

**SINTESIS MATERIAL FOTOKATALIS  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  MENGGUNAKAN  
METODE LELEHAN GARAM DENGAN VARIASI GARAM**

**SKRIPSI**

**Oleh:**

**MAULIDA QURROTA 'AYUN**

**NIM. 17630090**



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

**SINTESIS MATERIAL FOTOKATALIS  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  MENGGUNAKAN  
METODE LELEHAN GARAM DENGAN VARIASI GARAM**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MAULIDA QURROTA 'AYUN  
NIM. 17630090**

**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 MATERIAL FOTOKATALIS  $PbBi_4Ti_4O_{15}$  MENGGUNAKAN  
METODE LELEHAN GARAM DENGAN VARIASI GARAM**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**MAULIDA QURROTA 'AYUN**  
NIM. 17630090

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 06 Juni 2022

**Pembimbing I**



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

**Pembimbing II**



**Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si**  
NIP. 19831226 201903 2 2008

Mengetahui,  
Ketua Program Studi



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

**SINTESIS MATERIAL FOTOKATALIS  $PbBi_4Ti_4O_{15}$  MENGGUNAKAN  
METODE LELEHAN GARAM DENGAN VARIASI GARAM**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**Maulida Qurrota 'Ayun**  
**NIM. 17630090**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan untuk Memperoleh Gelar  
Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 6 Juni 2022**

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

(.....)

**Anggota Penguji I : Vina Nurul Istighfarini, M.Si**  
**LB. 63025**

(.....)

**Anggota Penguji II : Dr. Anton Prasetyo, M.Si**  
**NIP. 19770925 200604 1 003**

(.....)

**Anggota Penguji III : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si**  
**NIP. 19831226 201903 2 2008**

(.....)

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



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

## PERNYATAAN ORISINALITAS PENULISAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini:

Nama : Maulida Qurrota 'Ayun

NIM : 17630090

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis Material Fotokatalis  $PbBi_4Ti_4O_{15}$  Menggunakan Metode Lelehan Garam Dengan Variasi Garam

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

Malang, 6 Juni 2022

Yang membuat pernyataan,



Maulida Qurrota 'Ayun  
NIM. 17630090

## **HALAMAN PERSEMBAHAN**

Skripsi ini saya persembahkan untuk :

Diri saya sendiri,

Terimakasih telah menyelesaikan tugas akhir dari proses kuliah. Selama proses belajar sambil bekerja kurang lebih selama 5 tahun semoga dapat menjadi bekal untuk proses selanjutnya dari perkuliahan ini, Semoga tetap selalu sabar, ikhlas, istiqomah dan senantiasa menjadi pribadi yang lebih baik dalam segala hal. Semoga ilmu yang didapat selama ini menjadi barokah, manfaat di dunia maupun di akhirat nanti.

Keluarga Terkhusus Kedua Orang Tua,

Orang tua yaitu Bapak Kairul Mu'anam dan Ibu Muthmainah yang telah memberi dukungan dan pelajaran hidup untuk menghadapi segala permasalahan dengan sabar dan telah merawat serta mendidik saya menjadi pribadi yang lebih baik. Tidak lupa untuk kakak adik saya yaitu Anisa, Rizki, Rizal, Rafi dan Nauval yang selalu memberikan dukungan moril sebagai motivasi dalam menyelesaikan tugas akhir semoga Allah membalas semuanya dengan sebaik-baiknya balasan.

### **Motto**

*“Everything happens for a reason”*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur atas kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dengan judul **“Sintesis Material Fotokatalis  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Menggunakan Metode Lelehan Garam Dengan Variasi Garam”**. Shalawat serta salam tetap tercurahkan kepada junjungan Nabi Agung Muhammad SAW yang telah menerangi dunia dengan cahaya iman dan Islam. Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada pihak-pihak yang membantu proses penelitian ini. Ucapan terima kasih ini, penulis sampaikan kepada:

1. Keluarga tercinta terkhusus orang tua, Bapak Kairul Mu'anam dan Ibu Muthmainah yang telah banyak memberikan dukungan baik materi maupun moril, perhatian, kasih sayang, nasihat, doa yang tak mungkin terbalaskan.
2. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku pembimbing utama dalam penelitian ini yang selalu sabar memberikan arahan, motivasi, dan nasehat kepada penulis.
3. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku dosen pembimbing agama yang dengan sabar memberikan dorongan semangat serta bimbingan dengan penuh keikhlasan.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku penguji utama yang telah memberikan masukan, evaluasi, semangat, dan saran kepada penulis.
5. Ibu Vina Nurul Istighfarini, M.Si selaku penguji kedua yang telah sabar melatih argumentasi, teori, pengetahuan dan kemampuan penulis agar dapat menjadi lulusan dengan berkemampuan ilmu dan bermanfaat.
6. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Prodi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

7. Prof. Dr. H. M Zainudin, MA selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
8. Secara umum kepada seluruh dosen Prodi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengamalkan ilmu pengetahuan sebagai bekal bagi penulis.
9. Teman-teman Jurusan Kimia UIN Malang angkatan 2017, kelompok belajar bersama kelas C (Kara, Mita, Ita, Aisyah, Sofi, Aini dan Faris) dan semua anggota “Abah Anton Squad 2017” yang telah berjuang bersama dalam penelitian.

Semoga amal baik semua pihak yang telah membantu penulis mendapatkan imbalan pahala yang berlipat ganda dari Allah SWT. Amin. Penulis menyadari dalam penyusunan naskah ini masih jauh dari sempurna. Penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi perbaikan dari naskah ini, sehingga nantinya penelitian ini bisa memberikan manfaat.

Malang, 25 Mei 2022

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS PENULISAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xiii</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xiv</b>
رسالة جامعية .....	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1. 1 Latar Belakang .....	1
1. 2 Rumusan Masalah .....	5
1. 3 Tujuan Penelitian .....	5
1. 4 Batasan Masalah.....	6
1. 5 Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>6</b>
2.1 Material Fotokatalis .....	6
2.2 Senyawa Aurivillius .....	8
2.3 Senyawa Aurivillius sebagai Material Fotokatalis.....	10
2.4 Senyawa Aurivillius $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ .....	13
2.5 Sintesis Metode Lelehan Garam .....	15
2.6 Sintesis Senyawa PBT menggunakan Metode Lelehan Garam .....	17
2.7 Menjaga Kelestarian Alam dalam Perspektif Islam.....	21
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	<b>22</b>

3.1 Waktu dan Tempat .....	22
3.2 Alat dan Bahan .....	22
3.3 Rancangan Penelitian .....	22
3.4 Prosedur Kerja.....	23
3.5 Analisis Data .....	24
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>26</b>
4.1 Sintesis PBT menggunakan Lelehan Garam.....	26
4.2 Karakterisasi dan Analisis PBT menggunakan XRD .....	27
4.3 <i>Refinement</i> Data XRD .....	28
4.4 Karakterisasi dan Analisis PBT menggunakan SEM .....	28
4.5 Karakterisasi dan Analisis PBT Menggunakan UV-VIS DRS.....	31
4.6 Sintesis Fotokatalis PBT dalam Perspektif Islam .....	32
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>38</b>
5.1 Kesimpulan .....	38
5.2 Saran .....	38
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>39</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>42</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir .....	42
Lampiran 2 Perhitungan.....	44

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Prinsip fotokatalis .....	7
Gambar 2.2	Spektrum penyerapan RhB dan fotodegradasi RhB.....	8
Gambar 2.3	Struktur oksida Aurivillius $n = 4$ $ABi_4Ti_4O_{15}$ .....	9
Gambar 2.4	Mikrograf SEM-EDX fotokatalis $Bi_5Ti_{3-x}Fe_{1+x}O_{15}$ .....	10
Gambar 2.5	Difraktogram SBT .....	11
Gambar 2.6	Spektrum UV-Vis DRS SBT .....	11
Gambar 2.7	Plot Tauc SBT .....	11
Gambar 2.8	<i>Fitting</i> linear aktivitas fotodegradasi RhB oleh SBT .....	12
Gambar 2.9	(a) Spektrum serapan UV-Vis serbuk BBT-Ag (b) Plot Tauc .....	12
Gambar 2.10	Skema mekanisme konversi mikrokristal PBT .....	13
Gambar 2.11	Tahapan metode lelehan garam .....	15
Gambar 2.12	Morfologi partikel $Pb_2Bi_4Ti_5O_{18}$ .....	16
Gambar 2.13	Difraktogram $Pb_2Bi_4Ti_5O_{18}$ .....	17
Gambar 2.14	Difraktogram PBT menggunakan $TiO_2$ yang berbeda .....	18
Gambar 2.15	Mikrograf SEM material PBT menggunakan $TiO_2$ .....	19
Gambar 2.16	Difraktogram hasil sintesis senyawa Aurivillius PBT .....	19

## DAFTAR TABEL

Tabel_3.1	Komposisi prekursor dan garam untuk senyawa PBT.....	24
-----------	--	----

## ABSTRAK

‘Ayun, M.Q. 2022. **Sintesis Material Fotokatalis  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Menggunakan Metode Lelehan Garam Dengan Variasi Garam**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Pembimbing II: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

---

**Kata kunci:** fotokatalis, KCl, metode lelehan garam, NaCl,  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ,

Material fotokatalis  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  merupakan salah satu golongan dari senyawa Aurivillius lapis empat yang memiliki sifat ferroelektrik. Material ferroelektrik dilaporkan mempunyai aktivitas fotokatalis yang bagus karena mempunyai laju rekombinan *electron-hole* yang rendah. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis material fotokatalis  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  menggunakan metode lelehan garam dengan variasi garam. Garam yang digunakan dalam metode lelehan garam adalah garam NaCl, KCl dan garam campuran NaCl-KCl. Suhu yang digunakan untuk kalsinasi sebesar 810, dan 825°C dengan waktu pemanasan 6 jam. Hasil sintesis terbaik dimiliki oleh senyawa PBT dengan garam KCl. Karakterisasi senyawa dilakukan menggunakan *X-ray diffraction* (XRD), *scanning electron microscopy* (SEM), dan *ultraviolet-visible diffuse reflectance* (UV-Vis DRS). Hasil karakterisasi XRD menunjukkan senyawa memiliki kecocokan dengan standar ICSD No. 96609 dengan kristalinitas yang tinggi dan stabil. Senyawa PBT memiliki sistem Kristal orthorombik dengan grup ruang  $A2_1am$ . Selanjutnya hasil karakterisasi SEM menunjukkan sampel memiliki morfologi khas senyawa Aurivillius *plate-like*, dengan ukuran partikel kecil sekitar 1 $\mu\text{m}$  dan seragam tanpa adanya aglomerasi. Hasil karakterisasi UV-Vis DRS menunjukkan senyawa PBT memiliki energi celah pita sempit sekitar 2 eV, sehingga menunjukkan bahwa senyawa dapat digunakan sebagai material fotokatalis.

## ABSTRACT

'Ayun, M.Q. 2022. **Synthesis of  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Photocatalyst Material Using Melted Salt Method With Various Salt**. Essay. Majoring in Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University, Malang. Advisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Advisor II: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si

---

Keywords: KCl, molten salt method, NaCl,  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ , photocatalyst.

