## SINTESIS FOTOKATALIS BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM

### **SKRIPSI**

Oleh: DWI NURCAHYANINGTYAS NIM. 17630008



PROGRAM STUDI KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2022

## SINTESIS FOTOKATALIS BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM

### **SKRIPSI**

Oleh: DWI NURCAHYANINGTYAS NIM. 17630008

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 2022

## SINTESIS FOTOKATALIS BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x = 0.05; 0,1; 0,15; dan 0,2) MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM

### SKRIPSI

Oleh: **DWI NURCAHYANINGTYAS** NIM. 17630008

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Tanggal: 13 Juni 2022

Pembimbing I

Dr. Anton Frasetyo, M.S. NIP. 19770925 200604 1 003

Pembimbing II

Dr. M. Mukhlis Fahruddin, M.S.I NIPT. 20140201409

EMengetahui,

Mungsin, M.Si NIP. 198102 1 20080 2 010

ii

### SINTESIS FOTOKATALIS BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM

#### SKRIPSI

### Oleh: DWI NURCAHYANINGTYAS NIM. 17630008

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

Tanggal: 13 Juni 2022

Ketua Penguji

: Eny Yulianti, M.Si

NIP. 19760611 200501 2 006

Anggota Penguji I

: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc

NIDT. 19900906 20180201 2 239

Anggota Penguji II

: Dr. Anton Prasetyo, M.Si

NIP. 19770925 200604 1 003

Anggota Penguji III

: Dr. M. Mukhlis Fahruddin, M.S.Į

NIPT. 20140201409

Ketua Program Studi

Rachmawati Mingsib, M.Si NIP 19810811 200801 2 010

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama

: Dwi Nurcahyaningtyas

MIM

: 17630008

Program Studi

: Kimia

**Fakultas** 

: Sains dan Teknologi

Judul Penelitian

: Sintesis Fotokatalis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15;

dan 0,2) Menggunakan Metode Lelehan Garam

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

Malang, 03 Maret 2022 Yang membuat pernyataan,

NIM. 1762/0008

Dwi Nurcahyaningtyas

AJX751049875

#### HALAMAN PERSEMBAHAN

Rasa syukur kupersembahkan kepadaMu Penciptaku, Yang Mengatur Alam Semesta. Atas kehendakMu saya belajar menjadi pribadi yang lebih kuat dan senantiasa bersyukur. Semoga pencapaian ini menjadi jalan untuk belajar mengagumi penciptaanMu untuk menuju RidhoMu.

Dengan ini saya persembahkan sebuah karya kepada orang tua dan keluarga saya yang senantiasa memberikan dukungan. Karena tanpa dukungan dan doa beliau mungkin saya tidak berada pada titik pencapaian ini.

Terimakasih kepada Bapak Anton Prasetyo dan Bapak M. Mukhlis Fahruddin selaku pembimbing, atas kesabaran dan bimbingannya, karena tanpa beliau saya tidak akan menghasilkan karya sebaik ini. Terimakasih juga kepada seluruh dosen, laboran, dan staf program studi Kimia yang telah mendukung terselesaikannya skripsi ini.

Terimakasih kepada teman-teman dekat saya Salma, Farikha, Diyah, Lifa, Amal yang senantiasa mendukung, mendengarkan cerita kehidupan saya, dan selalu memberikan semangat.

Kepada teman-teman Kimia 2017 terkhusus kelas A, terimakasih atas pengalaman maupun cerita barunya yang menjadikan kehidupan saya di Kimia menjadi lebih berkesan.

Untuk teman-teman laboratorium Kimia Fisik dan Anorganik yang selalu membantu proses skripsi saya. Meskipun hanya sepenggal mengukir cerita namun telah memberikan warna dan pengalaman baru dalam kehidupan saya.

Terimakasih kepada kakak dan adik tingkat atas bantuan dan dukungannya. Karena mengenal kalian tidak pernah ada kata penyesalan namun menjadikan saya menjadi pribadi yang senantiasa bersyukur bisa mengenal kalian.

# **MOTTO**

"Tetap Hidup Harmoni seperti Seni Musik yang Menyanyikan Cerita Sedih dengan Melodi yang Indah"

#### KATA PENGANTAR

Puji syukur atas kehadirat Allah Swt. yang telah memberikan taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi. Selawat dan salam kepada Nabi Muhammad saw. yang telah memberikan petunjuk agama Islam di muka bumi ini. Penelitian yang telah penulis susun berjudul "Sintesis Fotokatalis BaBi $_4$ Ti $_4$ - $_x$ Fe $_x$ O $_1$ 5 (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) Menggunakan Metode Lelehan Garam".

Penulisan skripsi ini dapat berjalan dengan baik atas dukungan dan partisipasi berbagai pihak. Penulis mengucapkan terimakasih kepada:

- Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang Bapak Prof. Dr. H. M. Zainudin, M.A.
- 2. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Ibu Dr. Sri Harini, M.Si.
- 3. Kepala Program Studi Kimia Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si.
- 4. Dosen pembimbing I Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si. Atas pengarahan, bimbingan, motivasi dan kesabarannya skripsi ini dapat terselesaikan
- 5. Dosen pembimbing II Bapak Dr. M. Mukhlis Fahruddin, M.S.I yang telah membimbing dan memberikan pengarahan sehingga skipsi ini dapat terselesaikan
- 6. Seluruh dosen dan staf Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- 7. Kedua orang tua dan saudara penulis yang sudah memberikan doa, nasehat dan dukungan
- 8. Sahabat dan teman-teman yang saling mendukung dan memberikan motivasi dalam penyusunan skripsi ini.

Penulis telah melakukan penulisan skripsi semaksimal mungkin, namun masih jauh dari kesempurnaan. Mengingat penulis hanya manusia biasa yang banyak keterbatasan yang dimiliki. Sehingga, kritik dan saran yang bersifat membangun sangat penulis harapkan.

Malang, 03 Maret 2022

Penulis

# **DAFTAR ISI**

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	
Error! Bookmark not defined.	
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	
MOTTO	
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	X
DAFTAR TABEL	
DAFTAR PERSAMAAN	
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	$\mathbf{X}\mathbf{V}$
ABSTRACT	xvi
ملخص البحث	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub> (BBT)	7
2.2 BBT Sebagai Material Fotokatalis	
2.3 Penurunan Energi Celah Pita dengan Pendopingan Logam	
2.4 Sintesis Metode Lelehan Garam	12
2.5 Sintesis Senyawa BBT dengan Metode MSS	14
2.6 Pengaruh Morfologi pada Aktivitas Fotokatalis	17
2.7 Manfaat Material BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub> dalam Perspektif Islam	21
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	27
3.2 Alat dan Bahan	27
3.2.1 Alat	27
3.2.2 Bahan	
3.3 Pola dan Rancangan Penelitian	27 28
3.4 Prosedur Kerja	_
3.4.1 Preparasi Bahan	28
3.4.2 Sintesis BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> dengan Metode Lelehan Garam	
3.4.3 Karakterisasi Sampel Produk BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub>	29
3.4.4 Analisis Data	29

# BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> Menggunakan Metode Lelehan Garam	32 33 35
	36
4.6 Pembahasan Hasil Penelitian Sintesis Fotokatalis BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> Menurut	Ĺ
Perspektif Islam	38
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	44
DAFTAR PUSTAKALAMPIRAN	45 49

# DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur senyawa BBT pada struktur ortorombik dan	7
Gambar 2.2	Grafik profil degradasi RhB dengan BBT dan BBT-Ag di	7
C 1 22	bawah radiasi sinar matahar	8
Gambar 2.3	(a) Spektra serapan UV-Vis preparasi $Bi_4Ti_{3-x}Cr_xO_{12}$ ( $x=0-0.5$ ) dan $Bi_4Ti_3O_{12}$ terkalsinasi dan (b) Plot Tauc senyawa	10
Combor 2.4	$Bi_4Ti_{3-x}Cr_xO_{12}$ ( $x=0-0.5$ ) dan $Bi_4Ti_3O_{12}$ terkalsinasi	10 11
Gambar 2.4 Gambar 2.5	Energi celah pita sampel Bi <sub>2</sub> MoO <sub>6</sub> dan FeBi <sub>2</sub> MoO <sub>6</sub>	11
Gailloar 2.3	Spektra UV-Vis DRS pada Bi <sub>2</sub> WO <sub>6</sub> dengan rasio doping Ba/Bi a-e adalah 0; 0,5; 0,10; 0,15; dan 0,20	12
Gambar 2.6	Mekanisme pertumbuhan kristal sintesis menggunakan	12
Gambar 2.0	metode lelehan garam	13
Gambar 2.7	Difraktogram serbuk BBT yang disintesis menggunakan	10
	metode lelehan garam dengan suhu 850 sampai 1050°C	
	selama 2 jam	14
Gambar 2.8	Mikrograf senyawa BBT yang disintesis menggunakan	
	metode lelehan garam pada suhu 950°C	15
Gambar 2.9	(a) Difraktogram sintesis senyawa BBT menggunakan rasio	
	campuran garam= 1 dengan variasi suhu (a) 850, (b) 900,	
	(c) 950, dan (d) 1000°C	16
Gambar 2.10	Mikrograf senyawa BBT pada suhu 950°C menggunakan	
	metode lelehan garam dengan rasio lelehan garam	
	$Na_2SO_4/K_2SO_4=1$	17
Gambar 2.11	Mikrograf senyawa Bi <sub>2</sub> WO <sub>6</sub> yang disintesis dengan suhu	10
C 1 2.12	160°C selama 4 jam	18
Gambar 2.12	Spektrum UV-Vis senyawa Bi <sub>2</sub> WO <sub>6</sub> untuk degradasi zat	10
Gambar 2.13	warna rhodamine B	19
Gainbai 2.13	Mikrograf senyawa Bi $_4$ Ti $_{3-x}$ Cr $_x$ O $_{12}$ ( $x$ = (a) 0,0; (b) 0,15; (c) 0,30; (d) 0,40; (e) 0,50 yang disintesis menggunakan	
	metode sol-gel hidrotermal, (f) sintesis Bi <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> O <sub>12</sub>	
	menggunakan metode solid-state reaction pada suhu 850°C.	20
Gambar 2.14	Grafik aktivitas fotokatalis pada degradasi zat warna metil	20
	orange di bawah iradiasi sinar tampak ( $\lambda$ = 420 nm)	21
Gambar 4.1	Perubahan warna sampel (a) sebelum kalsinasi dan (b)	
	setelah kalsinasi pada suhu 870°C	32
Gambar 4.2	Produk hasil penyaringan sampel BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x=$	
	0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2)	32
Gambar 4.3	(a) Difraktogram senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x = 0.05$ ; 0.1;	
	$0,15; 0,2)$ , dan (b) Pergeseran puncak difraksi pada $2\theta$ : $30^{\circ}$	32
Gambar 4.4	(a) Ilustrasi difraksi sinar $X$ , (b) ) Ilustrasi perubahan $2\theta$	
	kearah yang lebih besar berdasarkan persamaan hukum	
	Bragg, dan (c) ) Ilustrasi perubahan $2\theta$ kearah yang lebih	2.1
C1 4.5	kecil berdasarkan persamaan hukum Bragg	34
Gambar 4.5	Plot hasil <i>refinement</i> senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,05;	25
	0,1; 0,15; 0,2)	35

Gambar 4.6	Hasil SEM-EDS senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,05; 0,1;	
	0,15; 0,2) yang disintesis menggunakan metode lelehan	
	garam	39
Gambar 4.7	Spektra UV-Vis DRS hubungan antara absorbansi dengan	
	panjang gelombang senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> (x= 0,05;	
	0,1; 0,15; 0,2)	41
Gambar 4.8	Spektra UV-Vis DRS hubungan antara reflektansi dengan	
	panjang gelombang senyawa BaBi $_4$ Ti $_{4-x}$ Fe $_x$ O $_{15}$ ( $x=0.05$ ;	
	0,1; 0,15; 0,2)	41
Gambar 4.9	Hubungan antara $F(R)hv^{1/2}$ dengan energi celah pita $(hv)$	
	senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-<math>x</math></sub> Fe <sub><math>x</math></sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,05; 0,1; 0,15; 0,2)	42
Gambar 4.10	Ilustrasi perubahan transisi elektronik senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>15</sub>	
	murni dan terdoping	44
Gambar L.3.1	Difraktogram XRD senyawa BaBi $_4$ Ti $_{4-x}$ Fe $_x$ O $_{15}$ ( $x$ = 0,05)	61
Gambar L.3.2	Difraktogram XRD senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,1)	62
Gambar L.3.3	Difraktogram XRD senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,15)	63
Gambar L.3.4	Difraktogram XRD senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,2)	64
Gambar L.3.5.1	Plot refinement senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,05)	65
Gambar L.3.5.2	Plot refinement senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,1)	66
Gambar L.3.5.3	Plot refinement senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,15)	67
Gambar L.3.5.4	Plot refinement senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,2)	68
Gambar L.4.1.1	Hasil SEM senyawa BaBi $_4$ Ti $_{4-x}$ Fe $_x$ O $_{15}$ ( $x$ = 0,05) pada	
	perbesaran (a) 20.000x dan (b) 15.000x	70
Gambar L.4.1.2	Spektra EDS senyawa BaBi $_4$ Ti $_{4-x}$ Fe $_x$ O $_{15}$ ( $x$ = 0,05)	70
Gambar L.4.2.1	Hasil SEM senyawa BaBi $_4$ Ti $_{4-x}$ Fe $_x$ O $_{15}$ ( $x$ = 0,1) pada	
	perbesaran (a) 20.000x dan (b) 15.000x	71
Gambar L.4.2.2	Spektra EDS senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,1)	71
Gambar L.4.3.1	Hasil SEM senyawa BaBi $_4$ Ti $_{4-x}$ Fe $_x$ O $_{15}$ ( $x$ = 0,15) pada	
	perbesaran (a) 20.000x dan (b) 15.000x	72
Gambar L.4.3.2	Spektra EDS senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,15)	72
Gambar L.4.4.1	Hasil SEM senyawa BaBi $_4$ Ti $_{4-x}$ Fe $_x$ O $_{15}$ ( $x$ = 0,2) pada	
	1	72
	Spektra EDS senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,2)	72
Gambar L.5.1	Spektra DRS hubungan antara $(F(R)hv^{1/2})$ dengan energi	
	celah pita (eV) senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,05)	73
Gambar L.5.2	Spektra DRS hubungan antara $(F(R)hv^{1/2})$ dengan energi	
	celah pita (eV) senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,1)	73
Gambar L.5.3	Spektra DRS hubungan antara $(F(R)hv^{1/2})$ dengan energi	
	celah pita (eV) senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,15)	74
Gambar L.5.4	Spektra DRS hubungan antara $(F(R)hv^{1/2})$ dengan energi	
	celah pita (eV) senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0, 2)	74

