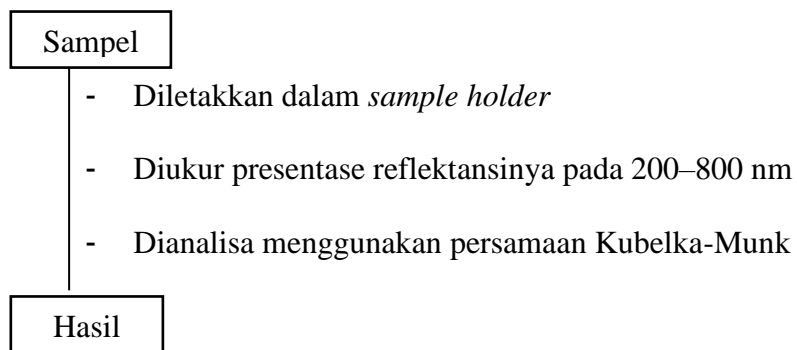
3. Karakterisasi dan analisis ABi₄Ti₄O₁₅ menggunakan Instrumen XRD



4. Karakterisasi dan analisis $ABi_4Ti_4O_{15}$ menggunakan Instrumen SEM

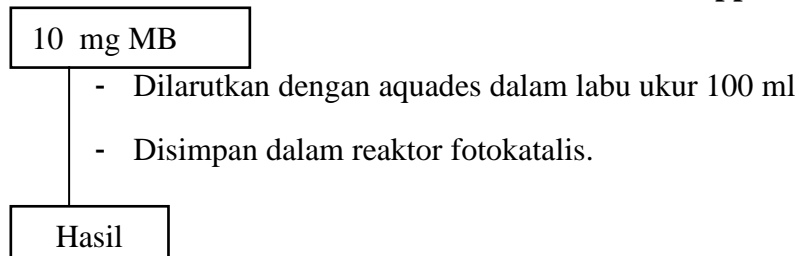


5. Karakterisasi dan analisis $ABi_4Ti_4O_{15}$ menggunakan UV-Vis DRS

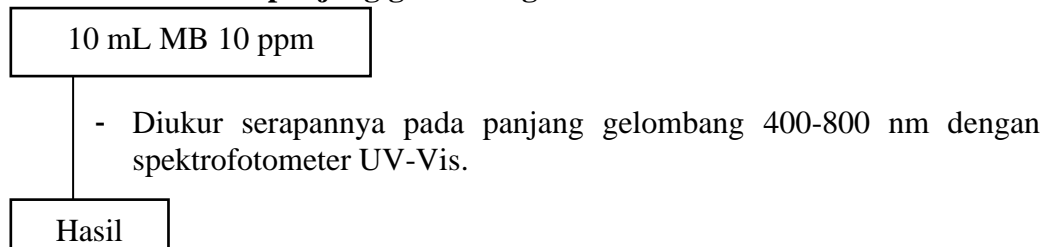


6. Uji aktivitas fotokatalitik

a. Pembuatan larutan induk Metilen Biru 100 ppm



b. Penentuan panjang gelombang maksimum Metilen Biru



c. Pembuatan kurva standar untuk Spektroskopi UV-Vis

10 mL MB dengan konsentrasi 1-10 ppm dengan rentang 1 ppm

- Disiapkan 10 mL larutan
- Diukur absorbansinya dengan spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang maksimum

Hasil

d. Penentuan waktu kestabilan metilen biru

Metilen biru 10 ppm

- Dicek pH dengan indikator pH universal
- Diukur absorbansinya pada menit ke-0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 dengan spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang maksimum
- Dicek pH larutan dengan indikator universal

Hasil

e. Pengukuran konsentrasi larutan kontrol metilen biru

Metilen biru 10 ppm

- Dimasukkan sebanyak 100 mL dalam erlenmeyer
- Diletakkan dalam ruangan gelap selama 30 dan 60 menit
- Diukur absorbansi larutan dengan spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang maksimum
- Dicek pH larutan dengan indikator universal
- Dilakukan perlakuan sama untuk larutan kontrol ke-2 yaitu dengan penyinaran sinar UV selama 30 dan 60 menit

Hasil

f. Pengujian aktivitas fotokatalis pada Metilen Biru dengan Reaktor Fotokatalitik

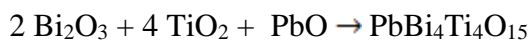
10 mL MB 10 ppm + 0,1 gram serbuk $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$