$\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  photocatalyst material is one of the four-layer Aurivillius compound group which has ferroelectric properties. Ferroelectric materials are reported to have good photocatalytic activity due to their low electron-hole recombinant rates. In this research, the synthesis of the molten salt of the photocatalyst  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  was carried out using a variety of salts. The salts used in the salt melt method are NaCl, KCl and mixed NaCl-KCl salts. In addition, calcination temperatures of 810 and 825 °C were used with a heating time of 6 hours. The best synthesis results are PBT compounds with KCl salt. The characterization of compounds was carried out using *X-ray diffraction (XRD)*, *scanning electron microscopy (SEM)*, and *ultraviolet-visible diffuse reflectance (UV-Vis DRS)*. The results of XRD characterization showed that the compounds matched the ICSD No. standard. 96609 with high and stable crystallinity. PBT compounds have an orthorhombic crystal system with the  $A2_1am$  space group. Furthermore, the results of SEM characterization showed that the sample had a typical morphology of Aurivillius compounds such as plates, with a small particle size of about 1  $\mu\text{m}$  and uniform without any agglomeration. The results of the UV-Vis DRS characterization showed that the PBT compound had an energy gap in the narrow band of about 2 eV, indicating that the compound could be used as a photocatalyst.

## رسالة جامعية

أيون، م. ق. 2022. تخليق الملح المذاب  $PbBi_4Ti_4O_{15}$  باستخدام أشكال الملح. مقالات. - تخصص  
كيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الحكومية الإسلامية، مالانج. المستشار الأول:  
د. أنطون فراستيو، الماجستير في العلوم؛ المستشار الثاني: ليليك مفتاح الخيرة، الماجستير في العلوم

---

الكلمات الرئيسية:  $PbBi_4Ti_4O_{15}$ ، محفز ضوئي، طريقة ذوبان الملح، كلوريد الصوديوم، بوكل

مادة الحفاز الضوئي  $PbBi_4Ti_4O_{15}$  هي واحدة من مجموعة مركبات Aurivillius المكونة من أربع طبقات والتي لها خصائص فيرو كهربية. تم الإبلاغ عن أن المواد الفيروكهربائية لها نشاط تحفيزي ضوئي جيد بسبب معدلاتها المنخفضة المؤتلفة من ثقب الإلكترون. في هذا البحث تم تصنيع مادة  $PbBi_4Ti_4O_{15}$  المحفز الضوئي باستخدام طريقة ذوبان الملح مع أملاح متنوعة. الأملاح المستخدمة في طريقة ذوبان الملح هي أملاح كلوريد الصوديوم ، بوكلوكلوريد مختلطة أملاح كلوريد الصوديوم - بوكل. درجة الحرارة المستخدمة في التخليق هي 810 و 825 درجة مئوية مع مدة تسخين 6 ساعات. كانت أفضل نتائج التوليف هي مركبات PBT مع ملح KCl. تم إجراء توصيف المركبات باستخدام حيود الأشعة السينية (XRD) والمسح المجهر الإلكتروني (SEM) وانعكاس الانتشار المرئي فوق البنفسجي (UV-Vis DRS). أظهرت نتائج توصيف XRD أن المركبات تطابق معيار رقم ICSD. 96609 بتبلور عالي ومستقر. تحتوي مركبات PBT على نظام بلوري لتقويم العظام مع مجموعة الفضاء  $A2_1 am$ . علاوة على ذلك ، أظهرت نتائج توصيف SEM أن العينة تحتوي على شكل نموذجي لمركبات Aurivillius الشبيهة بالصفائح ، مع حجم جسيم صغير يبلغ حوالي 1 ميكرومتر وموحد دون أي تكتل. أظهرت نتائج توصيف UV-Vis DRS أن مركب PBT له طاقة فجوة نطاق ضيقة تبلغ حوالي 2 فولت ، مما يشير إلى أنه يمكن استخدام المركب كمادة محفز ضوئي.ش



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

$\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (PBT) adalah salah satu anggota senyawa Aurivillius lapis empat. Senyawa Aurivillius memiliki rumus umum  $[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]$ . Kation-A merupakan kation berkoordinasi dioktahedral, sedangkan kation-B adalah kation transisi dengan struktur oktahedral dan  $n$  merupakan bilangan bulat (1, 2, 3..) yang menunjukkan jumlah lapisan oktahedral (Zulhadjri, dkk., 2011). PBT dilaporkan memiliki sifat yang menarik yaitu feroelektrik yang baik, karena memiliki noncentrosymmetric yang menunjukkan respon dielektrik kuat (Tang, dkk., 2015). Tu, dkk., (2019) melaporkan bahwa senyawa feroelektrik Aurivillius menunjukkan sifat fotokatalitik yang kuat, sehingga material ini berpotensi sebagai material fotokatalitik.

Fotokatalis merupakan fotoreaksi yang terjadi ketika energi matahari diubah menjadi energi kimia dengan merangsang transfer elektron semikonduktor fotokatalis, sehingga dapat menguraikan polutan (Long, dkk., 2020). Senyawa Aurivillius yang dilaporkan sebagai material fotokatalis diantaranya seperti  $\text{Bi}_2\text{WO}_6$ ,  $\text{Bi}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ,  $\text{Bi}_{5-x}\text{La}_x\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$  ( $x = 1, 2$ ),  $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ , dan  $\text{Bi}_{6-x}\text{La}_x\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$  (Liu, dkk., 2017). Senyawa Aurivillius lapis empat yang dilaporkan memiliki sifat fotokatalis adalah  $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ . Material  $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$  merupakan Aurivillius lapis empat yang mengalami substitusi  $\text{Ti}^{4+}$  dengan  $\text{Fe}^{3+}$  yang berkemampuan dalam mendegradasi Rhodamin Biru (RhB) di bawah iradiasi sinar UV. Saat penyinaran muncul spektrum serapan pada ( $\lambda_{max} = 550 \text{ nm}$ ) yang semakin melemah atau hancur menjadi molekul kecil seiring dengan bertambahnya

waktu penyinaran. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa ini dapat dijadikan material fotokatalitik yang dapat mendegradasi polutan.

Senyawa Aurivillius lapis empat lainnya yang dilaporkan memiliki sifat fotokatalis adalah  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (SBT) yang memiliki energi celah pita sebesar 3,0 eV dan mempunyai kemampuan fotokatalitik dalam mereduksi  $\text{CO}_2$  yang kuat dengan tingkat produksi  $\text{CH}_4$  sebesar  $19,8 \mu\text{mol h}^{-1} \text{g}^{-1}$  dan efisiensi kuantum (QE) tinggi (1,33% pada 365 nm) (Tu, dkk., 2019). Qi, dkk., (2019) melaporkan bahwa  $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (BBT) merupakan material fotokatalis dengan energi celah pita 3,2 eV dan mampu mendegradasi 15% RhB di bawah radiasi sinar UV-Vis selama 3,5 jam. Senyawa PBT sampai saat ini masih belum ada yang melaporkan terkait dengan sifat fotokatalisnya, sehingga dalam penelitian ini dikaji potensi fotokatalis dari senyawa PBT.

Morfologi partikel dilaporkan berpengaruh kepada aktivitas fotokatalis. Yin, dkk. (2018) melaporkan bahwa pada material dengan luas permukaan yang besar mempengaruhi aktivitas fotokatalitik karena dapat meningkatkan situs reaktif dan juga memperpendek laju rekombinan. Berbeda dengan penelitian yang dilakukan Adhikari, dkk. (2018) pada penelitiannya morfologi yang dapat meningkatkan aktivitas katalitik adalah material berstruktur *nanorods* hal ini karena pengaruh absorbs yang tinggi sehingga terjadi degradasi yang cepat terhadap polutan. Faktor lain yang dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik yaitu dengan meningkatkan kristalinitas (Samsudin, dkk., 2019).

Sintesis senyawa PBT dengan metode lelehan garam telah dilaporkan beberapa pihak. Li, dkk. (2020) telah berhasil membuat mikro-platelet PBT menggunakan metode lelehan garam KCl dan dikalsinasi pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Morfologi yang

diperoleh berupa *microplatelet*. Wibowo (2019) melaporkan dalam penelitiannya dengan menggunakan metode lelehan garam NaCl-KCl (rasio 1:1) pada material PBT berhasil dilakukan menggunakan suhu kalsinasi 900°C selama 5 jam. Penggunaan garam campuran dalam metode lelehan garam diketahui memiliki titik leleh eutektik yang rendah sebesar 650°C (Su, Y. & Wang, Y., 2016). Penelitian lain dilaporkan Zulhadjri, dkk. (2009) pada sintesis senyawa Aurivillius  $Pb_{1-x}Bi_{4+x}Ti_{4-x}Mn_xO_{15}$  ( $0 \leq x \leq 0,6$ ) berhasil dilakukan menggunakan campuran garam  $Na_2SO_4/K_2SO_4$  dalam lelehan garam menghasilkan struktur ortorombik dengan grup ruang  $A2_1am$ .

Penelitian Zulhadjri (2011) menunjukkan penggunaan metode padatan dalam sintesis senyawa Aurivillius dapat menghasilkan homogenitas campuran yang rendah dan difusi ionik lambat. Selain itu penggunaan suhu yang tinggi pada metode padatan dapat merusak atau menimbulkan cacat pada lapisan  $Bi_2O_2$ . Penggunaan metode lain pada material Aurivillius dilakukan oleh Liu, dkk. (2017) dengan menggunakan metode sol-gel. Hasil sintesis menunjukkan material nanopartikel seperti piring. Langkah sintesis yang dilakukan kurang efisien seperti penggunaan larutan PVA sebagai pengatur viskositas, selanjutnya penggunaan film prekursor, dan menggunakan suhu sintering 850°C untuk mengeringkan film prekursor.

Metode lelehan garam merupakan suatu media berasal dari lelehan garam dengan titik leleh rendah yang digunakan untuk pembuatan oksida kompleks powder dengan menambahkan garam pada reaktan kemudian dipanaskan diatas titik leleh garam (Rahaman, 2003). Dalam lelehan garam partikel serbuk dibentuk dengan mereaksikan garam dan senyawa, selanjutnya terjadi pertumbuhan partikel membentuk struktur kristal, sehingga laju pertumbuhan partikel diperlukan untuk menghasilkan partikel serbuk yang sesuai. Hasil tersebut dapat menunjukkan beberapa faktor yang

mempengaruhi morfologi pembentukan partikel serbuk menggunakan metode ini seperti jenis garam yang digunakan, suhu dan waktu yang dibutuhkan selama reaksi berlangsung serta karakteristik serbuk reaktan. Menurut Inova, dkk. (2016) metode lelehan garam memiliki beberapa kelebihan seperti dapat meningkatkan laju reaksi, menggunakan suhu yang rendah, meningkatkan homogenitas, dapat dilakukan kontrol morfologi partikel, menghindari aglomerasi, selain itu juga fleksibel dan ramah lingkungan.