# **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1	Energi celah pita sampel dengan perbandingan konsentrasi	10
Tabel 2.2	Rata-rata panjang dan ketebalan sisi senyawa Bi <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> O <sub>12</sub>	21
Tabel 3.1	Massa prekursor dan garam yang digunakan	28
Tabel 4.1	Data kristalografi senyawa BaBi $_4$ Ti $_{4-x}$ Fe $_x$ O $_{15}$ ( $x$ = 0,05; 0,1;	
	0,15; dan 0,2)	37
Tabel 4.2	Persentase unsur-unsur penyusun senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub>	
	(x=0.05; 0.1; 0.15; dan 0.2)	38
Tabel 4.3	Nilai energi celah pita senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,05;	
	0,1; 0,15; dan 0,2)	42
Tabel L.3.1	Daftar puncak senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-<math>x</math></sub> Fe <sub><math>x</math></sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,05)	61
Tabel L.3.2	Daftar puncak senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-<math>x</math></sub> Fe <sub><math>x</math></sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,1)	62
Tabel L.3.3	Daftar puncak senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-<math>xFexO15 (<math>x</math>= 0,15)</math></sub>	63
Tabel L.3.4	Daftar puncak senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-<math>x</math></sub> Fe <sub><math>x</math></sub> O <sub>15</sub> ( $x$ = 0,2)	64
Tabel L.4.1.2	Persentase komposisi penyusun senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub>	
	(x=0.05)	69
Tabel L.4.2.2	Persentase komposisi penyusun senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub>	
	(x=0,1)	70
Tabel L.4.3.2	Persentase komposisi penyusun senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub>	
	(x=0,15)	71
Tabel L.4.4.2	Persentase komposisi penyusun senyawa BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>4-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>15</sub>	
	(x=0,2)	72

# DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Tauc	9
Persamaan 3.1 Kubelka-Munk	30

# DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir	49
Lampiran 2 Perhitungan	51
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi menggunakan XRD	
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi SEM-EDSE	
Lampiran 5 Hasil Karakterisasi UV-Vis DRS	

### **ABSTRAK**

Nurcahyaningtyas, D. 2022. **Sintesis Fotokatalis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub>** (*x*= **0,05**; **0,1**; **0,15**; **dan 0,2**) **Menggunakan Metode Lelehan Garam.** Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Pembimbing II: Dr. M. Mukhlis Fahruddin, M.S.I

Kata kunci: Barium bismut titanat (BBT), Fotokatalis, Metode Lelehan Garam

Limbah zat warna adalah salah satu penyebab pencemaran lingkungan, dan salah satu metode yang berpeluang digunakan adalah metode fotokatalis. Barium bismut titanat salah satu jenis senyawa Aurivillius lapis empat yang berpotensi sebagai material fotokatalis, namun mempunyai energi celah pita yang tinggi. Salah satu usaha untuk menurunkan energi celah pita dengan menambahkan dopan berupa Fe terhadap BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui struktur, morfologi, komposisi penyusun senyawa, dan energi celah pita pada material BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) yang disintesis menggunakan metode lelehan garam. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui fasa terbentuk. instrumen scanning electron microscopy-energy spectroscopy (SEM-EDS) untuk morfologi partikel dan komposisi penyusun senyawa dan instrumen ultraviolet-visible diffuse reflectance spectroscopy (UV-Vis DRS) untuk mengetahui energi celah pita yang dihasilkan. Difraktogram senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0.05; 0.1; 0.15; dan 0.2) menunjukkan sampel berhasil dianalisis dengan grup ruang A2<sub>1</sub>am dan tidak terbentuk pengotor. Gambar SEM menunjukkan morfologi yang berbentuk plate-like dan terjadi aglomerasi karena pengaruh dopan Fe. Spektra EDS menunjukkan komposisi penyusun senyawa antara lain Ba, Bi, Ti, Fe, dan O. Spektra UV-Vis DRS menunjukkan pola serapan pada daerah sinar tampak dan terjadi penurunan energi celah pita karena efek penambahan dopan Fe.

#### **ABSTRACT**

Nurcahyaningtyas, D. 2022. **Synthesis Photocatalyst of BaBi**<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (*x*= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) Using Molten Salt Method. Thesis. Departement of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim of Malang. Advisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Advisor II: Dr. Mukhlis Fahruddin, M.S.I

keyword: Barium bismuth titanate (BBT), Molten Salt Method, Photocatalyst.

Dye waste is one of cause environmental pollution, and one of the methods to deal is photocatalyst. Barium bismuth titanate is a type of four layer Aurivillius compound that to be used potocatalyst material, but has a high band gap energy. One of strategy to reduce band gap energy of BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> is doped using Fe. This research aim to know structure, morphology, constituent elements compounds, and band gap energy of  $BaBi_4Ti_{4x}Fe_xO_{15}$  (x=0.05; 0.1; 0.15; and 0.2) synthesized using molten salt method. The synthesis result analized using X-ray diffraction (XRD) to determine phase formed, scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) to determine morphology particle and constituent elements compound, ultraviolet-visible diffuse reflentance spectroscopy (UV-Vis DRS) to determine band gap energy sample. The diffractogram shows that BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; and 0,2) successfully synthesized with space group  $A2_1am$  and no impurities formed. The SEM image shows the particle has plate like and agglomeration has found because Fe dopan effect. The EDS spectra shows constituent elements compounds are Ba, Bi, Ti, Fe, and O. The UV-Vis DRS spectra absorption pattern in visible light region and decrease in the band gap energy because Fe dopan effect.

## ملخص البحث

تورجاهيانينج تياس . ٢٠٢٢. توليف المحفز الضوئى . ٢٠٢٢. توليف المحفز الضوئى . ٢٠٢٢. توليف المحفز الضوئى . ٢٠٢٢. تياس . ٢٠٢٥. والمتخدام طريقة تذويب الملح. قسم الكيمياء , كلية العلوم والتكنولوجيا , جامعة الدولة الإسلامية مولانا مالك إبراهيم مالانج المشرف الأول: د.انطون فراستيا, المشرف الثانى: د. محمد مخلص فخر الدين

# الكلمات الرئيسية: تيتانات الباريوم البسموت، الحفاز الضوئي، تذويب الملح

نفایات الصبغ هي أحد أسباب تلوث البیئة، وإحدی الطرق التي لدیها فرصة لاستخدامها هي طریقة الحفاز الضوئي. تیتانات الباریوم البسموت هي نوع من المرکب یتکون أربع طبقات من Aurivillius التي تعمل کمادة الحفاز الضوئي. ولکن لدیه طاقة فجوة عالیة. تتمثل إحدی الجهود المبذولة لتقلیل طاقة فجوة النطاق في إضافة المنشطات مثل Fe علی BaBi4Ti4 $_{\rm A}$ Fe $_{\rm A}$ 015. هذه المرکب المبذولة لتقلیل طاقة فجوة النطاق في إضافة المنشطات مثل Fe علی BaBi4Ti4 $_{\rm A}$ Fe $_{\rm A}$ 015. ( $_{\rm A}$ 005; 0,1; 0,15; 0,2) هذه الدراسة إلى تحدید الرحمة المبخدام أداة حبود الأشعة السینیة (XRD) لتحدید المرحمة المتکونة، أداة مییز نتائج التولیف باستخدام أداة حبود الأشعة السینیة (XRD) لتحدید المرحمة المتکونة، أداة محجم وتشکل الجسیمات و أداة (UV-Vis DRS) لتحدید طاقة فجوة النطاق الناتجة. فاکتوکرام أداة ; 0,05; ( $_{\rm A}$ 005; 0,1; 0,15; 0,2) ها المنشطات. الأطیاف SEM یشیر مورفولوجیا علی شکل  $_{\rm Ba}$ 016. واکنفاض في طاقة فجوة النطاق لأن تأثیم Fe المنشطات. الأطیاف EDS یشیر تشمل العناصر التي یتکون منها المرکب ما یلي: واکنفاض في طاقة فجوة النطاق لأن تأثیم Fe المنشطات. الأطیاف EDS المنشطات.

#### **BAB I**

#### **PENDAHULUAN**

## 1.1 Latar Belakang

Senyawa Aurivillius mempunyai rumus umum  $(Bi_2O_2)^{2+}$   $(A_{n-1}B_nO_{3n+1})^{2-}$  yang tersusun atas lapis  $(Bi_2O_2)^{2+}$  dan lapis *pseudo-perovskit*  $(A_{n-1}B_nO_{3n+1})^{2-}$ , dengan n adalah jumlah lapisan perovskit (Qi, dkk., 2019). Kation-A berupa kation berukuran besar bisa monovalen, divalen dan trivalen  $(K^+, Na^+, Ba^{2+}, Ca^{2+}, Sr^{2+}, Pb^{2+}, atau Bi^{3+})$ , sedangkan kation-B merupakan kation tetravalen, pentavalen, heksavalen atau logam transisi  $(Ti^{4+}, Nb^{5+}, Ta^{5+}, atau W^{6+})$  (Bencan, dkk., 2004). Senyawa Aurivillius dilaporkan mempunyai beberapa sifat menarik yaitu feroelektrik, piezoelektrik, *luminescence* dan fotokatalitik (Gu, dkk., 2011). Beberapa pihak juga melaporkan peluang senyawa Aurivillius digunakan dalam teknologi fotokatalis di antaranya adalah  $Bi_{5-x}La_xTi_3FeO_{15}$  (x=1, 2),  $Bi_{6-x}La_xTi_3FeO_{18}$ ,  $Bi_2WO_{6}$ ,  $Bi_5Ti_3FeO_{15}$ ,  $Bi_4Ti_4O_{12}$ ,  $Bi_3TiNbO_{9}$ ,  $SrBi_2Ta_2O_{9}$ ,  $Bi_6Ti_3WO_{18}$ ,  $BaBi_4Ti_4O_{15}$ , dan  $Bi_4Ti_3O_{12}$  (Liu, dkk., 2017; Qi, dkk., 2019).

Kerusakan lingkungan karena limbah zat warna merupakan salah satu dampak industri tekstil namun limbah zat warna tersebut dapat ditangani untuk menjaga kelestarian lingkungan, sesuai dengan firman Allah Swt. dalam surat al-A'raf ayat 56:

وَلَا تُفْسِدُوْافِي الْأَرْضِ بَعْدَاصْلَاحِهَا وَادْعُوْهُ خَوْفًا وَّ طَمَعًا قَلَى إِنَّ رَحْمَتَ اللهِ قَرِيْبٌ مِّنَ المُحْسِنِيْنَ

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.

Kata wala tufsidu fil ardhi (وَ لَاتَفْسِدُوْافِي الْأَرْضِ) merupakan bentuk Allah melarang berbuat kerusakan di bumi dalam segala bidang seperti merusak pergaulan, merusak sumber-sumber kehidupan, dan merusak lingkungan. Sedangkan lafad muhsinin (الْمُحْسِنِيْنُ) berarti Allah memberikan rahmat kepada orang yang berbuat kebaikan. Manusia diberi tanggung jawab untuk melakukan perbaikan lingkungan yang rusak salah satunya mengolah limbah zat warna sebelum dibuang ke perairan agar tidak mencemari lingkungan (Mustakim, 2017). Salah satu usaha untuk mendegradasi limbah zat warna menggunakan material fotokatalis BaBi4Ti4O15.

Senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (BBT) merupakan salah satu jenis senyawa Aurivillius lapis empat yang dilaporkan mempunyai sifat menarik yaitu feroelektrik, fotokatalis, dan piezoelektrik (Diao, dkk., 2013; Fang, dkk., 2015; Qi, dkk., 2019). Sifat fotokatalis dari BBT telah dilaporkan beberapa pihak di antaranya Qi, dkk. (2019), yang melaporkan mempunyai energi celah pita sebesar 3,2 eV. Uji aktivitas fotokatalis ditunjukkan dalam kemampuan mendegradasi zat warna berupa rhodamine B (RhB) sebanyak 15% dengan waktu iradiasi di bawah sinar ultraviolet-visible (UV-Vis) 3,5 jam.

Energi celah pita BBT yang setara dengan panjang gelombang 387,5 nm, sehingga akan bekerja di daerah sinar pada daerah panjang gelombang ultraviolet (Qi, dkk., 2019). Oleh karena itu perlu dilakukan studi lebih lanjut untuk menurunkan energi celah pita, sehingga dapat bekerja secara efektif pada daerah sinar tampak. Strategi yang dapat dilakukan untuk menurunkan energi celah pita dengan cara penambahan unsur lain sebagai dopan. Beberapa unsur yang dilaporkan sebagai dopan pada material fotokatalis Aurivillius adalah Bi, Ti, Fe,

dan V (Liu, dkk., 2017; Qi, dkk., 2019). Liu, dkk. (2016) melaporkan Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> yang didoping menggunakan ion Fe<sup>3+</sup> mempunyai kemampuan menyerap sinar di daerah sinar tampak pada panjang gelombang 450-600 nm dan energi celah pitanya menjadi lebih rendah. Energi celah pita yang dihasilkan pada variasi sampel bismut titanium oksida (BTO) murni, 2%Fe/BTO, 4%Fe/BTO, dan 6%Fe/BTO adalah 2,92; 2,43; 2,36; dan 2,28 eV. Hal ini menunjukkan bahwa penggunaan dopan dalam suatu material sintesis dapat menurunkan energi celah pita yang dihasilkan. Liu, dkk. (2017) juga melaporkan Bi<sub>5</sub>Ti<sub>3</sub>FeO<sub>15</sub> yang didoping menggunakan ion Fe<sup>3+</sup> dengan konsentrasi mol dopan yang digunakan yaitu 0; 0,2; 0,4; dan 0,6 menunjukkan munculnya serapan pada daerah sinar tampak dan terjadi penurunan energi celah pita. Energi celah pita yang dihasilkan berdasarkan perbedaan konsentrasi yang digunakan secara berturut-turut adalah 2,07; 1,95; 1,89; dan 1,82 eV. Hal ini menunjukkan bahwa Fe berpotensi digunakan sebagai doping pada material fotokatalis yang dapat menurunkan energi celah pita.

Proses katalisis terjadi pada permukaan material padatan sehingga ukuran dan morfologi partikel mempengaruhi aktivitas fototakalisnya. Menurut Zhang, dkk. (2017) melaporkan bahwa morfologi partikel yang seragam dapat membantu proses perpindahan elektron sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalis. Selain itu distribusi ukuran dan bentuk partikel yang seragam dapat mendorong terjadinya delokalisasi elektron dan lubang fotodegradasi sehingga menyebabkan penekanan laju rekombinasi  $e^{-}/h^{+}$  dan meningkatkan aktivitas fotokatalis.