- Dimasukkan gelas kimia 250 mL
- Diaduk dengan *stirrer* selama 30 menit dalam ruang gelap
- Diradiasi dibawah sinar UV selam 30 menit
- Disentrifugasi untuk memisahkan larutan dan katalis
- Diukur absorbansi larutan dengan spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang maksimum
- Dicek pH larutan dengan indikator universal

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan

Reaksi keseluruhan adalah :



Keterangan:

- ⌚ Massa target 4 gram
- ⌚ Perbandingan mol garam NaCl:KCl adalah 1:1
- ⌚ Perbandingan mol $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (A= Sr, Ba, Pb): mol garam adalah 1:7

1. Senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$



$$\begin{aligned} n \text{ SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} &= \frac{\text{massa}}{Mr} \\ &= \frac{3 \text{ gr}}{1355,0006 \text{ gr/mol}} = 0,002214 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= Mr \times n \text{ Bi}_2\text{O}_3 \\ &= 465,959 \text{ gr/mol} \times 0,004428 \text{ mol} = 2,06326 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= Mr \times n \text{ TiO}_2 \\ &= 79,8658 \text{ gr/mol} \times 0,008856 \text{ mol} = 0,70729 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa SrCO}_3 &= Mr \times n \text{ SrCO}_3 \\ &= 147,6289 \text{ gr/mol} \times 0,002214 \text{ mol} = 0,32685 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaCl} &= 7 \times n \text{ SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \times Mr \text{ NaCl} \\ &= 7 \times 0,002214 \text{ mol} \times 58,4427 \text{ gr/mol} = 0,90574 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa KCl} &= 7 \times n \text{ SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \times Mr \text{ KCl} \\ &= 7 \times 0,002214 \text{ mol} \times 74,5513 \text{ gr/mol} = 1,15539 \text{ gr} \end{aligned}$$

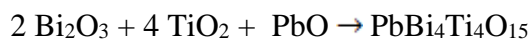
2. Senyawa $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$



$$\begin{aligned} n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} &= \frac{\text{massa}}{Mr} \\ &= \frac{3 \text{ gr}}{1404,7076 \text{ gr/mol}} = 0,0021356 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mr} \times n \text{ Bi}_2\text{O}_3 \\
 &= 465,959 \text{ gr/mol} \times 0,0042712 \text{ mol} = 1,9902 \text{ gr} \\
 \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mr} \times n \text{ TiO}_2 \\
 &= 79,8659 \text{ gr/mol} \times 0,0085424 \text{ mol} = 0,68224 \text{ gr} \\
 \text{Massa BaCO}_3 &= \text{Mr} \times n \text{ BaCO}_3 \\
 &= 197,3359 \text{ gr/mol} \times 0,0021356 \text{ mol} = 0,4214 \text{ gr} \\
 \text{Massa NaCl} &= 7 \times n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \times \text{Mr NaCl} \\
 &= 7 \times 0,0021356 \text{ mol} \times 58,4427 \text{ gr/mol} = 0,87367 \text{ gr} \\
 \text{Massa KCl} &= 7 \times n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \times \text{Mr KCl} \\
 &= 7 \times 0,0021356 \text{ mol} \times 74,5513 \text{ gr/mol} = 1,11448 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

3. Senyawa PbBi₄Ti₄O₁₅



$$\begin{aligned}
 n \text{ PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} \\
 &= \frac{3 \text{ gr}}{1474,5806 \text{ gr/mol}} = 0,00203447 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Mr} \times n \text{ Bi}_2\text{O}_3 \\
 &= 465,959 \text{ gr/mol} \times 0,00406894 \text{ mol} = 1,89595 \text{ gr} \\
 \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mr} \times n \text{ TiO}_2 \\
 &= 79,8658 \text{ gr/mol} \times 0,00813788 \text{ mol} = 0,64993 \text{ gr} \\
 \text{Massa PbO} &= \text{Mr} \times n \text{ PbO} \\
 &= 223,1994 \text{ gr/mol} \times 0,00203447 \text{ mol} = 0,45409 \text{ gr} \\
 \text{Massa NaCl} &= 7 \times n \text{ PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \times \text{Mr NaCl} \\
 &= 7 \times 0,00203447 \text{ mol} \times 58,4427 \text{ gr/mol} = 0,83229 \text{ gr} \\
 \text{Massa KCl} &= 7 \times n \text{ PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \times \text{Mr KCl} \\
 &= 7 \times 0,00203447 \text{ mol} \times 74,5513 \text{ gr/mol} = 1,06170 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