Sintesis senyawa Aurivillius lapis lima PBT dengan metode lelehan garam yang menggunakan jenis garam berbeda dilaporkan telah menghasilkan morfologi yang berbeda. Hailili, dkk., (2017) melaporkan dalam sintesis  $Pb_2Bi_4Ti_4O_{18}$  menggunakan lelehan garam yang berbeda seperti  $NaCl-NaH_2PO_4$  menghasilkan morfologi berupa *nanosphere*  $Pb_2Bi_4Ti_4O_{18}$ , berbeda dengan lelehan garam  $NaCl-KCl$  menghasilkan morfologi nanopartikel  $Pb_2Bi_4Ti_4O_{18}$ , selanjutnya juga menggunakan  $NaCl-Na_2SO_4$  yang menunjukkan morfologi berupa *rectangular*. Hal ini menunjukkan bahwa penggunaan jenis garam yang berbeda dapat menghasilkan morfologi partikel yang berbeda.

Karakteristik dan manfaat dari senyawa PBT yang terdiri dari beberapa prekursor seperti  $PbO$ ,  $Bi_2O_3$ ,  $TiO_2$  sebagai material fotokatalis merupakan bukti kekuasaan dari Allah SWT. hal ini dijelaskan dalam QS. an-Nahl (16) 13:

وَمَا ذَرَأَ لَكُمْ فِي الْأَرْضِ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَذَكَّرُونَ

Artinya: “Dan Dia (menundukkan pula) apa yang Dia ciptakan untuk kamu di bumi ini dengan berlain-lainan macamnya. Sesungguhnya pada yang demikian itu

*benar-benar terdapat tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang mengambil pelajaran”.*

Dari ayat tersebut Allah telah menyediakan berbagai macam benda yang diturunkan ke bumi dengan berbagai bentuk, struktur, dan ukuran untuk dimanfaatkan manusia. Sesungguhnya semua itu adalah bukti jelas kekuasaan Allah dan banyak kaum yang merenungkan hal ini (Shihab, M. Quraish, 2002). Dalam hal ini peneliti menggunakan bahan-bahan seperti PbO, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, garam NaCl, dan KCl dengan struktur, ukuran dan bentuk yang berbeda dimanfaatkan sebagai objek kajian sesuai dengan ayat tersebut untuk memanfaatkan berbagai macam benda di bumi.

Berdasarkan uraian tersebut maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis material fotokatalis PBT menggunakan metode lelehan garam dengan jenis garam yang berbeda. Hasil sintesis akan dikarakterisasi untuk mengetahui data struktur kristal dengan menggunakan *X-ray diffraction* (XRD), mengetahui morfologi hasil sintesis dengan menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM), dan untuk mengetahui energi celah pita menggunakan *ultraviolet-visible diffuse reflectance* (UV-Vis DRS).

## **1.2 Rumusan Masalah**

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah bagaimanakah struktur, morfologi, dan energi celah pita senyawa PBT hasil sintesis dengan menggunakan metode lelehan garam yang menggunakan variasi jenis garam?

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini agar mahasiswa mengetahui karakteristik senyawa PBT sebagai material fotokatalis ditunjukkan dengan hasil karakterisasi seperti struktur,

morfologi, dan energi celah pita senyawa hasil sintesis dengan menggunakan metode lelehan garam yang divariasi jenis garamnya.

#### **1.4 Batasan Masalah**

Garam yang digunakan dalam penelitian ini adalah NaCl, KCl, dan NaCl/KCl.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk mengetahui senyawa PBT memiliki karakteristik sebagai material fotokatalis dan memberikan gambaran dari pengaruh jenis garam yang berbeda pada metode lelehan garam.

## **BAB II**

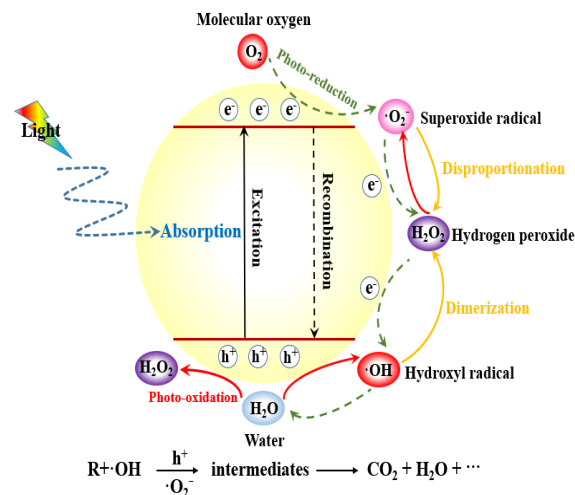
### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Material Fotokatalis**

Fotokatalis merupakan fotoreaksi dan material katalis yang diubah menjadi energi kimia untuk merusak atau menguraikan polutan dengan merangsang transfer elektron pada fotokatalis semikonduktor (Long, dkk., 2020). Pada penelitian (Mukti, dkk., 2013) fotokatalis merupakan terjadinya reaksi pada suatu materi dengan materi lainnya dengan bantuan energi dari penyinaran cahaya UV dan katalis padat. Dimulai dari Fujishima dan Honda (1972) yang menggunakan fotokatalis untuk pemisahan air menggunakan material TiO<sub>2</sub> (rutile) penelitian terkait fotokatalis terus dikembangkan karena kemampuannya dalam menguraikan kontaminan, dengan biaya murah dan efisiensi tinggi (Li, 2016).

Dalam prosesnya fotokatalitik umumnya mencakup tiga langkah yaitu pembangkitan muatan, pemisahan, dan konsumsi (Long, dkk., 2020). Saat fotokatalis berlangsung menggunakan cahaya pasangan *electron-hole* pada pita valensi (VB) akan dipisahkan kemudian mengalami eksitasi ke pita konduksi (CB), hal ini menyebabkan terbentuknya *hole* ion hidrogen pada pita valensi (VB) yang menghambat laju rekombinan, Ini akan mengurangi efisiensi dari fotokatalitik sehingga menjadi kelemahan dari fotokatalitik. Kejadian ini memberi waktu yang cukup untuk transfer pemisahan menuju area fotokatalis dan mengalami reaksi redoks. Prinsip fotokatalitik ditampilkan pada Gambar 2.1.

Material semikonduktor merupakan material yang memiliki konduktivitas antara material berbahan konduktor dan isolator. Fotokatalis semikonduktor yang sangat efisien harus memenuhi beberapa persyaratan seperti (i) mampu menyerap energi cahaya tampak, (ii) pemisahan yang efisien pembawa muatan foto dan migrasi, (iii) resistensi pembawa *fotocarge* rendah dan (iv) kimiawi dan fotokimia stabil (Samsudin, dkk., 2019). Selain itu fotokatalis semikonduktor akan berperan pada reaksi reduksi dan oksidasi tergantung dengan senyawa yang akan direduksi dan dioksidasi (Kennedy, dkk., 2008).

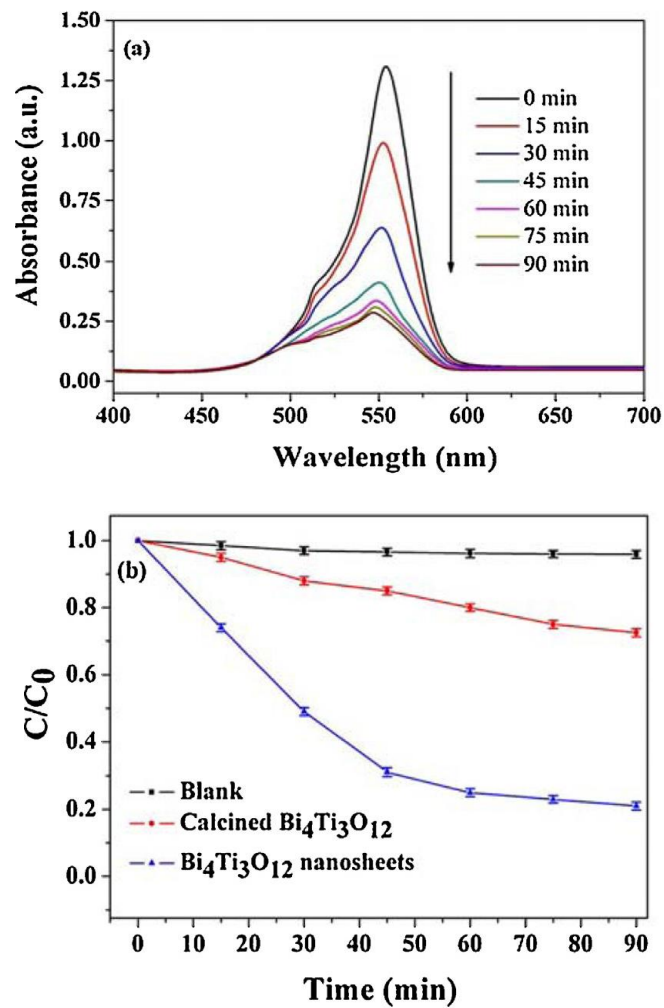


Gambar 2.1 Prinsip fotokatalitik (Long, dkk., 2020)

Chen, dkk. (2016) berhasil meneliti *nanosheet*  $Bi_4Ti_3O_{12}$  kristal tunggal yang berbentuk persegi panjang dengan luas permukaan yang tinggi. Hal ini juga menunjukkan situs permukaan yang lebih aktif dan lebih efisien dalam mendelokalisasi transfer elektron dan secara efektif menekan tingkat rekombinasi pasangan  $e^-/h^+$  yang difotogenerasi. Gambar 2.2 menunjukkan waktu spektrum penyerapan dari RhB terhadap material  $Bi_4Ti_3O_{12}$ , semakin lama waktu penyinaran konsentrasi RhB



menurun. Selain itu juga dipaparkan efisiensi fotodegradasi RhB pada Gambar 2.2 sebesar 79,2% selama 90 menit penyinaran di bawah sinar matahari. Pernyataan di atas menunjukkan potensi dikembangkannya fotokatalis  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  karena memiliki kinerja fotokatalitik yang tinggi.



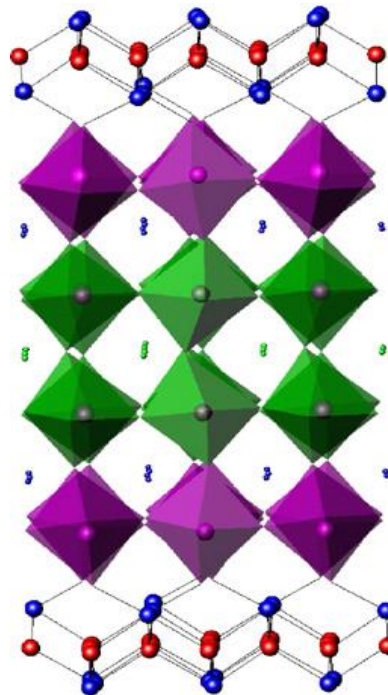
Gambar 2.2 Spektrum penyerapan RhB dan fotodegradasi RhB menggunakan  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  (Chen, dkk., 2016)

## 2.2 Senyawa Aurivillius

Senyawa Aurivillius dengan rumus  $[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n-1}]$  merupakan salah satu oksida padatan yang digunakan sebagai prekursor, terdiri dari lapisan bismuth  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$  dan lapisan perovskite  $(\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1})^2$ . Kation-A merupakan kation yang lebih besar dari

kation  $B$  seperti  $Ba^{2+}/Sr^{2+}/Pb^{2+}$ , dan  $Bi^{3+}$ . Sedangkan kation- $B$  memiliki ion yang lebih kecil seperti  $Ti^{4+}$  (Poterala, dkk., 2011). Struktur Senyawa Aurivillius lapis empat ditampilkan pada Gambar 2.3.