Metode sintesis yang telah dikenal dapat menghasilkan morfologi yang khas adalah metode lelehan garam. Hal ini terjadi karena metode lelehan garam mempunyai beberapa kelebihan dibandingkan dengan metode lainnya. Kelebihan menggunakan metode lelehan untuk sintesis adalah (a) menggunakan suhu yang lebih rendah apabila dibandingkan dengan metode *solid state reaction*, (b) mempunyai homogenitas yang tinggi, (c) mempunyai tingkat kemurnian produk yang tinggi, (d) dapat mengontrol ukuran partikel, (e) garam mempunyai sifat yang stabil, mudah diaplikasikan dan mudah dihilangkan ketika ditambahkan dengan air, (f) ramah lingkungan (Gupta, dan Mao., 2020; Ke, dkk., 2007; Kimura, 2011; Porob dan Maggard., 2006). Selain itu penggunaan lelehan garam dapat mempercepat difusi ion konstituen dan mengontrol pertumbuhan logam oksida (Wang, dkk., 2013).

Sintesis BBT dengan menggunakan lelehan garam telah dilaporkan beberapa pihak yaitu Gu, dkk. (2011), mensistesis BBT menggunakan garam K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Sintesis yang dilakukan menggunakan suhu 850-950°C dan menghasilkan struktur berfasa tetragonal dengan ruang grup *I4/mmm*. Hasil karakterisasi menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM) menunjukkan hasil morfologi partikel yang berbentuk serpihan dan membentuk sedikit agregat. Sedangkan ukuran partikel yang dihasilkan rata-rata adalah 2,93 μm dan sedikit partikel yang berupa agregat berukuran 7 μm. Sedangkan penelitian yang dilakukan Huang, dkk. (2007) mensintesis BBT menggunakan campuran garam KCl/NaCl dengan suhu 850-1050°C menghasilkan struktur berfasa tetragonal. Hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan hasil morfologi rata-rata berupa butiran berbentuk *plate-like*.

Berdasarkan uraian di atas maka penelitian ini akan dilakukan sintesis material BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) menggunakan metode

lelehan garam. Metode ini dipilih karena berpeluang dapat menghasilan morfologi partikel yang khas sehingga bisa meningkatan ativitas fotokatalitiknya. Sampel yang diperoleh akan dikarakterisasi dengan (a) Teknik difraksi sinar-X (XRD) yang bertujuan untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk (b) scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi dan komposisi penyusun senyawa (c) ultraviolet-visible diffuse reflectance spectroscopy (UV-Vis DRS) untuk mengetahui energi celah pita yang dihasilkan.

#### 1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana struktur, morfologi, komposisi penyusun senyawa, dan energi celah pita pada senyawa BaBi $_4$ Ti $_{4-x}$ Fe $_x$ O $_{15}$  (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) menggunakan metode lelehan garam?

## 1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui struktur, morfologi, komposisi penyusun senyawa, dan energi celah pita pada senyawa BaBi $_4$ Ti $_4$  $_x$ Fe $_x$ O $_{15}$  (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) yang disintesis menggunakan metode lelehan garam.

## 1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah suhu sintering yang digunakan adalah 850 dan 870°C.

## 1.5 Manfaat

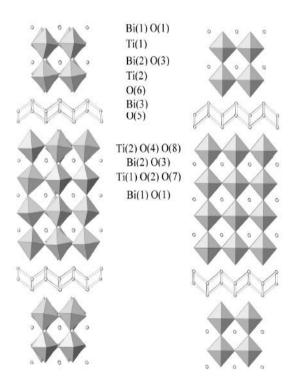
Manfaat dari penelitian ini adalah untuk megetahui kelebihan material BaBi $_4$ Ti $_{4-x}$ Fe $_x$ O $_{15}$  dan memberikan informasi tentang struktur, morfologi, komposisi penyusun senyawa, dan energi celah pita pada senyawa BaBi $_4$ Ti $_4$ - $_x$ Fe $_x$ O $_{15}$  (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2).

#### **BAB II**

### TINJAUAN PUSTAKA

## 2.1 Senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (BBT)

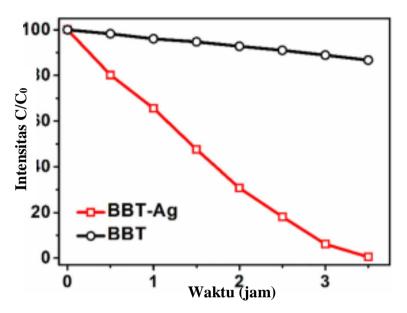
Senyawa BBT adalah anggota seyawa Aurivillius lapis empat yang tersusun atas lapis  $(Bi_2O_2)^{2+}$  dan lapis  $(BaBi_2Ti_4O_{13})^{2-}$  (Xie, dkk., 2003). Senyawa ini dilaporkan mempunyai struktur kristal berbentuk ortorombik dan grup ruang  $A2_1am$  dengan parameter kisi a=5,4731 Å, b=5,4676 Å, c=41,9381 Å (Chakrabarti, dkk., 2009). Struktur lain juga dilaporkan oleh Kennedy, dkk. (2003) dengan bentuk tetragonal dan grup ruang  $I_4/mmm$  dengan parameter kisi a=3,89360 Å, c=42,2914 Å. Struktur senyawa BBT pada struktur ortorombik dan tetragonal ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur senyawa BBT pada struktur ortorombik dan tetragonal (Kennedy, dkk., 2003).

Senyawa BBT dilaporkan mempunyai beberapa sifat menarik antara lain adalah sifat feroelektrik, piezoelektrik dan fotokatalis (Diao, dkk., 2013; Fang, dkk., 2015; Qi, dkk., 2019). Sebagai material fotokatalis maka senyawa BBT dapat digunakan untuk mendegradasi zat warna rhodamine B (Qi, dkk., 2019).

## 2.2 BBT Sebagai Material Fotokatalis



Gambar 2.2 Grafik profil degradasi RhB dengan BBT dan BBT-Ag di bawah radiasi sinar matahari (Qi, dkk., 2019).

Senyawa BBT dilaporkan sebagai material fotokatalis yang dapat diaplikasikan untuk mendegradasi limbah zat warna. Beberapa sifat senyawa BBT yang melatarbelakangi dapat digunakan sebagai fotokatalis yaitu berwujud padatan oksida, mempunyai ukuran nanopartikel, bersifat semikonduktor, bersifat feroelektrik dengan medan listrik yang besar, mempunyai sifat kation multivalen (Qi, dkk., 2019; Liu, dkk., 2017). Energi celah pita senyawa BBT dilaporkan sebesar 3,2 eV sehingga akan bekerja pada daerah sinar tampak. Spektrum DRS dan perhitungan energi celah pita menggunakan persamaan Tauc ditampilkan

pada Persamaan 2.1. Pengujian aktivitas fotokatalis dalam mendegradasi zat warna rhodamine B diperoleh hasil bahwa senyawa BBT mampu mendegradasi zat warna rhodamine B sebanyak 15% di bawah iradiasi sinar UV-Vis selama 3,5 jam dengan grafik degradasi ditampilkan pada Gambar 2.2 (Qi, dkk., 2019).

$$(ahv)^n = A(hv - E_g)$$
 .....(2.1)

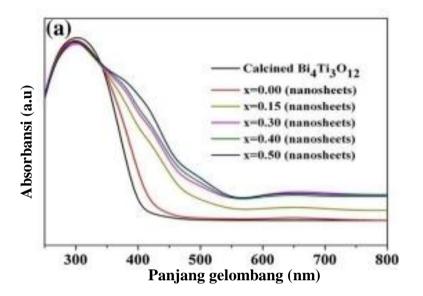
## 2.3 Penurunan Energi Celah Pita dengan Pendopingan Logam

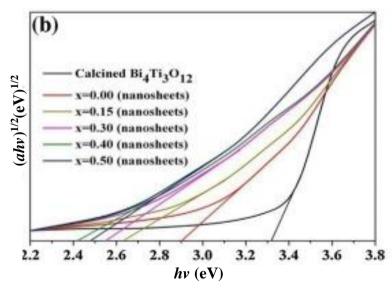
Salah satu strategi untuk menurunkan energi celah pita dan menggeser fungsi kerja ke daerah sinar tampak adalah melakukan pendopingan menggunakan logam seperti Au, Ag, Pt, Fe, La, Cr, Zn, Nd (Liu, dkk., 2016., Qi, dkk., 2019). Selain itu penggonaan dopan tertentu dapat mempengaruhi struktur, ukuran partikel, morfologi dan meningkatkan penyerapan pada daerah sinar tampak yang lebih maksimal dibandingkan dengan senyawa yang tidak dilakukan pendopingan sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalis (Chen, dkk., 2016; Li, dkk., 2015).

Chen, dkk. (2016) melakukan sintesis Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> didoping Cr dengan variasi konsentrasi 0-0,5 menggunakan metode sol-gel hidrotermal. Pola spektra serapan UV-Vis ditampilkan pada Gambar 2.3. Gambar 2.3a menunjukkan bahwa senyawa Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> terdoping Cr lebih kuat menyerap pada daerah panjang gelombang 350-500 nm apabila dibandingkan dengan senyawa Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> terkalsinasi. Perbedaan penyerapan disebabkan karena perbedaan pertumbuhan kristal. Gambar 2.3b menunjukkan bahwa senyawa Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> terdoping Cr 3*d* terjadi pergeseran merah dari sebesar 120 nm, sehingga peningkatan konsentrasi Cr dapat berpengaruh terhadap pergeseran merah. Peningkatan konsentrasi dopan Cr dapat menurunkan energi celah pita produk yang dirangkum pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Energi celah pita sampel dengan perbedaan konsentrasi

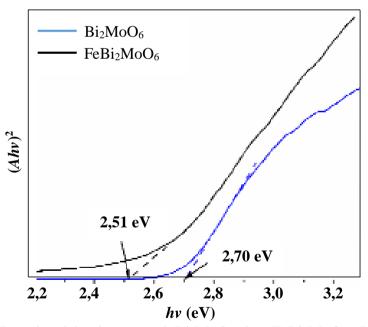
Sampel	Energi celah pita (eV)
Bi <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> O <sub>12</sub> terkalsinasi	3,31
Bi <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> O <sub>12</sub> terbentuk secara hidrotermal	2,90
$Bi_4Ti_{2,85}Cr_{0,15}O_{12}$	2,63
$Bi_4Ti_{2,7}Cr_{0,3}O_{12}$	2,55
$Bi_4Ti_{2,6}Cr_{0,4}O_{12}$	2,42
$Bi_4Ti_{2,5}Cr_{0,5}O_{12}$	2,48





Gambar 2.3 (a) Spektra serapan UV-Vis preparasi  $Bi_4Ti_{3-x}Cr_xO_{12}$  (x=0-0.5) dan  $Bi_4Ti_3O_{12}$  terkalsinasi. (b) Plot Tauc senyawa  $Bi_4Ti_{3-x}Cr_xO_{12}$  (x=0-0.5) dan  $Bi_4Ti_3O_{12}$  terkalsinasi (Chen, dkk., 2016).

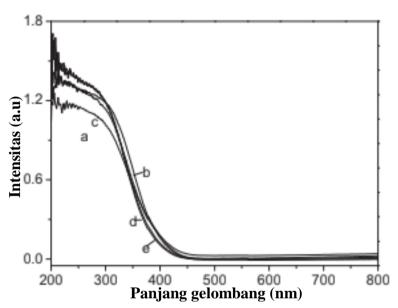
Penggunaan doping ion untuk meningkatkan pemisahan laju pasangan lubang elektron merupakan suatu cara untuk menurunkan energi celah pita yang berakibat pada aktivitas fotokatalis. Yang, dkk. (2020) melakukan sintesis Bi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> menggunakan metode hidrotermal dengan doping Fe (III). Senyawa Bi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> murni terjadi serapan kuat pada daerah panjang gelombang 350 nm dan serapan tepi pada daerah panjang gelombang 476 nm. Ketika terjadi pendopingan Fe<sup>3+</sup> pada sampel FeBi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> terjadi pergeseran daerah serapan pada panjang gelombang 536 nm. Grafik energi celah pita ditampilkan pada Gambar 2.4 dan diperoleh hasil bahwa terjadi penurunan energi celah pita pada senyawa Bi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> setelah dilakukan pendopingan menggunakan Fe<sup>3+</sup>. Secara berurutan nilai energi celah pita sampel Bi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> dan FeBi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> adalah 2,70 dan 2,51 eV.



Gambar 2.4 Energi celah pita sampel Bi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> dan FeBi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> (Yang, dkk., 2015).

Li, dkk. (2015) melakukan sintesis Bi<sub>2</sub>WO<sub>6</sub> terdoping Ba menggunakan metode hidrotermal dengan perbedaan rasio molar Ba/Bi adalah 0; 0,05; 0,10;

0,15; dan 0,20. Hasil pengukuran menggunakan UV-Vis DRS ditampilkan pada Gambar 2.5 dan diperoleh hasil serapan yang serupa pada daerah UV menuju sinar tampak yang lebih rendah dari panjang gelombang 450 nm. Serapan yang terjadi hanya terjadi sedikit pergeseran panjang gelombang dan penurunan kurva yang tajam. Hal ini terjadi disebakan karena penyerapan sinar tampak disebabkan oleh transisi tingkat energi celah pita bukan disebabkan oleh transisi tingkat energi pengotor.

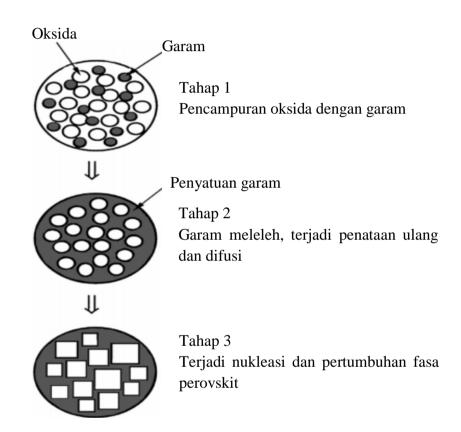


Gambar 2.5 Spektra UV-Vis DRS pada Bi<sub>2</sub>WO<sub>6</sub> dengan rasio doping Ba/Bi a-e adalah 0; 0,5; 0,10; 0,15; dan 0,20 (Li, dkk., 2015).

## 2.4 Sintesis Metode Lelehan Garam

Metode lelehan garam adalah salah satu metode sintesis yang sederhana dengan waktu yang relatif singkat namun menghasilkan kemurnian kristal yang tinggi dan morfologi yang dihasilkan dapat dikontrol dengan pemilihan garam yang digunakan. Beberapa syarat pemilihan garam yang digunakan antara lain: a) titik leleh garam yang digunakan harus rendah dan sesuai untuk fasa sintesis yang digunakan, b) campuran garam yang digunakan dapat menurunkan titik eutektik,

c) garam harus cukup larut dalam air untuk memudahkan penghilangan garam ketika pencucian setelah sintesis (Yoon, dkk., 1998). Bahan dasar yang umum digunakan adalah oksida, oksalat, nitrat atau karbonat yang dicampur dengan garam kemudian dipanaskan dengan suhu yang lebih tinggi dari titik leleh garam yang digunakan (Kimura, 2011).