L.2.2 Konsentrasi Akhir Metilen Biru

Persamaan:

$$y = 0,1997x + 0,0187$$

$$R^2 = 0,9988$$

⌚ SrBi₄Ti₄O₁₅

Pada t= 0 menit,

Absorbansi = 0,608

$$0,608 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,5893}{0,1997} = \mathbf{2,95 \text{ ppm}}$$

Pada t= 30 menit,

Absorbansi = 0,492

$$0,492 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,4733}{0,1997} = \mathbf{2,37 \text{ ppm}}$$

Pada t= 60 menit,

Absorbansi = 0,415

$$0,415 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,3963}{0,1997} = \mathbf{1,98 \text{ ppm}}$$

Pada t= 90 menit,

Absorbansi = 0,350

$$0,350 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,3313}{0,1997} = \mathbf{1,66 \text{ ppm}}$$

Pada t= 120 menit,

Absorbansi = 0,327

$$0,327 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,3083}{0,1997} = \mathbf{1,54 \text{ ppm}}$$

⌚ PbBi₄Ti₄O₁₅

Pada t= 0 menit,

Absorbansi = 0,704

$$0,704 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,6853}{0,1997} = \mathbf{3,43 \text{ ppm}}$$

Pada t= 30 menit,

Absorbansi = 0,641

$$0,641 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,6223}{0,1997} = \mathbf{3,11 \text{ ppm}}$$

Pada t= 60 menit,

Absorbansi = 0,564

$$0,564 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,5453}{0,1997} = \mathbf{2,73 \text{ ppm}}$$

Pada t= 90 menit,

Absorbansi = 0,4763

$$0,4763 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,4763}{0,1997} = \mathbf{2,38 \text{ ppm}}$$

Pada t= 120 menit,

Absorbansi = 0,384

$$0,384 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,3653}{0,1997} = \mathbf{1,83 \text{ ppm}}$$

⌚ **BaBi₄Ti₄O₁₅**

Pada t= 0 menit,
Absorbansi = 0,711

$$0,711 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,6923}{0,1997} = \mathbf{3,46 \text{ ppm}}$$

Pada t= 30 menit,
Absorbansi = 0,637

$$0,637 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,6183}{0,1997} = \mathbf{3,09 \text{ ppm}}$$

Pada t= 60 menit,
Absorbansi = 0,622

$$0,622 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,6033}{0,1997} = \mathbf{3,02 \text{ ppm}}$$

Pada t= 90 menit,
Absorbansi = 0,547

$$0,547 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,5283}{0,1997} = \mathbf{2,64 \text{ ppm}}$$

Pada t= 120 menit,
Absorbansi = 0,504

$$0,501 = 0,1997x + 0,0187$$

$$x = \frac{0,4823}{0,1997} = \mathbf{2,41 \text{ ppm}}$$

L.2.3 Kinetika Degradasi

⌚ **SrBi₄Ti₄O₁₅**

Diket: t₀ = 2,95
Pada t= 30 menit,
Konsentrasi (c) = 2,37 ppm

$$\ln 2,95 - \ln 2,37 = kt$$

$$1,081 - 0,862 = kt$$

$$0,219 = kt$$

Diket: t₀ = 2,95
Pada t= 60 menit,
Konsentrasi (c) = 1,98 ppm

$$\ln 2,95 - \ln 1,98 = kt$$

$$1,081 - 0,683 = kt$$

$$0,398 = kt$$

Diket: t₀ = 2,95
Pada t= 90 menit,
Konsentrasi (c) = 1,66 ppm

⌚ **PbBi₄Ti₄O₁₅**

Diket: t₀ = 3,43
Pada t= 30 menit,
Konsentrasi (c) = 3,11 ppm

$$\ln 3,43 - \ln 3,11 = kt$$

$$1,232 - 1,134 = kt$$

$$0,098 = kt$$

Diket: t₀ = 3,43
Pada t= 60 menit,
Konsentrasi (c) = 2,73 ppm

$$\ln 3,43 - \ln 2,73 = kt$$

$$1,232 - 1,004 = kt$$

$$0,228 = kt$$

Diket: t₀ = 3,43
Pada t= 90 menit,
Konsentrasi (c) = 2,38 ppm

$$\begin{aligned} \ln 2,95 - \ln 1,66 &= kt \\ 1,081 - 0,506 &= kt \\ 0,575 &= kt \end{aligned}$$