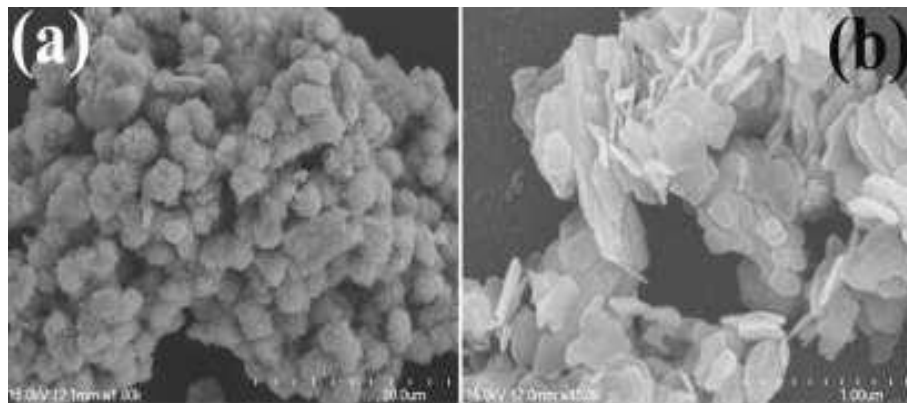
Salah satu keunggulan dari senyawa Aurivillius memiliki kemampuan polarisasi elektrik atau biasa disebut feroelektrik semikonduktor. Pada penelitian Tu, dkk. (2019) dilaporkan senyawa Aurivillius SBT memiliki polarisasi spontan yang menunjukkan adanya aktivitas  $CO_2$  fotokatalitik yang tinggi. Selanjutnya ditunjukkan kemampuan fotokatalitiknya dengan mereduksi  $CO_2$  yang kuat untuk produksi  $CH_4$  dan  $CO$ . spektrum *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS) yang hampir tidak berubah setelah fotoreaksi mencerminkan stabilitas fotokimia yang tinggi dari SBT.



Gambar 2.3 Struktur oksida Aurivillius  $n = 4$   $ABi_4Ti_4O_{15}$  ( $A = Ca, Sr, Ba$  dan  $Pb$ ) (Kennedy, dkk., 2008)

### 2.3 Senyawa Aurivillius sebagai Material Fotokatalis

Senyawa Aurivillius yang diselidiki sifat fotokatalitiknya antara lain adalah  $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ . Dalam penelitian (Liu, dkk., 2017) senyawa  $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$  yang merupakan senyawa Aurivillius lapis empat yang memiliki struktur transisi, magnetoelektrik dan memiliki polarisasi spontan. Aplikasi fotokatalitik senyawa ini dilakukan terhadap RhB, asetaldehid dan degradasi *isopropyl alcohol*. Pada pola XRD yang ditunjukkan pada Gambar 2.4 memiliki fase ortorombik senyawa Aurivillius lapis empat dan tidak memiliki puncak pengotor. Selain itu, memiliki rekombinasi *hole* dan elektron yang sangat lemah sehingga meningkatkan efisiensi degradasi fotokatalitik.



Gambar 2.4 Mikrograf SEM-EDX fotokatalis  $\text{Bi}_5\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_{1+x}\text{O}_{15}$  (Liu, dkk., 2017)

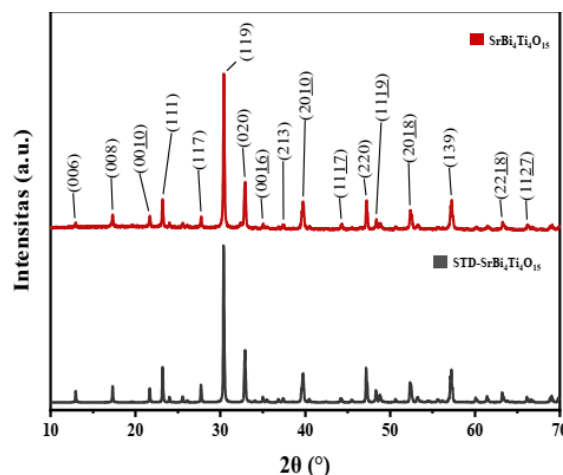
Dalam penelitian Liu, dkk. (2017) morfologi khas fotokatalis  $\text{Bi}_5\text{Ti}_{3-x}\text{Fe}_{1+x}\text{O}_{15}$  yang ditunjukkan dengan hasil SEM-EDX pada Gambar 2.4 (a) memiliki susunan partikel seperti sarang lebah, selanjutnya Gambar 2.4 (b) menunjukkan perbesaran dari Gambar 2.4 (a) terlihat kristal yang menyerupai pelat yang memiliki permukaan halus dengan perkiraan panjang 50-350 nm dan tebal 1-5 nm.

Penelitian lain yang dilakukan Haikal & Prasetyo (2021) melaporkan senyawa Aurivillius yang memiliki sifat fotokatalitik adalah SBT. Senyawa ini merupakan senyawa Aurivillius lapis empat yang berhasil disintesis dengan metode lelehan garam

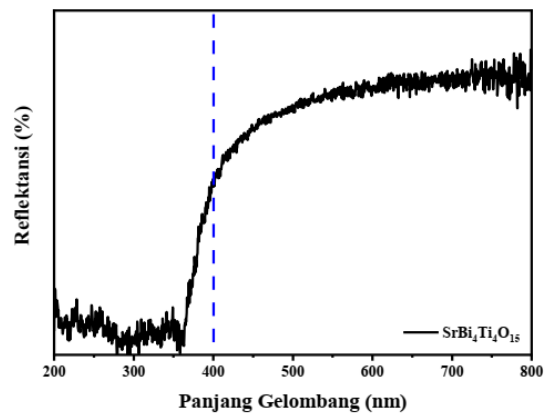
campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ . Karakterisasi yang dilakukan menggunakan teknik XRD menunjukkan bahwa difraktogram yang diperoleh sesuai dengan standar yang bergrup ruang  $A2_1am$  dan ditunjukkan pada Gambar 2.4. Hasil karakterisasi UV-VIS DRS ditunjukkan pada Gambar 2.5 dan 2.6 yang menunjukkan bahwa senyawa SBT dapat bekerja di daerah sinar tampak dengan panjang gelombang sekitar 400 nm dengan energi celah pita yang ditunjukkan Gambar 2.7 adalah 3,02 eV. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan Chen, dkk. (2012) yang memiliki energi celah pita secara teoritis sebesar 3,00 eV.

Selanjutnya pada penelitian ini senyawa fotokatalitik Aurivillius SBT diaplikasikan dalam mendegradasi larutan RhB, yaitu merupakan salah satu zat warna yang digunakan sebagian besar industri (Chen, dkk., 2021). Senyawa fotokatalitik

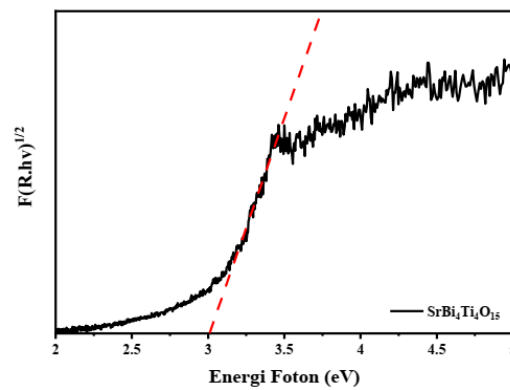
Aurivillius SBT dalam penelitian Haikal dan Prasetyo (2021) yang ditunjukkan pada Gambar 2.8 mampu mendegradasi RhB dengan baik pada menit ke 120 dengan degradasi sebanyak 41,10 %, hal menunjukkan kinerja fotokatalitik dalam mendegradasi RhB semakin meningkat seiring dengan bertambahnya waktu.



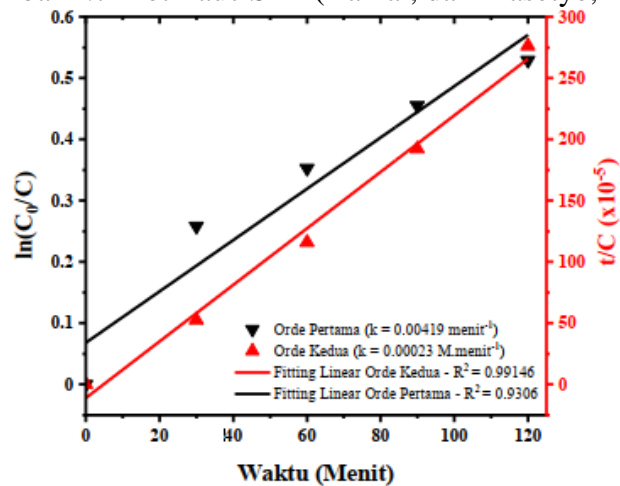
Gambar 2.5 Difraktogram SBT (Haikal, dan Prasetyo, 2021)



Gambar 2.6 Spektrum UV-Vis DRS SBT (Haikal, dan Prasetyo, 2021)



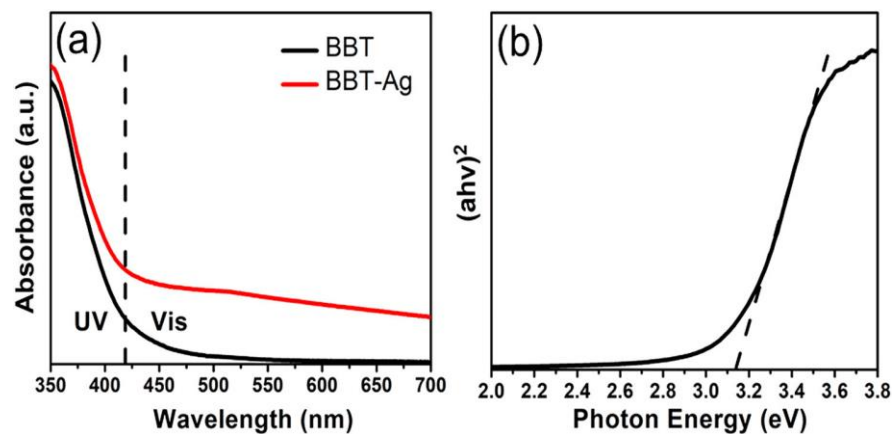
Gambar 2.7 Plot Tauc SBT (Haikal, dan Prasetyo, 2021)



Gambar 2.8 *Fitting* linear aktivitas fotodegradasi RhB oleh SBT (Haikal, dan Prasetyo, 2021)

Penelitian lain yang dilakukan Qi, dkk. (2019) terhadap senyawa Aurivillius fase BBT yang ditambahkan logam mulia berupa Ag untuk mengoptimalkan

karakteristik dari fotokatalis yang efektif. Senyawa BBT melalui hasil spektrum UV-Vis pada Gambar 2.9 (a) menunjukkan penambahan Ag pada permukaan senyawa meningkatkan penyerapan fotokatalis pada daerah sinar tampak. Selain itu ditunjukkan plot Tauc serbuk BBT pada Gambar 2.9 (b) yang menghasilkan energi celah pita 3,2 eV. Hal ini sesuai dengan penelitian serupa yang melaporkan energi celah pita sebesar ~3,3 eV untuk material  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ , BBT dan  $\text{BaTiO}_3$ , kesesuaian tersebut disebabkan adanya  $\text{TiO}_6$  Oktahedral.