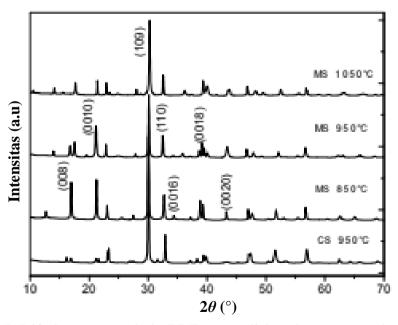
Gambar 2.6 Mekanisme pertumbuhan kristal sintesis menggunakan metode lelehan garam (Gupta, dan Mao., 2020).

Terdapat 3 tahapan pada sintesis menggunakan metode lelehan garam yang ditampilkan pada Gambar 2.6. Tahap pertama adalah percampuran prekursor dengan garam yang digunakan. Tahap kedua adalah pemanasan prekursor dengan garam pada suhu di atas titik leleh garam yang digunakan untuk membentuk fluk cair. Tahapan ini terjadi proses fisik dalam garam cair antara lain: terjadi dispersi molekul prekursor yang seragam, dissosiasi, penataan ulang dan difusi. Tahap

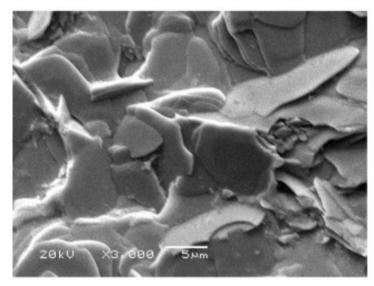
ketiga adalah nukleasi dan terjadi pertumbuhan partikel produk yang dimulai dengan pengendapan larutan. Partikel berukuran sangat kecil larut dalam garam sebagai akibat adanya pertumbuhan garam yang berukuan besar, kemudian dikeringkan secara perlahan dan dicuci menggunakan pelarut yang tepat untuk menghilangkan sisa garam (Gupta dan Mao., 2020).

## 2.5 Sintesis Senyawa BBT dengan Metode MSS

Salah satu metode yang digunakan untuk mensintesis senyawa BBT adalah metode lelehan garam. Hal ini digunakan karena metode lelehan garam merupakan metode yang sederhana untuk menghasilkan kristal berfasa tunggal dengan kemurnian tinggi dalam waktu sintesis yang relatif singkat. Hal ini terjadi karena penggunaan lelehan garam dapat mempercepat tingkat difusi bahan dasar yang digunakan (Yoon, dkk., 1998).



Gambar 2.7 Difraktogram serbuk BBT yang disintesis menggunakan metode lelehan garam dengan suhu 850 sampai 1050°C selama 2 jam (Huang, dkk., 2007).



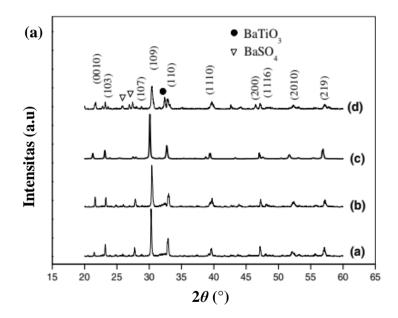
Gambar 2.8 Mikrograf senyawa BBT yang disintesis menggunakan metode lelehan garam pada suhu 950°C (Huang, dkk., 2007).

Huang, dkk. (2007) melaporkan hasil sintesis senyawa BBT menggunakan metode lelehan garam berdasarkan perbedaan suhu yang digunakan. Sintesis dilakukan menggunakan campuran garam NaCl/KCl dengan variasi suhu 850-1050°C. Difraktogram ditampilkan pada Gambar 2.7 dan diketahui bahwa seiring bertambahnya suhu sintesis menyebabkan difraktogram memuncak tajam. Hasil karakterisasi menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.8 dan diketahui bahwa sintesis menggunakan metode lelehan garam pada suhu 950°C terbentuk produk yang dominan berbentuk *plate-like*.

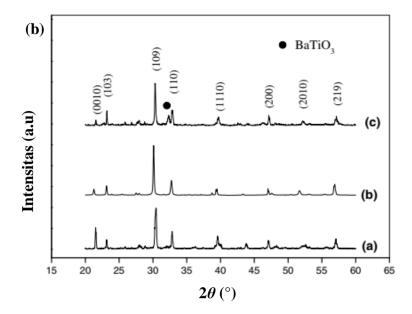
Gu, dkk. (2011) telah melakukan sintesis senyawa BBT menggunakan metode lelehan garam dengan variasi suhu 850-1000°C. Sintesis dilakukan menggunakan campuran garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan didapatkan difraktogram yang ditampilkan pada Gambar 2.9. Gambar 2.9 (a) dengan rasio penggunaan campuran garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>= 1,0 diketahui pada 850°C terbentuk senyawa BBT berstruktur tetragonal namun pada suhu 1000°C terbentuk pengotor berupa BaTiO<sub>3</sub> dan BaSO<sub>4</sub>. Gambar 2.9 (b) perbedaan rasio campuran garam

Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> adalah 0,8; 1,0; dan 1,2 dan diketahui bahwa penggunaan rasio 0,8 belum terbentuk senyawa BBT karena campuran garam yang digunakan belum mencukupi untuk transfer massa yang digunakan, penggunaan rasio 1,0 terbentuk senyawa BBT. Namun, penggunaan rasio 1,2 terbentuk pengotor berupa BaTiO<sub>3</sub>.

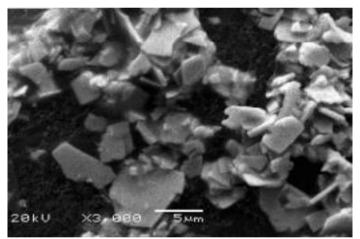
Hasil karakterisasi menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.10 dan diperoleh partikel berbentuk serpihan dan sedikit terbentuk aglomerasi. Hal ini dipengaruhi oleh variasi kondisi sintesis dan pertumbuhan butir BBT yang dominan terjadi reaksi antar muka. Sedangkan ukuran partikel hasil sintesis meningkat dari 2,41 menjadi 2,93 μm seiring dengan meningkatkan rasio campuran garam. Namun, terjadi penurunan ukuran partikel menjadi 2,65 μm pada rasio campuran garam 1,2.



Gambar 2.9 (a) Difraktogram sintesis senyawa BBT menggunakan rasio campuran garam= 1 dengan variasi suhu (a) 850, (b) 900, (c) 950, dan (d) 1000°C.



(b) Difraktogram dengan variasi rasio campuran garam (a) 0,8; (b) 1,0; dan (c) 1,2 (Gu, dkk., 2011).



Gambar 2.10 Mikrograf senyawa BBT pada suhu 950°C menggunakan metode lelehan garam dengan rasio lelehan garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>= 1 (Gu, dkk., 2011).

## 2.6 Pengaruh Morfologi pada Aktivitas Fotokatalis

Salah satu faktor yang berpengaruh terhadap aktivitas fotokatalis adalah morfologi partikel hasil sintesis. Menurut Zhang, dkk. (2017) morfologi hasil sintesis yang seragam dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis karena membantu proses perpindahan elektron. Selain itu dapat membantu menghambat laju

rekombinasi *electron-hole*. Pada permukaan partikel tersebut terjadi mekanisme reaksi yang dimulai dengan adanya penyerapan energi foton (*hv*) pada permukaan material semikonduktor yang sama besar atau melebihi energi celah pita. Energi tersebut digunakan elektron untuk berpindah dari pita valensi (VB) ke pita konduksi (CB) yang menyebabkan reaksi redoks yang dapat digunakan untuk mendegradasi polutan zat warna. Reaksi tersebut dijelaskan pada persamaan reaksi sebagai berikut (Gaya dan Abdullah, 2008):

Fotoeksitasi: SC + hv  $\longrightarrow$   $e^- + h^+$ 

*Ionosorption* oksigen:  $O_2 + e^ O_2^{\bullet}$ 

Ionisasi pada air:  $H_2O$  ———  $OH^- + H^+$ 

Protonasi pada superoksida: O2 + H+ HOO

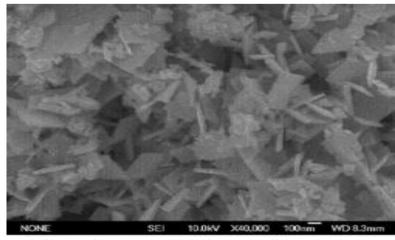
 $HOO^{\bullet} + e^{-}$   $\longrightarrow$   $HO_2^{-}$ 

 $HOO^- + H^+ \longrightarrow H_2O_2$ 

 $H_2O_2 + e^ OH^- + OH^-$ 

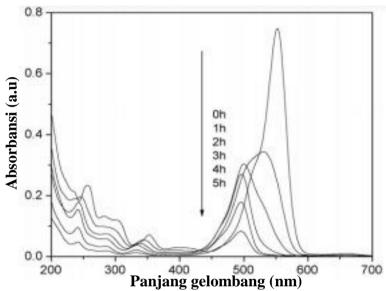
 $H_2O + h^+ \longrightarrow H^+ + OH^{\bullet}$ 

Zat warna +  $OH^{\bullet}$   $\longrightarrow$   $CO_2 + H_2O$ 



Gambar 2.11 Mikrograf senyawa Bi<sub>2</sub>WO<sub>6</sub> yang disintesis dengan suhu 160°C selama 4 jam (Wu, dkk., 2008).

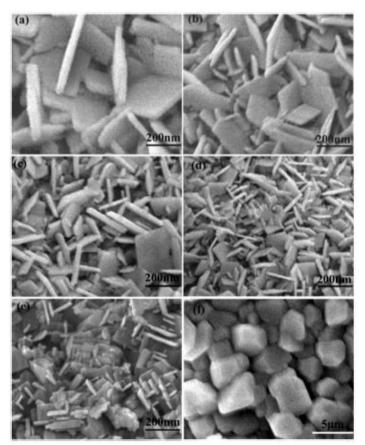
Wu, dkk. (2008) melakukan sintesis Bi<sub>2</sub>WO<sub>6</sub> menggunakan metode solvotermal untuk mengetahui aktivitas fotokatalis. Hasil karakterisasi menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 2.11 dan diperoleh hasil bahwa sampel yang disintesis menggunakan suhu 160°C selama 4 jam diperoleh morfologi yang seragam berbentuk *nanosheet* dan sebagian nanokristalit. Sedangkan ukuran kristal yang dihasilkan sebesar 30 nm.



Gambar 2.12 Spektrum UV-Vis senyawa Bi<sub>2</sub>WO<sub>6</sub> untuk degradasi zat warna rhodamine B (Wu, dkk., 2008).

Hasil karakterisasi menggunakan spektroskopi UV-Vis ditampilkan pada Gambar 2.12 dan diperoleh hasil yang menunjukkan bahwa senyawa Bi<sub>2</sub>WO<sub>6</sub> mampu mendegradasi zat warna rhodamine B yang ditunjukkan dengan penurunan konsentrasi zat warna rhodamine B di bawah iradiasi sinar tampak dengan panjang gelombang 420 nm. Hal ini terjadi karena adanya proses de-etilasi rhodamine B yang lambat bersamaan dengan kerusakan struktur terkonjugasi secara cepat. Ketika proses de-etilasi selesai terjadi penguraian zat warna rhodamine B.

Chen, dkk. (2016) melaporkan hasil sintesis Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> terdoping Cr dan diperoleh hasil karakterisasi SEM yang ditampilkan pada Gambar 2.13 diketahui bahwa sebagian besar produk berbentuk *nanosheet* dengan ukuran yang seragam. Rata-rata produk yang dihasilkan mempunyai panjang dan ketebalan sisi yang dirangkum pada Tabel 2.2. Penurunan ukuran partikel produk disebabkan oleh peningkatan kekosongan oksigen yang disebabkan adanya doping Cr.



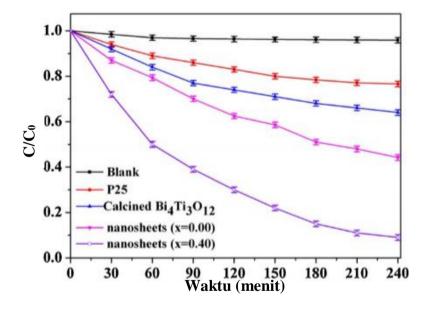
Gambar 2.13 Mikrograf senyawa Bi4Ti<sub>3-x</sub>Cr<sub>x</sub>O<sub>12</sub> (*x*= (a) 0,0; (b) 0,15; (c) 0,30; (d) 0,40; (e) 0,50 yang disintesis menggunakan metode *sol-gel* hidrotermal (f) sintesis Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> menggunakan metode *solid-state reaction* pada suhu 850°C (Chen, dkk., 2016).

Uji aktivitas degradasi zat warna *metil orange* di bawah iradiasi sinar tampak ditampilkan pada Gambar 2.14 dan diperoleh hasil bahwa senyawa Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> *nanosheet* menunjukkan aktivitas degradasi *metil orange* sebesar 36%. Sedangkan

senyawa Bi<sub>4</sub>Ti<sub>2,6</sub>Cr<sub>0,4</sub>O<sub>12</sub> menunjukkan aktivitas degradasi *metil orange* sebesar 91%. Hal ini diketahui bahwa semakin kecil ukuran dan ketebalan partikel hasil sintesis menyebabkan kenaikan aktivitas degradasi zat warna *metil orange*.

Tabel 2.2 Rata-rata panjang dan ketebalan sisi senyawa Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> (Chen, dkk., 2016).

Sampel	Rata-rata panjang sisi (nm)	Rata-rata ketebalan sisi (nm)		
Bi <sub>4</sub> Ti <sub>3</sub> O <sub>12</sub> nanosheet	245	40		
$Bi_4Ti_{2,85}Cr_{0,15}O_{12}\ nanosheet$	210	26		
$Bi_4Ti_{2,7}Cr_{0,3}O_{12}\ nanosheet$	156	21		
$Bi_4Ti_{2,6}Cr_{0,4}O_{12}\ nanosheet$	95	15		



Gambar 2.14 Grafik aktivitas fotokatalis pada degradasi zat warna metil orange di bawah iradiasi sinar tampak ( $\lambda$ = 420 nm) (Chen, dkk., 2016).