Diket: $t_0 = 2,95$
 Pada $t = 120$ menit,
 Konsentrasi (c) = 1,54 ppm

$$\begin{aligned} \ln 2,95 - \ln 1,54 &= kt \\ 1,081 - 0,431 &= kt \\ 0,65 &= kt \end{aligned}$$

Didapat persamaan

$$\begin{aligned} y &= 0,0049x + 0,093 \\ R^2 &= 0,9712 \\ k &= 0,0049 \text{ menit}^{-1} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \ln 3,43 - \ln 2,38 &= kt \\ 1,232 - 0,867 &= kt \\ 0,365 &= kt \end{aligned}$$

Diket: $t_0 = 3,43$
 Pada $t = 120$ menit,
 Konsentrasi (c) = 1,83 ppm

$$\begin{aligned} \ln 3,43 - \ln 1,83 &= kt \\ 1,232 - 0,604 &= kt \\ 0,628 &= kt \end{aligned}$$

Didapat persamaan

$$\begin{aligned} y &= 0,0058x + 0,102 \\ R^2 &= 0,9667 \\ k &= 0,0058 \text{ menit}^{-1} \end{aligned}$$

🕒 **BaBi₄Ti₄O₁₅**

Diket: $t_0 = 3,46$
 Pada $t = 30$ menit,
 Konsentrasi (c) = 3,09 ppm

$$\begin{aligned} \ln 3,46 - \ln 3,09 &= kt \\ 1,241 - 1,128 &= kt \\ 0,113 &= kt \end{aligned}$$

Diket: $t_0 = 3,46$
 Pada $t = 60$ menit,
 Konsentrasi (c) = 3,02 ppm

$$\begin{aligned} \ln 3,46 - \ln 3,02 &= kt \\ 1,241 - 1,105 &= kt \\ 0,136 &= kt \end{aligned}$$

Diket: $t_0 = 3,46$
 Pada $t = 90$ menit,
 Konsentrasi (c) = 2,64 ppm

$$\begin{aligned} \ln 3,46 - \ln 2,64 &= kt \\ 1,241 - 0,970 &= kt \\ 0,271 &= kt \end{aligned}$$

Diket: $t_0 = 3,46$
 Pada $t = 120$ menit,
 Konsentrasi (c) = 2,41 ppm

$$\begin{aligned} \ln 3,46 - \ln 2,41 &= kt \\ 1,241 - 0,879 &= kt \\ 0,362 &= kt \end{aligned}$$

Didapat persamaan

$$\begin{aligned} y &= 0,00294x + 0,00000000386 \\ R^2 &= 0,9425 \\ k &= 0,00294 \text{ menit}^{-1} \end{aligned}$$

Lampiran 3. Hasil karakterisasi menggunakan XRD

Tabel L.3.1 Puncak-puncak XRD SrBi₄Ti₄O₁₅

Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	FWHM Left [°2Th.]	Height [cts]
16.38(5)	5.408(15)	0.62(7)	258(46)
21.64(2)	4.104(4)	0.200(17)	645(73)
23.277(12)	3.818(2)	0.261(11)	1916(126)
27.02(6)	3.297(7)	0.45(7)	163(37)
30.116(6)	2.9650(6)	0.224(10)	9239(277)
32.49(3)	2.754(3)	0.46(9)	916(87)
32.925(9)	2.7182(7)	0.296(15)	3750(177)
37.09(3)	2.4220(17)	0.32(4)	240(45)
38.485(10)	2.3373(6)	0.35(4)	438(60)
39.756(13)	2.2655(7)	0.249(12)	2227(136)
44.21(4)	2.0469(18)	0.25(9)	205(41)
46.42(2)	1.9545(8)	0.25(7)	254(46)
46.90(3)	1.9358(12)	0.43(11)	486(64)
47.258(9)	1.9218(3)	0.204(13)	2178(135)
47.91(3)	1.8973(12)	0.58(7)	310(51)
51.581(9)	1.7705(3)	0.42(3)	634(73)
52.35(3)	1.7462(9)	0.75(8)	314(51)
53.27(2)	1.7181(6)	0.46(5)	265(47)
57.169(13)	1.6100(3)	0.323(17)	2555(146)
62.59(3)	1.4829(6)	0.46(4)	345(54)
64.41(3)	1.4453(5)	0.48(7)	116(31)
66.64(4)	1.4023(8)	0.22(11)	79(26)