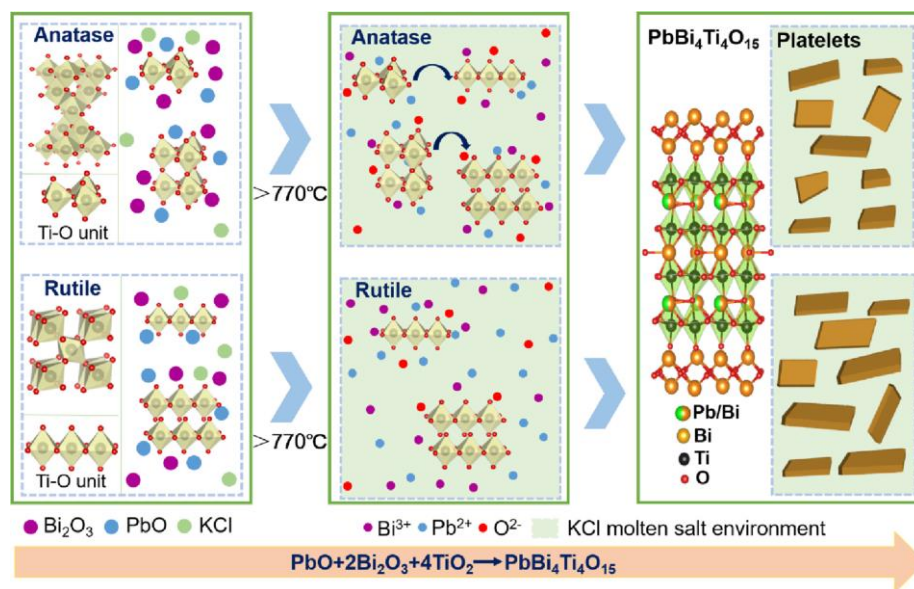
Gambar 2.9 (a) Spektrum serapan UV-Vis serbuk BBT-Ag (b) Plot Tauc turunan BBT (Qi, dkk., 2019)

#### 2.4 Senyawa Aurivillius $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$

PBT merupakan salah satu semikonduktor berlapis perovskite dengan kandungan timbal yang dapat dimanfaatkan sebagai material fotokatalis dalam pemisahan air dan degradasi pewarna di bawah iridiasi cahaya tampak (Hailili, dkk., 2017). Adanya lapisan perovskite menunjukkan bahwa material tersebut dapat dimanfaatkan sebagai bahan feroelektrik karena memiliki kation transisi  $\text{Ti}^{4+}$  yang dilaporkan dapat meningkatkan degradasi fotokatalitik fenol dan metilen blue di bawah sinar UV dibandingkan  $\text{TiO}_2$  (Dimitrijevic, 2008). Beberapa oksida logam memiliki

sifat semikonduktor yang dapat mendegradasi polutan organik dengan bantuan cahaya tampak, oksida tersebut seperti  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{ZnO}$ , dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (Ashok, dkk., 2011).

Penggunaan timbal (Pb) pada material PBT memiliki beberapa alasan. Hailili, dkk. (2017) menggunakan timbal karena dapat digunakan dalam penghapusan NO pada reaksi padat-gas, sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalis. Selanjutnya, Pb dan Bi memiliki kesamaan pasangan inert konfigurasi elektron elektron bebas  $6s^2$  yang aktif secara stereokimia  $\text{Pb}^{2+}$  dan  $\text{Bi}^{3+}$  dari kation di situs A yang bermanfaat untuk pemisahan muatan fotogenerasi yang efektif dan sifat feroelektrik yang tinggi.



Gambar 2.10 Skema mekanisme konversi mikrokristal PBT menggunakan bentuk kristal  $\text{TiO}_2$  yang berbeda (Li, dkk., 2020)

Gambar 2.10 menunjukkan komposisi dari PBT dan morfologi struktur mikro menggunakan  $\text{TiO}_2$  anatase dan rutile. Dapat dilihat dari Gambar 2.10 tersebut PBT dengan fase  $\text{TiO}_2$  rutile menghasilkan ukuran partikel lebih besar dan struktur anisotropic yang baik dengan diameter rata-rata  $\sim 3,53$  dan  $\sim 7,74$   $\mu\text{m}$  dan ketebalan  $\sim 0,23$  dan  $\sim 0,29$   $\mu\text{m}$  dan juga aspek rasio  $\sim 27$ .

Wibowo, dkk. (2019) melaporkan karakterisasi struktur senyawa Aurivillius PBT dan  $\text{PbBi}_3\text{NdTi}_4\text{O}_{15}$  menggunakan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl. Hasil karakterisasi menggunakan XRD kemudian dilakukan *refinement* untuk memperoleh kemurnian sampel hasil sintesis dan parameter selnya, menunjukkan grup ruang  $A2_1am$  dengan simetri ortorombik. Kennedy, dkk. (2008) melaporkan struktur dari senyawa Aurivillius  $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $A = \text{Ca, Sr, Ba, Pb}$ ) melalui data difraksi senyawa feroelektrik ini memiliki struktur ortorombik dengan grup ruang  $A2_1am$ . Struktur ortorombik disebabkan oleh adanya rotasi yang terjadi di  $\text{TiO}_6$ , disebabkan oleh ukuran situs A yang kurang optimal dan adanya perpindahan Ti menuju lapisan  $\text{Bi}_2\text{O}_2$ .

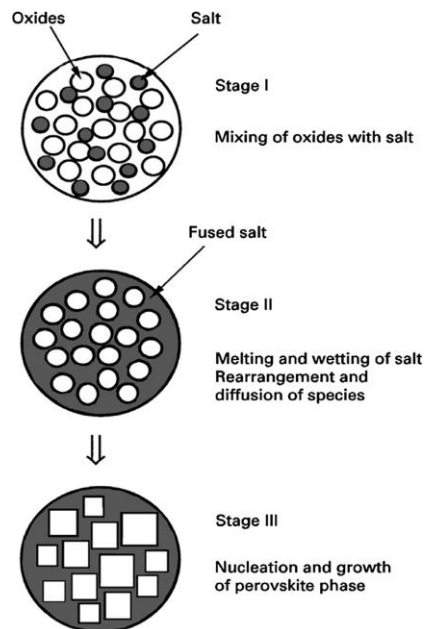
## 2.5 Sintesis Metode Lelehan Garam

Metode lelehan garam merupakan metode metalurgi konvensional yang telah mengalami modifikasi dalam sintesis serbuk keramik dengan memanfaatkan lelehan garam sebagai media. Garam dengan titik leleh rendah dicampurkan dengan reaktan kemudian dipanaskan dengan suhu di atas titik leleh garam dan waktu yang sesuai untuk mendapatkan ukuran yang seragam. Kemudian campuran tersebut didinginkan lalu dicuci dengan pelarut biasanya air untuk menghilangkan garam dan hanya tersisa produk (Ivanova, dkk., 2016). Berikut pada Gambar 2.11 merupakan tahapan yang terjadi pada metode lelehan garam.

Metode lelehan garam digunakan dalam pembuatan kristal mikro anisotropik karena merupakan teknologi sederhana yang relatif murah dan mudah diperoleh (Li, dkk., 2020). Menurut Ivanova, dkk. (2016) peran dari lelehan garam ini antara lain (1) Dapat meningkatkan laju reaksi dan menurunkan suhu, (2) meningkatkan homogenitas,



(3) kontrol morfologi partikel, (4) menghindari aglomerasi. Menurut Zulhadjri (2011) fase Aurivillius dengan homogenitas tinggi dan mobilitas ionik yang tinggi dalam fase cair lebih mudah didapatkan menggunakan metode lelehan garam.

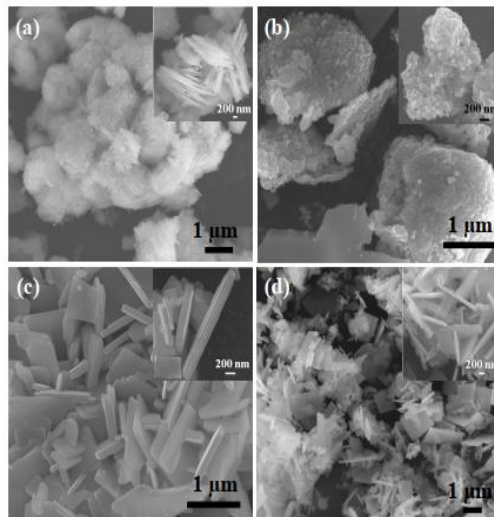


Gambar 2.11 Tahapan metode lelehan garam (Xue, dkk., 2018)

Selain itu metode ini juga fleksibel dan ramah lingkungan, dalam penggunaannya metode lelehan garam dapat meningkatkan laju reaksi dan mengurangi suhu reaksi oksida suatu reaktan biasanya pada suhu sedang ( $600\text{--}800^{\circ}\text{C}$ ) dengan waktu kurang dari satu jam (Xue, dkk., 2018). Penggunaan lelehan garam juga dilakukan Li, dkk. (2010) dalam mensintesis material  $\text{SrTiO}_3$  menggunakan garam  $\text{NaCl/KCl}$  pada suhu kalsinasi  $700^{\circ}\text{C}$  selama 10 jam. Lelehan garam eutektik terbukti, dapat mempercepat kinetika dan memfasilitasi pembentukan  $\text{SrTiO}_3$ . Suhu eutektik tersebut didapatkan melalui diagram fasa, yang menunjukkan suhu yang menurun karena adanya kombinasi dua komponen, yang termasuk sistem paduan biner (Nindha, 2017).

Pemilihan garam pada metode lelehan garam berdasarkan penelitian Li, dkk., (2012) adalah (i) suhu pelelehan garam yang diberikan harus benar-benar rendah dibandingkan dengan suhu pembentukan fase utama; (ii) kelarutan garam harus cukup agar mudah dihilangkan dengan pencucian sederhana; (iii) tidak boleh ada reaksi yang tidak diinginkan antara garam dan oksida penyusun. Penggunaan garam yang berbeda dalam metode lelehan garam telah dilakukan oleh Huang, dkk., (2011) menghasilkan morfologi partikel produk yang berbeda. Garam klorida menghasilkan morfologi *plate-like* dengan ukuran sebesar  $4,07 \mu\text{m}$ , sedangkan pada penggunaan garam sulfat menghasilkan partikel berbentuk *plate-like* dengan ukuran sebesar  $3,98 \mu\text{m}$ . Hal itu disebabkan oleh perbedaan ukuran anion garam, kelarutan oksida penyusun di dalam media garam, dan laju transportasi massa senyawa pada masing masing media garam tersebut (Huang, dkk., 2011).