### 2.7 Manfaat Material BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> dalam Perspektif Islam

Manusia sebagai makhluk di bumi memerlukan sumber daya alam yang digunakan untuk mencukupi kebutuhan. Semakin banyak jumlah manusia maka semakin banyak pula sumber daya alam yang digali, diolah dan dijadikan berbagai

produk untuk memenuhi kebutuhan manusia. Kegiatan-kegiatan manusia dalam mengolah dan memanfaatkan sumber daya dilakukan secara eksploratif dan berlebihan sehingga mengakibatkan dampak buruk terhadap lingkungan seperti pencemaran darat, laut dan udara. Kerusakan lingkungan disebabkan oleh faktor alam maupun ulah manusia. Akibat kerusakan lingkungan berpotensi menyebabkan bencana di masa sekarang maupun yang akan datang, selain itu dapat menyebabkan gangguan kesehatan manusia (Nurhayati, dkk., 2018). Sesuai dengan firman Allah Swt. dalam surat al-Baqarah ayat 205:

Artinya: "Dan apabila dia berpaling (dari engkau), ia berusaha untuk berbuat kerusakan di bumi, serta merusak tanam-tanaman dan ternak, sedang Allah tidak menyukai kerusakan".

Ayat di atas menjelaskan tentang kerusakan lingkungan akibat perbuatan manusia dalam eksplorasi lingkungan untuk mencukupi kebutuhan hidup. Akibat perbuatan tersebut menyebabkan pencemaran lingkungan yang dapat merusak tanaman maupun hewan. Namun, perbuatan tersebut dapat berakibat negatif dalam memenuhi kebutuhan manusia. Manusia dalam mencukupi kebutuhannya menciptakan produk-produk tertentu dengan mendirikan berbagai jenis industri. Hasil samping kegiatan tersebut menyebabkan kerusakan terhadap lingkungan dan merusak berbagai bidang pertanian, peternakan maupun bidang lainnya. Efek samping rantai makanan pada hewan dan tumbuhan apabila dikonsumsi dapat menyebabkan gangguan kesehatan (Nurhayati, dkk., 2018).

Bentuk kerusakan yang sering terjadi adalah pencemaran air. Industri tekstil adalah salah satu industri penghasil limbah zat warna, dimana limbah

tersebut apabila dibuang secara langsung ke perairan dapat menyebabkan pencemaran air. Apabila air sudah terkontaminasi dapat menyebabkan fisik seperti perubahan warna dan menyebabkan kematian pada biota air. Selain itu, apabila terjadi aliran pada sumber air pemukiman dan dikonsumsi dapat menyebabkan penyakit gatak-gatal, kanker sampai kematian. Padahal air memegang peranan utama terhadap kehidupan. Sesuai dengan firman Allah Swt. dalam surat an-Nazi'at ayat 30-31:

Artinya: "Ia memancarkan daripadanya mata air dan (menumbuhkan) tumbuhtumbuhan. Daan bumi sesudah itu dihamparkan-Nya".

Ayat di atas dijelaskan bahwa air adalah sumber kehidupan penyangga bumi yang terdapat di tanah, laut maupun lembah-lembah. Air mempunyai kelebihan mampu merubah dan menghancurkan racun di dalam tubuh. Selain itu, air dapat melarutkan zat-zat yang diperlukan tumbuh-tumbuhan dan mengubah komponennya dari satu keadaan ke keadaan lainnya (Sawaludin, 2018). Sehingga keberadaan air sangat berpengaruh terhadap ekosistem di bumi.

Pencemaran air akibat limbah zat warna dapat ditanggulangi dengan mengolah limbah sebelum dibuang ke perairan. Limbah zat warna merupakan hasil samping suatu kegiatan manusia, sehingga manusia sendirilah yang harus bertanggung jawab atas perbuatannya sebagai khalifah di bumi. Sehingga sesuai dengan firman Allah Swt. dalam surat an-Naml ayat 62:

Artinya: "Atau siapakah yang memperkenankan (doa) orang yang dalam kesulitan apabila ia berdoa kepada-Nya dan menghilangkan kesusahan yang menjadikan kamu (manusia) sebagai khalifah di bumi. Apabila disamping Allah ada Tuhan (yang lain)? Amat sedikitlah kamu mengingat-Nya".

Ayat di atas menjelaskan bahwa manusia harus mengingat Allah Swt. agar dihilangkan segala kesusahan yang sedang dihadapi. Sebagai khalifah di bumi mempunyai tanggung jawab menjaga lingkungan karena segala ciptaan Allah di bumi bermanfaat bagi kehidupan manusia (Muid, 2010). Pembuangan limbah zat warna tanpa pengolahan menyebabkan kesusuhan semua pihak. Memelihara lingkungan adalah salah satu bentuk mengingat Allah Swt. atas penciptannya. Salah satu usaha yang dapat dilakukan manusia sebagai khalifah dalam memelihara lingkungan adalah mengolah limbah zat warna sebelum dibuang ke perairan. Pengolahan tersebut dapat dilakukan menggunakan metode fotokatalis yang ramah lingkungan dan tidak menimbulkan limbah baru. Sehingga penelitian ini melakukan sintesis material fotokatalis BBT yang didoping menggunakan besi (Fe).

Bahan-bahan yang digunakan untuk sintesis material BBT adalah senyawa dari alam sebagai bentuk kekuasaan Allah Swt. atas penciptannya. Setiap penciptaan-Nya mempunyai manfaat bagi kehidupan manusia yang dapat digunakan sesuai keperluan manusia karena penciptaan-Nya tidak ada yang siasia. Pemanfaatan sumber daya alam dapat dilakukan secara proporsional agar tidak terjadi kerusakan di lingkungan yang berdampak terhadap keberlangsungan hidup manusia. Sehingga manusia mempunyai kewajiban untuk menjaga keseimbangan alam penciptaan Allah Swt. yang disampaikan dalam firman Allah Swt. dalam surat ath-Thalaq ayat 12:

Artinya: "Allah-lah yang menciptakantujuh langit dan seperti itu pula bumi. Perintah Allah berlaku padanya, agar kamu mengetahui bahwasannya Allah Maha Kuasa atas segala sesuatu, dan sesungguhnya Allah ilmu-Nya benar-benar meliputi segala sesuatu".

Ayat di atas menjelaskan bahwa jumlah lapisan langit ada tujuh begitu pula dengan jumlah lapisan bumi. Beberapa lapisan bumi mempunyai manfaat tersendiri untuk kehidupan di muka bumi. Berbagai energi yang terdapat di bumi dapat dimanfaatkan sesuai dengan manfaatnya. Permukaan bumi dihamparkan sehingga terbentuk gunung, lembah, sungai, laut dengan berbagai kekayaan di dalamnya dan bermanfaat untuk memenuhi kebutuhan manusia. Lapisan langit berisi berbagai benda langit yang bermanfaat dan tidak pernah terjadi tabrakan antar orbitnya sebagai bentuk kekuasaan Allah terhadap keseimbangan langit dan bumi dengan segala isinya (Sada, 2016).

Terdapat tugas manusia sebagai khalifah di muka bumi disampaikan melalui firman Allah Swt. dalam surat al-Ahzab ayat 72:

Artinya: "Sesungguhnya Kami telah mengemukakan amanat kepada langit, bumi dan gunung-gunung, maka semuanya enggan untuk memikul amanat itu dan mereka khawatir akan mengkhianatinya, dan dipikul amanat itu oleh manusia. Sesungguhnya manusia itu amat zalim dan amat bodoh".

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah telah memberikan amanat kepada seluruh ciptaan-Nya. Manusia sebagai khalifah di bumi mengemban amanat yang besar untuk menjaga alam semesta untuk kesejahteraan umat manusia. Secara

umum kewajiban manusia sebagai khalifah di bumi adalah: *Tamkin Dinillah* (menegakkan agama Allah), menciptaka keamanan, menegakkan sistem ibadah, merapkan undang-undang agama dan negara, berjihad di jalan Allah, menjaga sumber daya alam sebagai ciptaan Allah (Ilyas, 2016). Sumber daya alam yang Allah telah ciptakan merupakan faktor penting dalam keberlangsungan hidup, sehingga sebagai khalifah di bumi sudah semestinya untuk menjaga lingkungan. Salah satu motivasi yang dapat dilakukan untuk menanggulangi masalah kerusakan lingkungan pada lingkungan perairan yang tercemar limbah zat warna yaitu melakukan sintesis material BBT dilaporkan mempunyai sifat fotokatalis untuk aplikasi mendengradasi limbah zat warna. Penggunaan fotokatalis ini berbasis *green synthesis* karena ramah lingkungan yaitu memanfaatkan energi cahaya matahari dalam mendegradai limbah zat warna dan tidak menimbulkan limbah baru. Sehingga untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis tersebut dilakukan penambahan dopan Fe sehingga material BBT dapat bekerja pada daerah sinar tampak yang banyak terdapat di dalam sinar matahari.

### **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November-Desember 2021 di laboratorium Kimia Fisika Edukasi Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

### 3.2 Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat

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

### **3.2.2** Bahan

Bahan-bahan yang digunakan antara lain  $BaCO_3$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $Fe_2O_3$ , garam  $Na_2SO_4/K_2SO_4$ , dan aquades.

# 3.3 Pola dan Rancangan Penelitian

a. Tahap preparasi bahan

Tahap ini meliputi persiapan alat dan bahan, perhitungan jumlah prekursor

b. Tahap sintesis BBT dengan metode lelehan garam

Tahap ini meliputi sintesis material BBT dengan metode lelehan garam menggunakan suhu 850 dan 870°C dengan garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, kemudian didinginkan menggunakan suhu ruang. Produk dicuci menggunakan air panas untuk menghilangkan kandungan garam.

### c. Tahap karakterisasi

Tahap karakterisasi meliputi (a). Proses karakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk, (b). Karakterisasi dan analisis data menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi dan komposisi penyusun senyawa, dan (c). Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita produk

### 3.4 Prosedur Kerja

# 3.4.1 Preparasi Bahan

Barium bismut titanat, BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15 dan 0,2) disintesis sebanyak 3 gram. Prekursor yang digunakan adalah BaCO<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan massa yang digunakan disajikan pada Tabel 3.1. Prekursor dihomogenkan dan digerus menggunakan *mortar agate* selama satu jam kemudian ditambahkan aseton untuk menghomogenkan sampel.

Tabel 3.1 Massa prekursor dan garam yang digunakan

	Massa	Massa Prekursor (gram)					
Senyawa Target	Target (gram)	BaCO <sub>3</sub>	Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
BaBi <sub>4</sub> Ti <sub>3,95</sub> Fe <sub>0,05</sub> O <sub>15</sub>	3	0,4213	1,9888	0,6737	0,0085	2,1226	2,6042
$BaBi_{4}Ti_{3,90}Fe_{0,1}O_{15} \\$	3	0,4211	1,9883	0,6650	0,0170	2,1220	2,6034
$BaBi_{4}Ti_{3,85}Fe_{0,15}O_{15} \\$	3	0,4210	1,9877	0,6563	0,0255	2,1214	2,6027
$BaBi_4Ti_{3,80}Fe_{0,2}O_{15}$	3	0,4209	1,9872	0,6476	0,0340	2,1208	2,6020

## 3.4.2 Sintesis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> dengan Metode Lelehan Garam

Sampel dan garam dengan perbandingan variasi mol prekursor : garam adalah 1:7 dihomogenkan menggunakan *mortar agate* selama satu jam. Campuran yang sudah homogen kemudian dipanaskan dengan suhu 850 dan 870°C selama 6

jam. Sampel kemudian dikeluarkan dari tanur, selanjutnya sampel diletakkan di atas kertas saring dalam corong. Produk kemudian dicuci dengan air panas untuk menghilangkan garam alkali yang masih melekat dan dikeringkan sampai kering.

### 3.4.3 Karakterisasi Sampel Produk BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub>

### 3.4.3.1 Karakterisasi Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan sinar X digunakan untuk mengidentifikasi fasa produk. Pengukuran dilakukan menggunakan radiasi Cu-K $\alpha$  40 kV dan 300 mA pada rentang  $2\theta$ = 20-80°.

# 3.4.3.2 Karakterisasi Menggunakan Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS digunakan untuk mengetahui morfologi dan komposisi penyusun senyawa. Sampel diletakkan pada *sample holder*, kemudian ditempatkan pada instrumen. Sampel dikarakerisasi menggunakan beberapa pembesaran yaitu 15.000 dan 20.000 kali.

# 3.4.3.3 Karakterisasi Menggunakan *Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS)

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS digunakan untuk mengetahui energi celah pita produk hasil sintesis. Sampel diletakkan pada *sample holder*. Sampel diletakkan pada 200-800 nm.

### 3.4.4 Analisis Data

### 3.4.4.1 Analisis Data X-Ray Diffraction (XRD)

Hasil karakterisasi XRD berupa difraktogram, kemudian dibandingkan menggunakan standar BBT yang terdapat pada database ICSD. Data yang

diperoleh selanjutnya dilakukan *refinement* menggunakan metode Le-Bail yang bertujuan untuk mengidentifikasi data kristalografi.

# 3.4.4.2 Analisis Data Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)

Hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDS berupa morfologi dan komposisi penyusun senyawa. Data yang diperoleh kemudian dibandingkan morfologi partikel yang terbentuk untuk mengetahui pengaruh penggunaan dopan Fe terhadap morfologi.

# 3.4.4.3 Analisis Data *Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS)

Hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS menunjukkan data reflektansi yang dianalisis menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditampilkan pada Persamaan 3.1.

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

dengan, F(R) adalah faktor Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorbsi molar, S adalah koefisien *scattering*, R adalah nilai reflektansi. Nilai energi celah pita ditentukan menggunakan plot antara sumbu x dan sumbu y. Sumbu x sebagai nilai energi foton (hv) sedangkan sumbu y adalah nilai  $(F(R).hv)^{1/2}$ . Nilai  $hv = hc/\lambda$  dengan h adalah tetapan Planck dan c adalah tetapan cahaya.

### **BAB IV**

#### HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan sintesis senyawa fotokatalis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (*x*= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) menggunakan metode lelehan garam campuran Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan suhu 850 dan 870°C selama 6 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan: (a) XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk, (b) SEM-EDS untuk mengetahui morfologi partikel dan unsur-unsur penyusun senyawa, dan (c) UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita yang terbentuk.

### 4.1 Sintesis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> Menggunakan Metode Lelehan Garam

Sintesis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> dilakukan dengan mereaksikan prekursor BaCO<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan garam campuran Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Prekursor digerus menggunakan *mortar agate* dan ditambahkan aseton. Sampel dikalsinasi pada suhu 850°C kemudian dilakukan kalsinasi kedua pada suhu 870°C untuk memaksimalkan pertumbuhan kristal. Sampel mengalami perubahan warna dari merah bata pucat menjadi orange setelah dikalsinasi pada suhu 870°C dan ditampilkan pada Gambar 4.1. Perubahan warna menunjukkan terjadi reaksi antar prekursor dan terbentuk senyawa baru. Produk hasil sintesis dicuci menggunakan air panas untuk menghilangkan garam dan diidentifikasi menggunakan AgNO<sub>3</sub> yang ditampilkan pada Gambar 4.2 dengan reaksi sebagai berikut:

$$2 \text{ AgNO}_{3(aq)} + \text{Na}_2 \text{SO}_{4(aq)} \rightarrow \text{Ag}_2 \text{SO}_{4(s)} \downarrow + 2 \text{ NaNO}_{3(aq)}$$

$$2 \text{ AgNO}_{3(aq)} + \text{K}_2 \text{SO}_{4(aq)} \rightarrow \text{Ag}_2 \text{SO}_{4(s)} \downarrow + 2 \text{ KNO}_{3(aq)}$$

### 4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> Menggunakan XRD

Difraktogram senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) ditampilkan pada Gambar 4.3 (a) dan diidentifikasi dengan mencocokkan pola difraksi sampel dengan data standar BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (ICSD No. 150928) yang mempunyai grup ruang  $A2_1$ am dengan sistem kristal ortorombik. Hasil identifikasi menunjukkan kesesuaian puncak difraksi dan tidak ditemukan puncak lain pada sampel yang menunjukkan tidak terdapat pengotor. Puncak-puncak senyawa ada pada  $2\theta$ = 16,9; 21,2; 23,1; 30; 32,7; 39,3; 47; 51,5; dan 56,8°.