Tabel L.3.2 Puncak-puncak XRD PbBi₄Ti₄O₁₅

Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	FWHM Left [°2Th.]	Height [cts]
17.225(15)	5.144(5)	0.36(2)	804(82)

21.491(8)	4.1314(15)	0.159(6)	1785(122)
23.196(8)	3.8315(14)	0.167(7)	3616(174)
27.66(4)	3.223(4)	0.14(6)	597(71)
30.308(4)	2.9467(4)	0.188(3)	16548(371)
32.847(5)	2.7245(4)	0.229(4)	5851(221)
33.231(15)	2.6938(12)	0.10(5)	235(44)
37.371(10)	2.4043(6)	0.30(3)	338(53)
39.602(10)	2.2739(5)	0.216(16)	3529(172)
43.809(14)	2.0648(6)	0.248(17)	612(71)
47.207(4)	1.92379(14)	0.159(4)	4281(189)
48.086(6)	1.8907(2)	0.379(14)	831(83)
50.584(10)	1.8030(3)	0.20(3)	284(49)
52.137(4)	1.75288(12)	0.466(10)	1433(109)
53.122(7)	1.7227(2)	0.386(19)	498(64)
55.82(6)	1.6457(16)	0.39(5)	215(42)
57.064(5)	1.61269(14)	0.098(16)	2142(134)
57.235(7)	1.60826(19)	0.23(3)	3071(160)
61.06(2)	1.5164(5)	0.26(6)	148(35)
63.013(7)	1.47399(14)	0.398(18)	637(73)
63.74(2)	1.4590(5)	0.21(6)	100(29)
65.648(15)	1.4211(3)	0.49(6)	213(42)
66.313(14)	1.4084(3)	0.33(4)	265(47)
68.877(10)	1.36211(18)	0.55(4)	348(54)
69.643(10)	1.34898(16)	0.28(3)	369(55)

Tabel L.3.3 Puncak-puncak XRD BaBi₄Ti₄O₁₅

Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	FWHM Left [°2Th.]	Height [cts]
12.717(11)	6.955(6)	0.18(5)	260(47)
17.032(10)	5.202(3)	0.206(13)	1347(106)
21.287(6)	4.1706(12)	0.141(12)	1312(105)
23.141(7)	3.8404(12)	0.143(7)	3457(170)

27.522(6)	3.2383(7)	0.214(18)	636(73)
30.141(2)	2.9626(2)	0.123(2)	21207(420)
31.542(18)	2.8342(16)	0.22(2)	389(57)
32.783(5)	2.7296(4)	0.195(4)	5911(222)
33.112(9)	2.7033(7)	0.07(2)	316(51)
34.39(6)	2.606(5)	0.29(9)	172(38)
35.30(8)	2.541(6)	0.21(6)	146(35)
37.22(3)	2.4137(18)	0.18(3)	494(64)
38.871(8)	2.3150(4)	0.207(11)	1227(101)
39.420(7)	2.2840(4)	0.193(7)	2848(154)
39.95(2)	2.2548(11)	0.24(6)	170(38)
43.55(6)	2.076(3)	0.57(5)	235(44)
47.092(4)	1.92821(14)	0.130(4)	4413(192)
47.671(10)	1.9062(4)	0.147(14)	1004(91)
48.27(2)	1.8838(8)	0.28(5)	273(48)
50.445(16)	1.8076(5)	0.125(18)	393(57)
51.766(7)	1.7646(2)	0.195(9)	2083(132)
52.194(10)	1.7511(3)	0.15(3)	351(54)
53.035(9)	1.7253(3)	0.29(2)	393(57)
55.343(16)	1.6587(4)	0.21(5)	301(50)
56.856(4)	1.61809(10)	0.088(9)	2032(130)
56.995(6)	1.61447(16)	0.209(18)	2778(152)
59.63(3)	1.5492(7)	0.33(6)	139(34)
60.467(18)	1.5298(4)	0.20(3)	188(40)
62.650(5)	1.48164(12)	0.183(19)	851(84)
65.02(3)	1.4333(5)	0.31(3)	371(56)
65.94(3)	1.4156(6)	0.34(5)	211(42)
68.823(14)	1.3630(2)	0.80(4)	297(50)