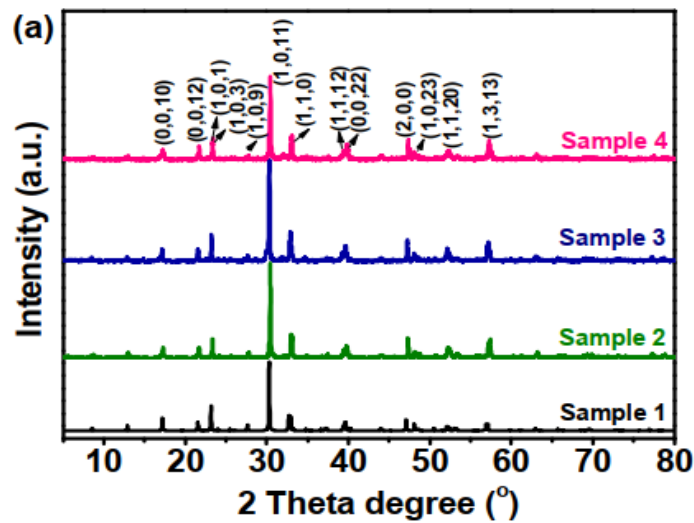
## 2.6 Sintesis Senyawa PBT menggunakan Metode Lelehan Garam



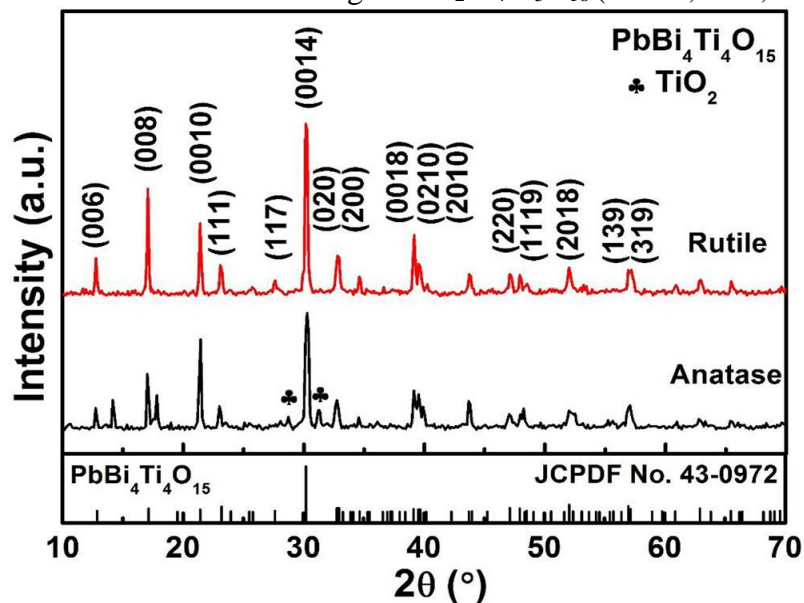
Gambar 2.12 Morfologi partikel  $\text{Pb}_2\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$  (Hailili, dkk., 2017)

Beberapa material PBT banyak disintesis menggunakan metode lelehan garam salah satunya adalah penelitian yang dilakukan (Hailili, dkk., 2017) pada material  $\text{Pb}_2\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$ . Dalam penelitiannya dilakukan kontrol morfologi pada material PBT menggunakan variasi jenis garam pada metode lelehan garam. Morfologi *nanospherical* ditunjukkan oleh Gambar 2.12 (a) yang diperoleh dari lelehan garam  $\text{NaCl-NaH}_2\text{PO}_4$  dan terdapat perbesaran gambar menunjukkan morfologi nanoplate. Gambar 2.12 (b) menunjukkan sampel yang diperoleh dalam lelehan  $\text{NaCl-KCl}$  menunjukkan morfologi nanopartikel yang seragam dan kecil dengan rentang ukuran 20-40 nm. Gambar 2.12 (c) diperoleh dalam lelehan garam  $\text{NaCl-Na}_2\text{SO}_4$ , dan menunjukkan morfologi berbentuk persegi panjang (*rectangular*). Gambar 2.12 (d) menunjukkan morfologi *nanosheet* tipis yang diperoleh dalam lelehan garam  $\text{KCl-Na}_2\text{SO}_4$ .

Li, dkk. (2020) juga melaporkan hasil penelitiannya terkait pembuatan mikrokristal platelet PBT menggunakan  $\text{TiO}_2$  yang berbeda dengan metode lelehan garam tunggal berupa  $\text{KCl}$ . Hasil XRD ditunjukkan Gambar 2.14 (a) senyawa PBT dengan  $\text{TiO}_2$  rutil dan  $\text{TiO}_2$  anatase, keduanya menunjukkan fase Aurivillius yang sesuai dengan struktur ortorombik. Selanjutnya dari difraktogram tersebut PBT dengan  $\text{TiO}_2$  fase rutil memiliki kristalinitas baik dengan intensitas tinggi. Selain itu hasil SEM pada Gambar 2.15 (b) fase rutil memiliki ukuran partikel lebih besar dan jelas dengan morfologi *plate-like*.



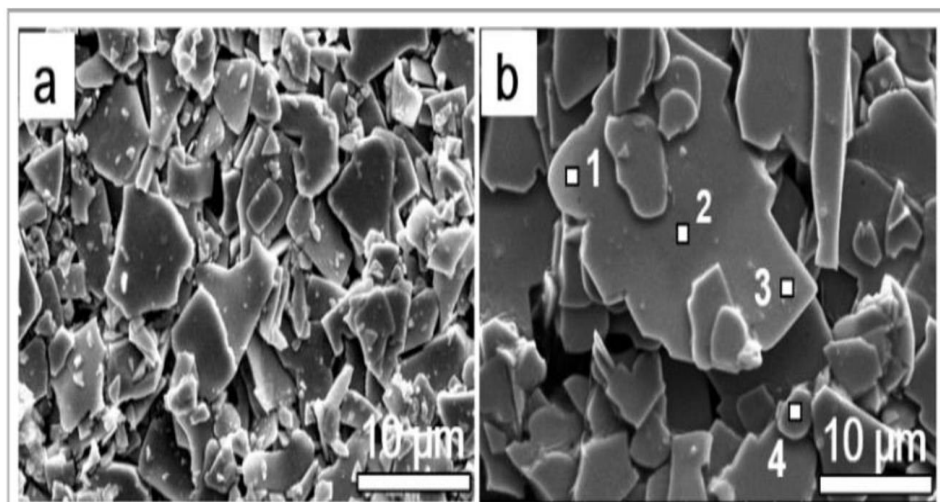
Gambar 2.13 Difraktogram  $\text{Pb}_2\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$  (Hailili, dkk., 2017)



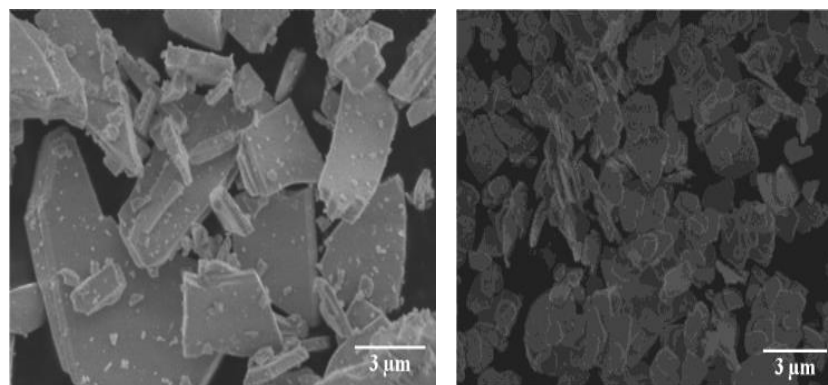
Gambar 2.14 Difraktogram PBT menggunakan prekursor  $\text{TiO}_2$  yang berbeda (Li, dkk., 2020)

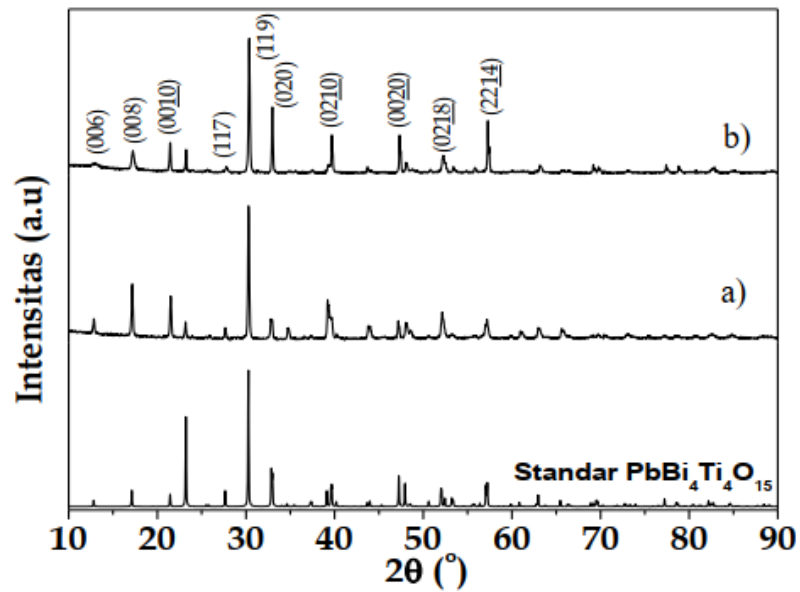
Wibowo, dkk. (2019) melaporkan hasil XRD karakterisasi senyawa Aurivillius PBT dan  $\text{PbBi}_3\text{NdTi}_4\text{O}_{15}$  menggunakan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl yang dibandingkan dengan senyawa standar PBT menghasilkan pola difraksi yang sesuai dengan standar, ditunjukkan dengan adanya puncak intensitas yang tinggi. Adanya doping  $\text{Nd}^{3+}$  mempengaruhi bentuk struktur dan nilai volum unit sel, karena

memiliki jari-jari atom lebih kecil dari  $\text{Bi}^{3+}$  dengan nilai bilangan koordinasi yang sama yaitu 8. Selanjutnya ditunjukkan morfologi senyawa  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  melalui karakterisasi SEM pada Gambar 2.16 menghasilkan morfologi khas senyawa Aurivillius berupa lempengan (*plate-like*). Selain itu diperoleh ukuran partikel  $2.950 \mu\text{m}$  pada senyawa PBT dan pada senyawa  $\text{PbBi}_3\text{NdTi}_4\text{O}_{15}$  memiliki ukuran partikel lebih kecil yaitu  $1,256 \mu\text{m}$ .



Gambar 2.15 Mikrograf SEM material PBT menggunakan  $\text{TiO}_2$  yang berbeda (Li, dkk., 2020)





Gambar 2.16 Difraktogram hasil sintesis senyawa Aurivillius PBT dan morfologi permukaan senyawa Aurivillius PBT, dan  $\text{PbBi}_3\text{NdTi}_4\text{O}_{15}$  menggunakan SEM (Wibowo, 2019)

## 2.7 Menjaga Kelestarian Alam dalam Perspektif Islam

Seluruh alam baik dilangit maupun bumi merupakan ciptaan yang Maha Kuasa.