Penambahan dopan Fe pada senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> menyebabkan pergeseran puncak yang ditampilkan pada Gambar 4.3 (b). Hal ini menunjukkan terjadi perubahan parameter kisi dan volume sel. Sampel BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub> dan BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,10</sub>O<sub>15</sub> bergeser ke kanan (2θ besar) dengan pergeseran 2θ= 30,42 dan 30,56° mengidentifikasi terdapat Fe<sup>3+</sup> (0,064 nm) yang mempunyai jari-jari lebih kecil daripada Ti<sup>4+</sup> (0,068 nm). Sampel BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,85</sub>Fe<sub>0,15</sub>O<sub>15</sub> dan BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,85</sub>Fe<sub>0,2</sub>O<sub>15</sub> bergeser ke kiri (2θ kecil) dengan pergeseran 2θ= 30,52 dan 30,48° mengidentifikasi terdapat perubahan Fe<sup>3+</sup> menjadi Fe<sup>2+</sup> (0,076 nm) yang mempunyai jari-jari lebih besar daripada Ti<sup>4+</sup> (0,068 nm) (Guo, dkk., 2017). Perubahan Fe<sup>3+</sup> menjadi Fe<sup>2+</sup> dapat terjadi karena penggunaan suhu yang terlalu tinggi sehingga menyebabkan perubahan jari-jari ionik dari Fe<sup>3+</sup> menjadi Fe<sup>2+</sup>. Keberadaan Fe<sup>2+</sup> menyebabkan kekosongan oksigen yang berfungsi untuk menjaga keseimbangan muatan material (Ruzgar dan Pehlivanoglu, 2020).

Pergeseran puncak akibat penambahan dopan juga dilaporkan oleh Xu, dkk. (2021) karena terjadi pengurangan parameter kisi dan jarak bidang kristal sehingga terjadi pergeseran  $2\theta$  kearah yang lebih besar berdasarkan persamaan

hukum Bragg. Berdasarkan persamaan hukum Bragg diilustrasikan pada Gambar 4.4 (a) menunjukkan bahwa ketika terdapat sinar datang dengan panjang gelombang tertentu kemudian melewati celah sempit maka akan terjadi difraksi cahaya yang digunakan untuk menembak kristal, sehingga cahaya yang terdifraksi tersebut yang terbaca oleh detektor dan hasilnya berupa puncak difraksi. Zhu, dkk. (2021) melaporkan bahwa substitusi material menggunakan kation berpengaruh terhadap jarak antar kisi kristal. Substitusi kation berukuran lebih kecil menyebabkan jarak antar kisi kristal mengecil sehingga sudut antara sinar datang maupun sinar pantul dengan bidang kristal menjadi membesar sehingga terjadi peningkatan nilai  $2\theta$  yang ditunjukkan pada ilustrasi Gambar 4.4 (b), sedangkan perubahan puncak  $2\theta$  kearah yang lebih kecil menunjukkan bahwa jarak antar kisi kristal membesar sehingga sudut antara sinar datang maupun sinar pantul dengan bidang kristal menjadi mengecil sehingga menyebabkan nilai  $2\theta$  mengecil dan diilustrasikan pada Gambar 4.4 (c).

### 4.3 Refinement Data XRD BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub>

Data kristalografi senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) didapatkan dari *refinement* menggunakan perangkat lunak Rietica dengan metode Le Bail. Proses *refinement* menggunakan data standar BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> ICSD No. 150928 yang mempunyai sistem kristal orthorombik dengan grup ruang  $A2_1am$ , unit azimetrik (Z)= 4, parameter kisi a= 5,4707; b= 5,4565; c= 41,865 dan  $\alpha$ = $\beta$ = $\gamma$ =90°. Plot hasil *refinement* senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) ditampilkan pada Gambar 4.5.

Refinement data dilakukan bertujuan untuk mengetahui data kristalografi sampel dan memastikan kesesuaian fasa campuran prekursor yang terbentuk. Hasil analisis berupa hasil perhitungan data eksperimen dan perbedaannya. Berdasarkan Gambar 4.5 data  $Y_{obs}$  yang ditunjukkan dengan butiran hitam menunjukkan data sampel,  $Y_{calc}$  ditandai dengan garis merah yang menunjukkan data standar,  $Y_{obs}$ - $Y_{calc}$  ditandai dengan garis hijau menunjukkan perbedaan antara data sampel dengan data standar, sedangkan bragg position yang ditandai dengan garis biru menunjukkan seluruh pola puncak (Haque, dkk., 2019). Ketika data  $Y_{obs}$  dan  $Y_{calc}$  mempunyai perbedaan yang kecil maka garis hijau cenderung mendatar.

Data kristalografi hasil *refinement* dirangkum pada Tabel 4.1 yang menunjukkan kecocokan antara sampel dengan standar BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> ICSD No. 150928 yang ditunjukkan menggunakan nilai faktor R antara lain: R-profile ( $R_p$ ) menunjukkan persentase gambaran sampel, R-weight profile ( $R_{wp}$ ) menunjukkan pola *background* sampel dan *good of fitness* ( $X^2$ ) menunjukkan rasio antara  $R_{wp}$  dan  $R_{exp}$  yang menyatakan fungsi distribusi parameter yang tidak diketahui (Desai, dkk., 2021). Nilai faktor R yang masih tinggi diduga karena fasa campuran prekursor menunjukkan kristalinitas yang rendah. Namun, parameter kisi menunjukkan perubahan yang tidak signifikan sehingga diidentifikasi bahwa terdapat kecocokan antara sampel dengan standar (Haque, dkk., 2019).

Penambahan dopan tidak menyebabkan perubahan sistem kristal dan grup ruang sampel (Li, dkk., 2015). Namun, menyebabkan perubahan panjang kisi a=b=c dan volume kristal pada sampel. Hal ini terjadi karena terdapat perubahan jari-jari ionik dopan Fe dalam sampel. Sampel BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub> dan BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,90</sub>Fe<sub>0,1</sub>O<sub>15</sub> terjadi perubahan parameter kisi dan volume sel menjadi lebih

kecil, yang mengidentifikasi terdapat Fe<sup>3+</sup> (0,064 nm) yang mempunyai jari-jari lebih kecil daripada Ti<sup>4+</sup> (0,068 nm). Sedangkan sampel BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,85</sub>Fe<sub>0,15</sub>O<sub>15</sub> dan BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,80</sub>Fe<sub>0,2</sub>O<sub>15</sub> mempunyai nilai parameter kisi dan volume sel yang lebih besar dari sampel sebelumnya, hal ini mengidentifikasi terjadi perubahan Fe<sup>3+</sup> menjadi Fe<sup>2+</sup> (0,076 nm) yang mempunyai jari-jari lebih besar daripada Ti<sup>4+</sup> (0,068 nm) (Guo, dkk., 2017).

### 4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> Menggunakan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dan komposisi penyusun senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (*x*= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2). Mikrograf menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 4.6 yang menunjukkan bahwa senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (*x*= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) mempunyai morfologi berbentuk *plate-like*. Metode lelehan garam merupakan salah satu metode yang efektif untuk menghasilkan morfologi *plate-like* pada senyawa Aurivillius. Gu, dkk. (2011) telah melakukan sintesis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> menggunakan metode lelehan garam campuran Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> menghasilkan morfologi *plate-like*.

Hasil karakterisasi SEM menunjukkan terjadi pertambahan aglomerasi seiring bertambahnya konsentrasi dopan Fe. Hal ini terjadi diduga karena penggunaan rasio campuran garam yang terlalu banyak berpengaruh terhadap pertumbuhan butir material (Gu, dkk., 2011). Penambahan konsentrasi dopan yang berbeda-beda dapat menyebabkan perubahan komposisi prekursor, sehingga menyebabkan perbedaan kelarutan antara prekursor dengan garam. Perubahan komposisi yang terkandung di dalam sampel berpengaruh terhadap derajat

saturasi pada tahap difusi sehingga menyebabkan terjadi aglomerasi. Gu, dkk. (2011) melakukan sintesis BBT menggunakan variasi rasio campuran garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,8; 1,0; dan 1,2 menunjukkan bahwa penggunaan rasio campran garam 0,8 belum terbentuk senyawa BBT, penggunaan rasio campran garam 1,0 terbentuk senyawa BBT dan terjadi aglomerasi, sedangkan penggunaan rasio campuran garam 1,2 terdapat pengotor BaTiO<sub>3</sub>.

Hasil analisis EDS ditampilkan pada Gambar 4.6 dan dirangkum pada Tabel 4.2 yang menunjukkan persentase unsur-unsur penyusun senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (*x*= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) yang terdiri dari Barium (Ba), Bismut (Bi), Titanium (Ti), Besi (Fe), dan Oksigen (O). Penelitian ini telah berhasil dilakukan dengan hasil menunjukkan bahwa semakin banyak konsentrasi dopan yang digunakan menyebabkan semakin banyak persentase ion Fe yang tersubstitusi dalam sampel. Namun, persentase Ti dan unsur lainnya tidak menunjukkan tren persentase unsur yang terkandung. Analisis %massa dari EDS menunjukkan kelimpahan komposisi senyawa yang dianggap mewakili masing-masing spesimen tentang homogenitas sampel (Rodriguez, dkk., 2021). Sehingga tidak terbentuknya tren persentase komposisi unsur dalam senyawa diduga karena ketidak homogenan sampel.

# 4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> Menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui serapan sinar dan energi celah pita. Hasil karakterisasi menghasilkan grafik hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang dari senyawa BaBi $_4$ Ti $_4$  $_x$ Fe $_x$ O $_{15}$  (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) yang ditampilkan pada Gambar 4.7.

Perpindahan elektron dari pita valensi ke pita konduksi karena penambahan dopan menyebabkan terbentuknya sub pita baru dan terbentuk serapan yang khas (Liu, dkk., 2017). Keadaan ini menyebabkan sampel menyerap sinar tampak dengan baik dengan energi yang lebih rendah. Penambahan dopan Fe dengan konsentrasi yang lebih tinggi dapat meningkatkan penyerapan sinar tampak. Namun hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang pada x=0.15 dan x=0.2 saling berimpit hal ini diduga karena terdapat distorsi permukaan yang berpengaruh terhadap transisi elektronik (Lei, dkk., 2016).

Grafik kedua menunjukkan hubungan antara nilai reflektansi dengan panjang gelombang dari senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) yang ditampilkan pada Gambar 4.8. Penambahan dopan dapat merubah nilai reflektansi. Semakin banyak konsentrasi dopan Fe yang ditambahkan menyebabkan nilai reflektansi semakin rendah dan sebaliknya.

Grafik ketiga menunjukkan hubungan antara  $F(R)hv^{1/2}$  dengan energi celah pita (eV) senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) yang ditampilkan pada Gambar 4.9. Nilai energi celah pita ditentukan dengan mengalisis data reflektansi menggunakan persamaan Kubelka-Munk dengan regresi linear x sebagai nilai hv ketika y= 0, kemudian grafik hasil analisis ditarik garis lurus sampai memotong sumbu x. Hasil analisis energi celah pita dirangkum pada Tabel 4.3.

Berdasarkan Tabel 4.3 penambahan dopan Fe dapat berpengaruh terhadap nilai energi celah pita sebagai akibat adanya transisi elektronik baru. Pengaruh konsentrasi dopan berbanding terbalik dengan nilai energi celah pita. Semakin tinggi konsentrasi dopan Fe menyebabkan energi celah pita semakin kecil.

Senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> tanpa pendopingan adalah 3,2 eV (Qi, dkk., 2019), sedangkan energi celah pita setelah pendopingan menggunakan Fe dengan konsentrasi x= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2 secara berturut-turut adalah 2,5821; 1,9995; 1,9295; dan 1,8812 eV. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan dopan Fe dapat menggeser serapan sinar ke daerah sinar tampak sebagai respon cahaya yang baik dan diilustrasikan pada Gambar 4.10. Senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> yang didoping menggunakan Fe berpotensi diaplikasikan sebagai material fotokatalis.

Berdasarkan ilustrasi pada Gambar 4.10 pergeseran serapan ke daerah sinar tampak menyebabkan terbentuknya keadaan baru pada transisi elektronik dari pita valensi menuju pita konduksi yang disebabkan karena logam Fe mensubstitusi logam Ti. Transisi elektronik terjadi dari orbital O2p + Bi6s + Fe-t<sub>2g</sub> (VB) ke Ti-3d (CB) akibat penambahan dopan Fe mengakibatkan perpindahan elektronik menjadi orbital O2p + Bi6s + Fe-t<sub>2g</sub> (VB) ke Fe-e<sub>g</sub> (CB). Penataan ulang orbital karena penambahan dopan Fe menyebabkan celah pita yang lebih sempit yang dapat dikaitkan dengan distorsi induksi oktahedral (Ti, Fe)O<sub>6</sub> setelah didoping menggunakan Fe<sup>3+</sup>. Selain itu, terjadi perubahan orbital Ti3*d* menjadi hibridisasi dengan orbital O2p yang mengakibatkan celah pita semakin sempit sesuai serapan masing-masing (Liu, dkk., 2017). Penambahan dopan Fe dapat menjebak elektron atau hole yang dapat menghambat laju rekombinasi dan meningkatkan aktivitas fotokatalis (Liu, dkk., 2016).

# 4.6 Pembahasan Hasil Penelitian Sintesis Fotokatalis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> Menurut Perspektif Islam

Material BBT merupakan salah satu material semikonduktor yang berpotensi digunakan sebagai material fotokatalis. Manusia merupakan makhluk

di muka bumi yang melakukan kegiatan-kegiatan untuk memenuhi kebutuhan hidup. Kegiatan tersebut berpotensi menyebabkan kerusakan lingkungan. Salah satu kegiatan manusia yang menyebabkan kerusakan adalah bidang industri tekstil dan berpotensi menyebabkan limbah zat warna. Hal ini dapat dikaitkan dengan firman Allah Swt. Dalam surat al-Baqarah ayat 205:

Artinya: "Dan apabila dia berpaling (dari engkau), ia berusaha untuk berbuat kerusakan di bumi, serta merusak tanam-tanaman dan ternak, sedang Allah tidak menyukai kerusakan".

Limbah zat warna merupakan hasil samping kegiatan manusia yang berupa industri tekstil dan berbahaya terhadap manusia dan makhluk lainnya apabila di buang ke perairan tanpa dilakukan pengolahan terlebih dahulu. Penelitian ini dilakukan sintesis fotokatalis senyawa BBT agar nantinya dapat diaplikasikan untuk mendegradasi polutan zat warna sebelum dibuang ke perairan. Hal ini dilakukan karena air merupakan salah satu faktor penopang kehidupan di bumi. Apabila air dibuang ke perairan tanpa dilakukan pengolahan dapat berakibat terhadap lingkungan bahkan gangguan kesehatan terhadap pengkonsumsi air tersebut. Selain itu, manusia merupakan khalifah di bumi yang mempunyai kewajiban menjaga keseimbangan lingkunga. Senyawa BBT merupakan salah satu kekayaan alam hasil ciptaan-Nya yang tidak sia-sia dan dapat dimanfaatkan sesuai dengan manfaatnya. Hal ini dapat dikaitkan dengan firman Allah Swt. Dalam surat ath-Thalaq ayat 12:

Artinya: "Allah-lah yang menciptakantujuh langit dan seperti itu pula bumi. Perintah Allah berlaku padanya, agar kamu mengetahui bahwasannya Allah Maha Kuasa atas segala sesuatu, dan sesungguhnya Allah ilmu-Nya benar-benar meliputi segala sesuatu".

Penelitian ini merupakan hasil berfikir manusia sebagai makhluk yang dianugerahi akal untuk memikirkan segala penciptaan Allah dan memeliharanya. Salah satu ciptaan Allah yang yang berpotensi sebagai material fotokatalis adalah senyawa BBT. Namun untuk memaksimalkan aktivitas fotokatalis tersebut dilakukan suatu usaha dengan memodifikasi senyawa BBT dengan menambahkan dopan Fe. Modifikasi tersebut mampu menurunkan energi celah pita dan meningkatkan aktivitas fotokatalis sehingga dapat meminimalisir limbah zat warna di perairan. Hal ini dapat dikaitkan dengan firman Allah Swt. Dalam surat al-Baqarah ayat 31:

Artinya: "Dan Dia mengajarkan kepada Adam nama-nama (benda-benda) seluruhnya, kemudian mengemukakannya kepada para Malaikat lalu berfirman: "Sebutkanlah kepada-Ku nama benda itu jika kamu memang benar orang-orang yang benar!".

Akibat penambahan dopan Fe dapat menurunan energi celah pita yang menyebabkan terbentuknya keadaan transisi elektronik baru sebagai salah satu usaha meningkatkan aktivitas fotokatalis senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub>. Akibat terbentuknya keadaan transisi elektronik baru ketika diaplikasikan untuk mendegradasi polutan zat warna akan lebih efektif dan bermanfaat terhadap

manusia maupun ekosistem air lainnya. Akibat degradasi polutan zat warna tersebut, air yang sudah diolah sebelum dibuang pada perairan apabila dikonsumsi akan lebih aman terhadap kesehatan daripada mengkonsumsi air yang sudah tercemar polutan yang warna. Hal ini dapat dikaitkan dengan firman Allah Swt. Dalam surat ar-Ra'd ayat 11:

Artinya: "Sesungguhnya Allah tidak merubah keadaan suatu kaum sehingga mereka merubah apa yang ada pada dirinya sendiri".

Menurut Shihab (1995) perubahan yang dimaksud menunjukkan terdapat dua pelaku yang berbeda. Pelaku tersebut yaitu perubahan masyarakat yang pelakunya Allah dan perubahan masyarakat yang pelakunya manusia sendiri. Penelitian ini menunjukkan perubahan yang pelakunya manusia yaitu mensintesis material BBT terdoping Fe sebagai bentuk tanggung jawab manusia terhadap lingkungan sebagai khalifah.

Alam merupakan suatu anugerah ciptaan Allah yang di dalamnya terkandung berbagai kebaikan seperti pelajaran keselarasan hidup dengan alam. Keberadaan alam dan seisinya berfungsi sebagai faktor utama penopang kehidupan. Ketersediaan air, udara, hewan maupun tumbuhan merupakan kebutuhan esensial bagi keberlangsungan hidup manusiayang dapat dikaitkan dalam surat an-Nahl ayat 14:

Artinya: "Dia-lah, Allah yang menundukkan lautan (untukmu), agar kamu dapat memakan daripadanya daging yang segar (ikan), dan kamu

mengeluarkan dari lautan itu perhiasan yang kamu pakai; dan kamu melihat bahtera berlayar padanya, dan supaya kamu mencari (keuntungan) dari karunia-Nya, dan supaya kamu bersyukur''.

Namun pemanfaatan sumber daya alam harus diikuti oleh pemeliharaan dan pelestariannya sehingga manusia sebagai khalifah harus mempunyai kesadaran yang tinggi dalam pemanfaatan sumber daya alam dengan tindakan yang bijak dan proporsional. Perairan merupakan salah satu kekayaan alam yang boleh tetapi secara proporsional. Pemanfaatan secara proporsional dapat dilakukan seperti tidak melakukan pencemaran terhadap air di peraiaran, tidak mengambil ikan menggunakan bahan peledak yang dapat membunuh organisme pengurai di dalamnya, tidak menebang pohon disekitar area perairan. Selain itu dalam gaya hidup moderisasi yang banyak tren gaya berpakaian sebaikya kita sebagai khalifah dapat meminimalisir tren gaya berpakaian tersebut. Meminimalisir gaya fashion sebagai bentuk kontribusi terhadap terhadap lingkungan, karena industri tekstil dapat mengurangi produksi tekstilnya sehingga dapat mengurangi produksi limbah zat warna tekstil. Hal ini dapat dikaitkan dengan surat al-A'raf ayat 31:

يَا بَنِي آدَمَ خُذُوا زِينَتَكُمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوا وَاشْرَبُوا وَلاَ تُسْرِفُوا ۚ إِنَّهُ لاَ يُحِبُّ الْمُسْرِفِينَ

Artinya: "Hai keturunan Adam, pakailah pakaianmu yang indah setiap (memasuki) masjid makan serta minumlah, dan jangan berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebih-lebihan".

Memelihara alam merupakan salah satu bentuk mengenali sifat Allah. Sifat-sifat tersebut tertulis di dalam asmaul husna yang berjumlah 99. Beberapa sifat Allah dalam penciptaan alam dan seisinya menyebabkan Allah mempunyai beberapa nama yaitu al-Khaliq yang berarti Yang Maha Pencipta, al-Malik artinya

Yang Maha Kuasa, dan al-Baari' artinya Yang Maha Mengadakan. Ketiga nama tersebut menjelaskan bahwa Allah menghendaki untuk mengadakan penciptaan alam dan isinya sebagai salah satu bentuk kekuasaanNya. Ketika manusia telah memahami sifat Allah dengan melakukan pendekatan terhadap alam dan isinya maka akan menyebabkan bertambahnya ketauhidan seseorang terhadap Allah atas pengesaan Allah. Ketika seseorang mempunyai tauhid atau keyakinan yang kuat maka akan meningkatkan akhlak seseorang yang terbukti dalam bentuk memelihara alam dan isinya. Bentuk peningkatan akhlak dapat terbukti dalam pendekatan ilmu sains seperti melakukan penelitian yang berbasis green synthesis atau ramah lingkungan. Pemeliharaan alam merupakan salah satu tugas manusia sebagai khalifah untuk berjihad. Salah satu bentuk jihad adalah jihad ekologi dalam upaya memperbaiki lingkungan. Penelitian yang telah dilakukan merupakan salah satu bentuk jihad ekologi yaitu dengan mensintesis senyawa BBT terdoping Fe yang berfungsi sebagai material fotokatalis yang dapat diaplikasikan untuk mendegradasi limbah zat warna. Pemanfaatkan fotokatalis ini ramah lingkungan karena material yang disintesis dapat digunakan berulang kali tanpa menimbulkan limbah baru, selain itu pengaplikasian fotokatalis menggunakan energi cahaya matahari yang termasuk sumber energi tak terbatas yang terdapat di alam.

### BAB V

### **PENUTUP**

### 5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (*x*= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) berhasil disintesis dan tidak ditemukan fasa pengotor. Hasil sintesis menunjukkan struktur ortorombik dengan grup ruang *A*2<sub>1</sub>*am*. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan morfologi berbentuk *plate-like* dan terjadi aglomerasi. Hasil EDS menunjukkan komposisi unsur penyusun antara lain: Ba, Bi, Ti, Fe, dan O. Hasil analisis UV-Vis DRS senyawa BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (*x*= 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) mempunyai energi celah pita secara berurutan adalah 2,5821; 1,9995; 1,9295; dan 1,8812 eV. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan dopan Fe dapat menurunkan energi celah pita.

### 5.2. Saran

Perlu dilakukan uji fotokatalis untuk mengetahui kemampuan material BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> terdoping Fe dalam mendegradasi polutan zat warna dan pengukuran spektroskopi fotoluminesensi untuk mengetahui laju rekombinasi.

### DAFTAR PUSTAKA

- Bencan, A., Boullay, P., dan Mercurio, J.P. 2004. Characterisation of BaBi<sub>2</sub>Nb<sub>2</sub>O<sub>9</sub> Powders and Thin Film Prepared by a Solution Technique. *Solid State Science*, 6: 547-551.
- Chakrabarti, A., Bera, J., dan Sinha, T.P. 2009. Dielectric Properties of BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> Ceramics Produced by Cost-Effective Chemical Method. *Physica B*, 404: 1498-1502.
- Chen, Z., Jiang, X., Zhu, C., dan Shu, C. 2016. Chromium-Modified Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> Photocatalyst: Application for Hydrogen Evolution and Pollutan Degradation. *Applied Catalyst B: Environmental*, 199: 241-251.
- Desai, K.R., Alone, S.T., Wadgane, S.R., Shirsath, S.E., Batoo, K.M., Imran, A., Raslan, E.H., Hadi, M., Ijaz, M.F., dan Kadam, R.H. 2021. X-Rays Diffraction Based Williamson-Hall Analysis and Rietveld Refinement for Strain Chain Mechanism in Mg-Mn Co-Substituted CdFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles. *Physica B: Physic of Condensed Matter*, 614: 1-9.
- Diao, C.L., Xu, J.B., Zheng, H.W., Fang, L., Gu, Y.Z., dan Zhang, W.F. 2013. Dielectric and Piezoelectric Properties of Cerium Modified BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> Ceramics. *Ceramics International*, 39: 6991-6995.
- Fang, P., Liu, P., dan Xi, Z. 2015. Quantitative Description of the Phase Transition of Aurivillius Oxides SM Modified BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> Ceramics. *Physica B: Physics of Condensed Matter*. PII S0921-4526(15)30016-8.
- Gaya, U.I., dan Abdullah, A.H. 2008. Heteregenous Photocatalytic Degradation of Organic Contaminants Over Titanium Oxide: A Review of Fundamentals, Progress and Problems. *Journal of Photochemistry and Photobiology C*, 9: 1-9.
- Gu, Y.j., Huang, J.L., Li, L.H., Zhang, K., Wang, Q.L., Li, Q., Tan, X.H., dan Xu, H. 2011. Molten Salt Synthesis of Anisotropy BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> Powders in K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Flux. *Materials Science Forum*, 687: 333-338.
- Guo, Q., Wang, Q., Chen, G., Shen, M., dan Li, B. 2017. Molten Salt Synthesis of Different Ionic Radii Metallic Compounds Doped Lithium Titanate Used in Li-Ion Battery Anodes. *Materials Transaction*, 58(3): 383-389.
- Gupta, S.K., dan mao, Y. 2020. A Review on Molten Salt Synthesis of Metal Oxide Nanomaterials: Status, Opportunity, and Challenge. *Progress in Materials Science*, 1016.
- Haque, B.M., Chandra, D.B., Jiban, P., Nurul, I., dan Abdullah Z. 2019. Influence of Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup> Ions in Tuning The Optical Band Gap of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles

- Synthesized by TSP Method: Surface Morphology, Structural, and Optical Studies. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 89: 223-233.
- Huang, J., Li, L., Zhang, K., dan Yin, B. 2007. Study of the Preparation Technology and Properties of BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> Ceramics. *Materials Sains Forum*, 561-565: 499-502.
- Ilyas, R. 2016. Manusia Sebagai Khalifah dalam Perspektif Islam. *Mawa'izh*, 1(7): 169-195.
- Ke, X., Cao, J., Zheng, M., Chen, Y., Liu, J., dan Ji, G. 2007. Molten Salt Synthesis of Single-Crystal Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanorods. *Materials Letters*, 61: 3901-3903.
- Kennedy, B.J., Kubota, Y., Hunter, B.A., Ismunandar., dan Kato, K. 2003. Structural Phase Transition in the Layered Bismuth Oxide BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>. *Soid State Communications*, 126: 653-658.
- Kimura, T. 2011. Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders. Advances in Ceramics-Synthesis and Characterization, Processing and Specific Application. ISBN 978-953-307-505-1.
- Lei, S., Cheng, D., Gao, X., Fei, L., Lu, w., Zhou, J., Xiao, Y., Cheng, B., Wang, Y., dan Huang, H. 2016. A New Low-Temperature Solution Route to Aurivillius Type Layered Oxyfluoride Perovskite Bi<sub>2</sub>MO<sub>5</sub>F (*M*= Nb, Ta) as Photocatalysts. *Applied Catalysis B: Environmental*, PII S0926-3373(16)30960-2.
- Li, W.T., Huang, W.Z., Zhou, H., Yin, H.Y., dan Zheng, Y.F. 2015. Synthesis and Photoactivity Enhancement of Ba Doped Bi<sub>2</sub>WO<sub>6</sub> Photocatalyst. *Materials Research Bulletin*, 64: 432-437.
- Liu, X., Xu, L., Huang, Y., Qin, C., Qin, L., dan Seo, H.J. 2017. Improved Photochemical Properties of Aurivillius Bi<sub>5</sub>Ti<sub>3</sub>FeO<sub>15</sub> with Partial Substitution of Ti<sup>4+</sup> with Fe<sup>3+</sup>. *Ceramics International*. PII S0272-8842(17)31318-4.
- Liu, Y., dan Quanmin, G. 2016. Enhanced Photocatalyst Activity of Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> nanosheets by Fe<sup>3+</sup> Doping and the Addition of Au Nanoparticles: Photodegradation of Phenol and Bisphenol A. *Applied Catalysis B: Environmental*, 200: 72-82.
- Muid, F.A. 2010. Pemerintahan dalam Perspektif al-Qur'an. *Jurnal al-Ulum*, 10(2): 41-58.
- Mustakim. 2017. Pendidikan Lingkungan Hidup dan Implementasinya dalam Pendidikan Islam (Analisis Surat al-A'raf Ayat 56-58 Tafsif al-Misbah Karya M. Quraish Shihab). *Journal of Islamic Education*, 2(1): 2-27.