Manusia adalah satu-satunya makhluk ciptaan Allah SWT yang diberikan akal dan budi pekerti, serta tanggung jawab terhadap alam yang telah diciptakan Allah SWT. Hal ini telah dibuktikan dengan firman Allah pada surah al-Ahzab (33): 72:

إِنَّا عَرَضْنَا الْأَمَانَةَ عَلَى السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَالْجِبَالِ فَأَيُّنَ أَنْ يَحْمِلْنَهَا وَأَشْفَقْنَ مِنْهَا وَحَمَلَهَا الْإِنْسَانُ إِنَّهُ كَانَ ظَلُومًا جَهُولًا

Artinya: “Sesungguhnya kami telah mengemukakan amanat pada langit, bumi, dan gunung-gunung, maka semuanya enggan memikul amanat itu dan mereka khawatir akan mengkhianatinya, dan dipikullah amanat itu oleh manusia. Sesungguhnya manusia amat zalim dan bodoh”.

Ayat tersebut sesuai dengan pasal 6 ayat (1) UU No 23 Tahun 1997 bahwa setiap warga Indonesia memiliki kewajiban dalam memelihara dan melestarikan lingkungan. Kelestarian lingkungan hidup menunjukkan kesejahteraan bangsanya, karena lingkungan merupakan aset yang berharga bila dapat memanfaatkannya dengan baik dan benar. Ayat diatas mengandung kalimat “*Sesungguhnya manusia itu amat zalim*” maksudnya terhadap lingkungan, karena menimbulkan kerusakan di bumi (lagi amat bodoh) karena tidak dapat menjaga dan memanfaatkannya segala yang telah diciptakan Allah SWT.

Alam beserta isinya hendaklah dijaga dan dipelihara kelestariannya. Seperti halnya terhadap air, yang merupakan bagian terbesar dari bumi sebanyak 70%, namun hanya 2,5% saja yang dapat dimanfaatkan oleh manusia, hewan maupun tumbuhan. Begitu pentingnya manfaat air bagi seluruh makhluk hidup, sangat disayangkan sekarang ini banyak terjadi pencemaran air. Pencemaran air terjadi akibat ulah manusia seperti limbah industri yang dibuang sembarangan. Air yang sudah tercemar mengalir terus hingga ke kanal dan sungai, sehingga kehidupan air berdampak buruk karena jumlah oksigen dalam air yang berkurang. Allah telah memberikan amanat kepada manusia untuk menjaga dan melestarikan alam sekitar. Sudah sepatutnya kita juga menjaga air agar tidak tercemar, hala ini sesuai dengan firman Allah pada surah ar-Rum ayat (30) 41 yang berbunyi:

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

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

Material Fotokatalis PBT dapat dimanfaatkan untuk menangani masalah tersebut dengan pengolahan limbah sebelum dibuang ke alam. Pengolahan limbah ini dilakukan dengan cara mendegradasi berbagai refraktori senyawa organik. Pemanfaatan material semikonduktor ini dibantu oleh cahaya matahari yang akan terjadi penyerapan sehingga terjadi pengeluaran elektron dari pita valensi (VB) menuju ke pita konduksi (CB) hal ini yang disebut dengan energi celah pita. Pada proses tersebut akan menghasilkan *hole*, sehingga elektron dapat mendegradasi senyawa organik menjadi komponen-komponen yang sederhana dan menghasilkan H<sub>2</sub>O dan CO<sub>2</sub> (Daghrir, dkk., 2013).



## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

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

Penelitian ini dilakukan pada bulan November-Desember 2021 di Laboratorium Kimia Fisika Progam Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

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

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan antara lain PbO (Merck 99,99% serbuk), Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Himedia 99,99% serbuk), TiO<sub>2</sub> (*rutile*) (Aldrich 99,98% serbuk), NaCl (Merck 99% serbuk), KCl (Merck 99% serbuk), AgNO<sub>3</sub>, aseton, dan akuades.

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Rancangan penelitian ini sebagai berikut:

##### **a. Tahapan sintesis**

Sintesis lelehan garam material fotokatalis PBT menggunakan variasi garam berupa NaCl, KCl, dan NaCl/KCl dengan rasio 1:1 untuk garam campuran. Sedangkan rasio

senyawa oksida dan masing-masing garam 1:7. Sintesis dilakukan dengan mencampurkan prekursor dan garam secara stoikiometrik dengan cara digerus dan ditambahkan aseton. Campuran yang telah terbentuk masing-masing dikalsinasi menggunakan suhu pemanasan awal 810°C, selanjutnya pada pemanasan 825°C masing-masing selama 6 jam. Pendinginan senyawa pada suhu ruang, kemudian penghilangan garam menggunakan akuades panas dan diuji kandungan garam dengan ditetesi larutan AgNO<sub>3</sub> sampai tidak ada kandungan garamnya. Endapan kemudian di oven pada suhu 80°C selama 2 jam.

b. Tahapan karakterisasi

Proses ini mencakup keseluruhan hasil sintesis lelehan garam material fotokatalis PBT menggunakan variasi garam dan instrumen berupa: XRD, SEM, dan UV-Vis DRS.

### **3.4 Prosedur Kerja**

#### **3.4.1 Sintesis PBT menggunakan Lelehan Garam**

Sintesis material fotokatalis PBT dilakukan dengan mencampurkan prekursor dan variasi garam (NaCl, KCl, dan NaCl/KCl) secara stoikiometri seperti ditunjukkan pada Tabel 3.1. Dibutuhkan senyawa target sebanyak 3 gram untuk masing-masing garam yang digunakan. Pencampuran bahan prekursor dengan garam dilakukan dengan perbandingan 1:7, dan untuk garam campuran digunakan perbandingan 1:1 untuk masing-masing garam. Percampuran dilakukan dengan cara digerus menggunakan mortar agate selama ±1 jam dan ditambahkan aseton untuk mempermudah penggerusan. Produk yang telah terbentuk masing-masing variasi garam dikalsinasi menggunakan tanur dengan suhu pemanasan awal 810°C untuk menaikkan titik leleh garam, pemanasan selanjutnya pada suhu 825°C masing-masing pemanasan dilakukan selama 6 jam. Serbuk yang telah terbentuk diletakkan pada corong kaca yang telah diberi kertas saring pada gelas

Erlenmeyer, kemudian dicuci menggunakan akudes panas sampai kandungan garam hilang. filtrat pada gelas erlenmeyer diuji dengan meneteskan larutan  $\text{AgNO}_3$  sampai kandungan garam hilang. Endapan yang telah terbentuk kemudian dikeringkan menggunakan oven bersuhu  $80^\circ\text{C}$  selama 2 jam.

Tabel 3. 1 Komposisi prekursor dan garam untuk sintesis senyawa PBT

Jenis Garam	Massa prekursor dan garam				
	PbO	$\text{Bi}_2\text{O}_3$	$\text{TiO}_2$	NaCl	KCl
NaCl	0,4554 g	1,8936 g	0,6513 g	0,8356 g	0
KCl	0,4554 g	1,8936 g	0,6513 g	0	1,0656 g
NaCl-KCl	0,4554 g	1,8936 g	0,6513 g	0,8356 g	1,0656 g

### 3.4.2 Karakterisasi menggunakan XRD

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan pada suhu kamar menggunakan radiasi  $\text{Cu-K}\alpha$  pada 40 Kv dan 30 mA pada rentang  $2\theta = 10-70^\circ$ .

### 3.4.3 Karakterisasi menggunakan SEM

Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan dengan cara sampel diletakkan pada holder kemudian diukur menggunakan SEM dengan perbesaran 7.000-15.000 kali.

### 3.4.4 Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi menggunakan sampel berupa bubuk yang ditempatkan pada holder, kemudian sampel diukur dengan UV-Vis DRS dengan panjang gelombang 200-800 nm.

## 3.5 Analisis Data

### 3.5.1 Analisis Data XRD

Analisis data XRD ini dilakukan dengan membandingkan hasil karakterisasi sampel menggunakan XRD dengan data standar dari *Inorganic Crystal Structure*

*Database* (ICSD). Selanjutnya data XRD yang diperoleh di *refinement* menggunakan metode Le-Bail dan program Rietica.

### 3.5.2 Analisis Data SEM

Hasil karakterisasi menggunakan SEM dianalisis menggunakan *software image-J* untuk diperoleh hasil berupa morfologi dan ukuran partikel suatu senyawa.

### 3.5.3 Analisis Data UV-Vis DRS

Hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS digunakan untuk mengetahui energi celah pita dari senyawa. Analisis data menggunakan persamaan Kubelka-Munk pada persamaan 3.1.

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

Dengan  $F(R)$  merupakan faktor Kubelka-Munk,  $K$  merupakan koefisien absorpsi molar,  $S$  merupakan koefisien *scattering*, dan  $R$  merupakan nilai reflektan.

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  menggunakan metode lelehan dengan variasi garam berupa NaCl, KCl, dan NaCl/KCl yang dikalsinasi pada suhu 810 dan 825°C masing-masing selama 6 jam. Garam-garam ini dipilih berdasarkan kriteria yang memenuhi untuk metode lelehan garam yaitu tidak bereaksi dengan produk, dapat larut dengan air dan memiliki titik leleh yang rendah (Zhou, dkk., 2007). Karakterisasi yang dilakukan terhadap senyawa PBT menggunakan: XRD untuk mengetahui struktur kristal dan kemurniannya, SEM untuk mengetahui morfologi hasil sintesis, dan UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita dari senyawa.

#### **4.1 Sintesis PBT menggunakan Lelehan Garam**

Sintesis  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  menggunakan reaktan berupa PbO,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{TiO}_2$  serta garam berupa NaCl, KCl, dan NaCl/KCl. Penggerusan menghasilkan sampel berupa pasta dan setelah kalsinasi sampel mengering. Gambar 4.1 yang menunjukkan perbedaan sampel sebelum kalsinasi dan setelah dikalsinasi. Terlihat sampel sebelum dikalsinasi atau setelah penggerusan masih berair karena adanya aseton yang digunakan untuk mempermudah penggerusan. Sedangkan sampel yang telah mengalami perlakuan kalsinasi menggunakan suhu 810 dan 825°C terlihat kering dan menyusut dengan warna yang masih sama kuning keputihan (pucat). Pencucian sampel untuk menghilangkan garam dilakukan selama seminggu dilakukan dengan aquades yang telah dididihkan agar mempermudah pelarutan garam. Kemudian diperiksa kandungan garam dengan meneteskan air hasil pencucian sampel

menggunakan  $\text{AgNO}_3$  dan terbukti air tersebut tidak berubah warna keruh sehingga menunjukkan sampel bebas garam.

#### 4.2 Karakterisasi dan Analisis PBT menggunakan XRD

Hasil karakterisasi menggunakan XRD material PBT ditunjukkan pada Gambar 4.2 berupa difraktogram PBT yang menunjukkan kesesuaian dengan data standard *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) No. 96609. Berdasarkan data yang diperoleh sintesis senyawa PBT berhasil dilakukan dengan memperoleh kristalinitas yang tinggi dan stabil. Hal ini ditunjukkan oleh puncak-puncak khas yang sesuai dengan standar ICSD No. 96609. Puncak-puncak tersebut antara lain pada  $2\theta$  ( $^\circ$ ) = 12; 18,5; 22; 23,3; 28; 30; 33; 38; 40; 48; 48,8; 51,9 dan 57,8.