- Nurhayati, A., Ummah, Z.I., dan Shobron, S. Kerusakan Lingkungan dalam al-Qur'an. *Suhuf*, 30(2): 194-220.
- Porob, D.G., dan Maggard, P.A. 2006. Synthesis of Textured Bi<sub>5</sub>Ti<sub>3</sub>FeO<sub>15</sub> and LaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>FeO<sub>15</sub> Ferroelectric Layered Aurivillius Phase by Molten-Salt Flux Method. *Materials Research Bulletina*, 41: 1513-1519.
- Qi, W., Yaqiong, W., Jiyue, W., Zimeng, H., Chenglong, J., dan Hangtao, Z. 2019. Relaxor Ferroelectric and Photocatalyst Properties of BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>. *Advances in Apllied Ceramics*, 118(7): 418-424.
- Rodriguez, R., Correcher, V., Ros J.M.G., Plaza, J.I., dan Guinea, J.G. 2021. Cathodoluminescence, SEM, and XRD Analysis of CaF<sub>2</sub> an Tm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Pellets for Radiation Dosimetry Applications. *Radiation Physic and Chemistry*, 188: 1-8.
- Ruzgar, S., dan Pehlivanoglu, S.A. 2020. The Effect of Fe Dopant on Structural, Optical Properties of TiO<sub>2</sub> Thin Films and Electrical Performance of TiO<sub>2</sub> Based Photodiode. *Superlattices and Microstrucuture*, PII: S0749-6036(20)30758-8.
- Sada, H.J. Alam Semesta dalam Perspektif al-Qur'an dan Hadits. *Al-Tadzkiyyah: Jurnal Pendidikan Islam*, 7: 102-119.
- Sawaludin dan Sainah. 2018. Air dalam Perspektif al-Qur'an dan Sains. *Jurnal Tarbiyah: Jurnal Ilmiah Kependidikan*, 7(2): 109-122.
- Wang, C., Feng, C., Gao, Y., Ma, X., Wu, Q., dan Wang, Z. Preparation of a Graphene-Based Magnetic Nanocomposite for The Removal of an Organic Dye from Aqueous Solution. *Chemical Engineering Journal*, 173: 92-97.
- Wu, L., Bi, J., Li, Z., Wang, X., dan Fu, X. 2008. Rapid Preparation of Bi<sub>2</sub>WO<sub>6</sub> Photocatalyst with Nanosheet Morphology Via Microwave-Assisted Solvothermal Synthesis. *Catalysis Today*, 131: 15-20.
- Xie, D., dan Pan, w. 2003. Study on BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> Nanoscaled Powders Preoared by Sol-Gel Method. *Materials Letters*, 57: 2970-2974.
- Xu, Y., Hu, K., Shi, M., Qiu, G., Si, Z., dan Men, E. 2021. Effect of Concentration of Nd<sup>3+</sup> on the Photoluminescence and Ferroelectric Properties of Bi<sub>4-x</sub>Nd<sub>x</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> Films. *Research Square*, DOI: doi.org/10.21203/rs.3.rs-214347/v1.
- Yang, L., Du, C., Tan, S., Zhang, Z., Song, J., Su, Y., Zhang, Y., Wang, S., Yu, G., Chen, H., Zhou, L., dan Chen J. 2020. Improved Photocatalyst Properties of Fe(III) Ion Doped Bi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> for the Oxidation of Organic Pollutants. *Ceramics International*. PII S0272-8842(20)33219-3.

- Yoon, K.H., Cho, Y.S., dan Kang, D.H. 1998. Molten Salt Synthesis of Lead-Based Relaxors. *Journal of Materials Science*, 33: 2977-2984.
- Zhang, K., Gao, F., Xu, J., Fu, M., Wang, L., Zhang, Q., dan Ruan, Y. 2017. Synthesis of Ba<sub>0.6</sub>Sr<sub>0.4</sub>TiO<sub>3</sub> Platelet Crystals Based on Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> Precursor by Topochemical Microcrystal Conversion. *Journal of Alloy and Compounds*. PII S0925-8388(17)32685-3.
- Zhu, Q., Li, M., Jin, Y., Mei, Z., Gao, J., Huo, J., dan Wang, Q. 2021. Equivalent Cation Substitution-Triggered Highly Efficient Mn<sup>4+</sup> Red Emission in Double-Perovskite Type (Ba, Sr)<sub>2</sub>(Gd, La, Y, Lu)(Nb, Sb)O<sub>6</sub>:Mn<sup>4+</sup> Solid Solution Phosphors and Photophysical Studies. *Chemical Engineering Journal*, 424 (130571): 1-10.

### **LAMPIRAN**

# Lampiran 1. Diagram Alir

# 1. Preparasi Bahan

 $BaCO_3,\,Bi_2O_3,\,TiO_2,\,Fe_2O_3$ 

- Dihomogenkan menggunakan mortar agate selama satu jam
- Ditambahkan aseton

Hasil

# 2. Sintesis BBT menggunakan Metode Lelehan Garam

Sampel dan garam Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan perbandingan mol 1:7

- Dihomogenkan menggunakan mortar agate selama satu jam
- Dipanaskan dengan suhu 850 dan 870°C selama 6 jam
- Dikeluarkan dari tanur
- Diletakkan di atas kertas saring dalam corong
- Dicuci menggunakan air panas berulang kali
- Dikeringkan sampai kering
- Digerus menggunakan mortar agate

Hasil

### 3. Karakterisasi dan Analisis BBT menggunakan Instrumen XRD

# Sampel

- Diletakkan dalam sample holder
- Dianalisa pada rentang  $2\theta$  (°)= 20-80
- Dilakukan *refinement* dengan metode Le-Bail menggunakan perangkat lunak *Rietica*

Hasil

## 4. Karakterisasi dan Analisis BBT menggunakan Instrumen SEM-EDS

## Sampel

- Diletakkan dalam sample holder
- Dikarakterisasi menggunakan perbesaran 15.000 dan 20.000 kali

Hasil

### 5. Karakterisasi dan Analisis BBT menggunakan Instrumen UV-Vis DRS

### Sampel

- Diletakkan dalam sample holder
- Diukur menggunakan persentase reflektansi pada rentang panjang gelombang 200-800 nm
- Dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk

Hasil

### Lampiran 2. Perhitungan

Penelitian yang dilakukan akan mensintesis BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (*x*= 0, 05; 0,1; 0,15; dan 0,2) menggunakan lelehan garam campuran Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan perbandingan mol prekursor yang digunakan BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub>:Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> adalah 1:7 untuk menghasilkan produk target sebesar 2,5 gram. Sehingga diperlukan perkursor berdasarkan perhitungan berikut:

### Diketahui:

Mr BaCO<sub>3</sub> = 197,3494 g/molMr TiO<sub>2</sub> = 79,8988 g/molMr Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 465,8142 g/mol= 159,6922 g/mol Mr Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Mr K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 174,2656 g/molMr Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 142,0412 g/molAr Ba = 137,34 g/mol= 47,90 g/molAr Ti Ar Bi = 208,980 g/molAr Fe = 55,847 g/molAr O = 15,9994 g/mol

### 1. BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x = 0.05)

$$\begin{split} BaCO_3 + 2Bi_2O_3 + 3,95TiO_2 + 0,025Fe_2O_3 &\rightarrow BaBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05}O_{15} + CO_2 \\ n \ BaBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05}Fe_{15} &= \frac{massa_BaBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05O_{15}}}{Mr \ BaBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05O_{15}}} \\ &= \frac{3 \ gram}{1405,2484^g/_{mol}} \\ &= 0,002134854 \ mol \end{split}$$

Massa BaCO<sub>3</sub> = Mr x 
$$n$$
 BaCO<sub>3</sub> = 197,3494 g/mol x 0,00213485 mol = 0,4213 gram

Massa 
$$Bi_2O_3$$
 = Mr x  $n Bi_2O_3$   
= 465,8142 g/mol x 0,004268 mol = 1,9888 gram

Massa  $TiO_2$  = Mr x n  $TiO_2$ 

= 79,8988 g/mol x 0,008429 mol = 0,6737 gram

Massa  $Fe_2O_3$  =  $Mr \times n Fe_2O_3$ 

= 159,6922 g/mol x 0,002134 = 0,0085 gram

Massa  $K_2SO_4$  = 7 x n BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>Fe<sub>15</sub> x Mr  $K_2SO_4$ 

 $= 7 \times 0.002134854 \text{ g/mol} \times 174,2656 \text{ g/mol} = 2,6042 \text{ gram}$ 

Massa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> =  $7 \times n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{Fe}_{15} \times \text{Mr Na}_2\text{SO}_4$ 

 $= 7 \times 0,002134854 \text{ g/mol} \times 142,0412 \text{ g/mol} = 2,1220 \text{ gram}$ 

### 2. BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x=0,1)

 $BaCO_3 + 2Bi_2O_3 + 3,90TiO_2 + 0,05Fe_2O_3 \rightarrow BaBi_4Ti_{3,90}Fe_{0,1}O_{15} + CO_2$ 

 $n \text{ BaBi}_{4}\text{Ti}_{3,90}\text{Fe}_{0,1}\text{Fe}_{15} = \frac{\text{massa}_{BaBi}_{4}\text{Ti}_{3,90}\text{Fe}_{0,10}_{15}}{\text{Mr BaBi}_{4}\text{Ti}_{3,90}\text{Fe}_{0,10}_{15}}$ 

 $= \frac{3 \text{ gram}}{1405,6457^{\text{g}}/_{\text{mol}}}$ 

= 0,00213425 mol

Massa BaCO<sub>3</sub> =  $Mr \times n BaCO_3$ 

= 197,3494 g/mol x 0,00213425 mol = 0,4211 gram

Massa  $Bi_2O_3 = Mr \times n Bi_2O_3$ 

= 465,8142 g/mol x 0,0042685 mol = 1,9883 gram

Massa  $TiO_2$  = Mr x n  $TiO_2$ 

= 79,8988 g/mol x 0,008323575 mol = 0,6650 gram

Massa  $Fe_2O_3$  =  $Mr \times n Fe_2O_3$ 

= 159,6922 g/mol x 0,000106712 mol = 0,0170 gram

Massa  $K_2SO_4$  = 7 x n BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,90</sub>Fe<sub>0,1</sub>Fe<sub>15</sub> x Mr  $K_2SO_4$ 

 $= 7 \times 0,00213425 \text{ mol } \times 174,2656 \text{ g/mol} = 2,6034 \text{ gram}$ 

Massa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> =  $7 \times n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_{3,90}\text{Fe}_{0,1}\text{Fe}_{15} \times \text{Mr Na}_2\text{SO}_4$ =  $7 \times 0,00213425 \text{ mol } \times 142,0412 \text{ g/mol} = 2,1220 \text{ gram}$ 

### 3. BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x = 0.15)

$$\begin{split} BaCO_3 + 2Bi_2O_3 + 3,85TiO_2 + 0,075Fe_2O_3 &\rightarrow BaBi_4Ti_{3,80}Fe_{0,15}O_{15} + CO_2 \\ n \ BaBi_4Ti_{3,85}Fe_{0,15}Fe_{15} &= \frac{\text{massa}_BaBi_4Ti_{3,85}Fe_{0,15O_{15}}}{\text{Mr } BaBi_4Ti_{3,85}Fe_{0,15O_{15}}} \\ &= \frac{3 \text{ gram}}{1406,0431^g/_{mol}} \\ &= 0.002133647 \text{ mol} \end{split}$$

Massa BaCO<sub>3</sub> =  $Mr \times n \text{ BaCO}_3$ =  $197,3494 \text{ g/mol} \times 0,002133647 \text{ mol} = 0,4210 \text{ gram}$ 

Massa  $Bi_2O_3$  = Mr x  $n Bi_2O_3$ = 465,8142 g/mol x 0,004267294 mol = 1,9877 gram

Massa  $TiO_2$  = Mr x  $n TiO_2$ = 79,8988 g/mol x 0,0082145409 mol = 0,6563 gram

Massa  $Fe_2O_3$  = Mr x n  $Fe_2O_3$  = 159,6922 g/mol x 0,000160023 mol = 0,0255 gram

Massa  $K_2SO_4$  = 7 x n BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,85</sub>Fe<sub>0,15</sub>Fe<sub>15</sub> x Mr  $K_2SO_4$  = 7 x 0,002133647 mol x 174,2656 g/mol = 2,6027 gram

Massa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> =  $7 \times n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_{3,85}\text{Fe}_{0,15}\text{Fe}_{15} \times \text{Mr Na}_2\text{SO}_4$ =  $7 \times 0,002133647 \text{ mol } \times 142,0412 \text{ g/mol} = 2,1214 \text{ gram}$ 

## 4. BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>4-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>15</sub> (x = 0,2)

 $BaCO_3 + 2Bi_2O_3 + 3,80TiO_2 + 0,1Fe_2O_3 \rightarrow BaBi_4Ti_{3,80}Fe_{0,2}O_{15} + CO_2$ 

$$n \text{ BaBi}_{4}\text{Ti}_{3,80}\text{Fe}_{0,2}\text{Fe}_{15} = \frac{\text{massa}_{BaBi}_{4}\text{Ti}_{3,80}\text{Fe}_{0,2O_{15}}}{\text{Mr BaBi}_{4}\text{Ti}_{3,80}\text{Fe}_{0,2O_{15}}}$$
$$= \frac{3 \text{ gram}}{1406,4404^{\text{g}}/\text{mol}}$$
$$= 0,002133045 \text{ mol}$$

Massa BaCO<sub>3</sub> =  $Mr \times n \text{ BaCO}_3$ =  $197,3494 \text{ g/mol} \times 0,002133045 \text{ mol} = 0,4209 \text{ gram}$ 

Massa  $Bi_2O_3$  = Mr x n  $Bi_2O_3$  = 465,8142 g/mol x 0,00426609 mol = 1,9872 gram

Massa  $TiO_2$  = Mr x  $n TiO_2$ = 79,8988 g/mol x 0,008105571 mol = 0,6476 gram

Massa  $Fe_2O_3$  = Mr x n  $Fe_2O_3$  = 159,6922 g/mol x 0,000213304 mol = 0,0340 gram

Massa  $K_2SO_4$  = 7 x n BaBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>Fe<sub>15</sub> x Mr  $K_2SO_4$  = 7 x 0,002133045 mol x 174,2656 g/mol = 2,6020 gram

Massa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> =  $7 \times n \text{ BaBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{Fe}_{15} \times \text{Mr Na}_2\text{SO}_4$ =  $7 \times 0,002133045 \text{ mol } \times 142,0412 \text{ g/mol} = 2,1208 \text{ gram}$