Penggunaan garam yang berbeda pada sintesis senyawa PBT menunjukkan hasil difraktogram XRD yang berbeda pada Gambar 4.2 sampel yang disintesis menggunakan garam NaCl menunjukkan adanya puncak baru yang ditandai dengan tanda (\*) pada  $2\theta$  ( $^\circ$ ) = 32 yang diduga pengotor. Selanjutnya dilakukan identifikasi menggunakan aplikasi *Xpert highscore* dan menunjukkan puncak dari senyawa  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . Puncak pengotor tersebut berupa prekursor, sehingga dapat mempengaruhi laju difusi reaktan terhadap lelehan garam dan mempengaruhi morfologi. Adanya puncak pengotor berupa prekursor dari senyawa target, mengindikasikan bahwa senyawa PBT belum sepenuhnya terbentuk. Kasus lain juga melaporkan puncak yang melebar dan adanya pengotor atau kontaminasi diperoleh pada sintesis menggunakan garam NaCl, karena prekursor tidak sepenuhnya menjadi kristal (Li, dkk., 2012). Penggunaan suhu sintesis di bawah  $950^\circ\text{C}$  merupakan salah satu faktor belum terbentuknya senyawa murni  $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (A= Sr, Ba, Pb) (Zulhadjri, dkk., 2011).

Zhang, dkk. (2014) mengemukakan bahwa pengotor atau kontaminasi partikel akan berkurang seiring dengan peningkatan suhu dan waktu kalsinasi.

#### 4.3 Refinement Data XRD

Diffraktogram senyawa PBT yang tidak mengandung pengotor (hasil sintesis menggunakan garam KCl dan garam NaCl/KCl), selanjutnya dilakukan *refinement* data untuk mengetahui data kristalografinya menggunakan aplikasi Rietica dengan metode Le Bail. *Refinement* dilakukan dengan data standar  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ICSD No. 96609 dengan sistem kristal orthorombik, dengan grup ruang  $A2_1am$ , dan parameter kisi  $a = 5,4565$ ,  $b = 5,4290$ ,  $c = 41,3224$  (Wibowo, dkk., 2019) dan  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ . Plot hasil *refinement* senyawa PBT menggunakan garam KCl dan NaCl/KCl ditunjukkan pada Gambar 4.3 dan Tabel 4.1 menunjukkan data kristalografi.

Hasil *refinement* keduanya menunjukkan nilai residu profil ( $R_p$ ) dan Residu Profil berbobot ( $R_{wp}$ ) dibawah 15%. Semakin kecil nilainya mengindikasikan tingkat kemiripan yang tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa sintesis senyawa  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  menggunakan variasi garam KCl dan NaCl/KCl memiliki tingkat kemurnian tinggi dengan data standar ICSD No. 96609.

#### 4.4 Karakterisasi dan Analisis PBT menggunakan SEM

Karakterisasi menggunakan instrumen SEM dilakukan untuk menentukan morfologi dan ukuran partikel. Sintesis lelehan garam pada senyawa PBT menggunakan variasi garam yang berbeda yaitu NaCl, KCl dan NaCl/KCl. Mikrograf SEM senyawa PBT ditunjukkan pada Gambar 4.4 merupakan mikrograf dengan perbesaran 20.000 SE. Hasil gambar SEM tersebut kemudian diolah menggunakan

aplikasi *image-J* untuk dilakukan pengukuran partikel dan ditampilkan pada Tabel 4.2. Pengukuran sampel menggunakan *image-J* dilakukan dengan mengukur panjang, lebar dan ketebalan suatu partikel.

Pemilihan garam yang sesuai secara signifikan mempengaruhi kemampuan reaksi untuk menghasilkan morfologi dan karakteristik bubuk yang diinginkan (Naeini, dkk., 2012). Penggunaan garam yang berbeda pada sintesis senyawa PBT menunjukkan hasil morfologi *plate-like* dan ukuran partikel yang berbeda. Metode lelehan garam berhasil dikontrol untuk mendapatkan morfologi *plate-like* khas senyawa Aurivillius dengan distribusi yang seragam tanpa adanya aglomerasi yang jelas dari tiap sampel. Disebutkan kelarutan oksida dan garam sangat penting untuk menentukan laju pertumbuhan, morfologi dan ukuran partikel. Reaktan yang lebih larut akan larut ke dalam garam terlebih dahulu dan kemudian berdifusi ke permukaan reaktan yang kurang larut, di mana ia bereaksi di tempat untuk membentuk fase produk. Dalam hal ini, ukuran dan morfologi butiran yang disintesis sebagian besar akan mirip dengan ukuran reaktan dan morfologi yang dihasilkan oleh reaktan yang kurang larut (mekanisme pembentukan *template*) (Naeini, dkk., 2012).

Hasil pengukuran partikel yang ditunjukkan pada Tabel 4.2 menunjukkan partikel terkecil diperoleh pada senyawa PBT yang disintesis menggunakan garam KCl. Penggunaan garam KCl menghasilkan rata-rata ukuran partikel sebesar 1 $\mu$ m, partikel dengan hasil kecil dipengaruhi oleh kelarutan lelehan garam. Sehingga semakin tinggi tingkat kepolaran suatu garam (pelarut) akan menghasilkan kelarutan suatu oksida yang semakin jenuh dan menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar (Akdogan, dkk., 2006). Disini menunjukkan tingkat kejenuhan pelarutan reaktan paling tinggi pada senyawa PBT yang disintesis menggunakan garam NaCl berarti memiliki ukuran



partikel yang besar dengan laju pertumbuhan yang semakin meningkat. Sintesis dengan garam KCl memiliki kepolaran rendah sehingga memiliki ukuran partikel yang relatif kecil dengan pertumbuhan partikel yang lambat (Ishida, dkk., 2010). Penggunaan garam yang berbeda dapat mempengaruhi morfologi, karena garam bertindak sebagai pelarut dan pemanasan dilakukan di atas titik leleh garam akan menjadi penentu morfologinya (Hailili, dkk., 2017). Akdogan, dkk. (2006) juga menyebutkan hasil sintesis partikel lebih kecil diperoleh dari sintesis menggunakan garam KCl dibandingkan sintesis menggunakan garam NaCl. Hal ini juga disebabkan karena titik leleh yang dimiliki KCl relatif rendah dibandingkan titik leleh NaCl. Selain itu, penggunaan garam campuran NaCl/KCl memiliki hasil partikel dan bentuknya antara hasil penggunaan garam KCl dan NaCl atau bisa disebutkan penengah dari keduanya (Ishida, dkk., 2010).

Partikel yang kecil memiliki banyak situs aktif yang terbuka di permukaannya, situs aktif ini dapat menyerap lebih banyak molekul air, yang direduksi oleh elektron fotoproduksi. Selain itu, partikel kecil dapat memperpendek jarak difusi dari bagian dalam ke permukaan fotokatalis untuk fotoproduksi elektron dan *hole* (Phoon, dkk., 2018). Hal ini sesuai dengan penelitian (Xue, dkk., 2018) bahwa oksida perovskit dengan ukuran kecil dan kristalinitas tinggi sangat diperlukan karena ukuran partikel kecil memberikan panjang difusi yang lebih tinggi dan elektron atau lubang dapat dengan mudah diangkut ke permukaan katalis untuk reaksi. Tingkat kristalinitas yang tinggi juga menghindari terperangkapnya elektron di dalam partikel.

Tren ukuran rata-rata partikel PBT yang diperoleh dari *image-J* sejalan dengan kristalinitas yang ditunjukkan oleh data XRD dengan kristalinitas tinggi dimiliki oleh senyawa PBT yang disintesis menggunakan garam KCl. Penelitian lain menunjukkan hasil yang selaras yaitu dalam lelehan garam jenis klorida memiliki morfologi *plate-like* dengan ukuran partikel yang kecil dibandingkan penggunaan jenis garam lain. Selain itu

morfologi *plate-like* lebih mudah didapatkan dengan metode lelehan garam dan suhu yang rendah ( Li, dkk., 2012).

#### **4.5 Karakterisasi dan Analisis PBT menggunakan UV-VIS DRS**

Spektra UV-Vis DRS hasil sintesis senyawa PBT ditunjukkan pada Gambar 4.5 dan memiliki daerah serapan pada daerah sinar tampak dan sinar ultraviolet dengan panjang gelombang 370-490 nm. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa PBT yang disintesis menggunakan variasi garam NaCl, KCl dan NaCl/KCl dapat bekerja di bawah (<400 nm) ataupun pada daerah sinar tampak (>400 nm). Selanjutnya data reflektansi tersebut diolah untuk menentukan energi celah pita menggunakan persamaan Kubelka-Munk. Hasil berupa plot Tauc akan ditunjukkan pada Gambar 4.5 dan data energi celah pita senyawa PBT dirangkum dalam Tabel 4.3

Spektra UV-Vis DRS pada Gambar 4.5 menunjukkan sintesis senyawa PBT menggunakan garam NaCl memiliki hasil terbaik, ditunjukkan dari grafik reflektansi yang semakin rendah semakin bergeser ke daerah sinar tampak. Selain itu, pada Gambar 4.6 menunjukkan energi celah pita dari keseluruhan sintesis senyawa PBT menggunakan variasi garam memiliki nilai kurang dari 3,0 eV, dengan hasil terkecil diperoleh dari sintesis menggunakan garam NaCl memiliki daerah serapan yang paling baik dengan energi celah pita terkecil sebesar 2,5 eV. Urutan energi celah pita dari yang terkecil adalah sintesis menggunakan garam NaCl < KCl < NaCl/KCl.

Adanya kandungan pengotor pada sintesis senyawa PBT menggunakan garam NaCl mempengaruhi energi celah pita. Senyawa yang tidak murni memiliki energi celah pita lebih dari satu, sehingga berbagai rentang gelombang terserap pada senyawa tersebut dan menyebabkan pergeseran absorbansi (Nurmawati, dkk., 2009). Penggunaan Pb dan Bi menimbulkan adanya hibridisasi baru yang terbentuk pada Pb 6s, Bi 6s dan O 2p yang

mendorong pita valensi ke arah yang sempit atau kecil. Sehingga akan memperluas daerah penyerapan ke wilayah sinar tampak dan fotokatalis senyawa PBT dapat digunakan (Hailili, dkk., 2017).

#### 4.6 Sintesis Fotokatalis PBT dalam Perspektif Islam

Reaksi kimia yang terjadi pada sintesis lelehan garam material fotokatalis PBT menggunakan variasi garam berbeda tidak dapat dilihat secara langsung, tapi hal tersebut dapat dilakukan manusia yang telah dibekali akal pikiran untuk berfikir. Menggunakan variasi garam yang berbeda (NaCl, KCl dan NaCl/KCl) pada sintesis ini dapat menghasilkan karakteristik partikel yang berbeda. Hasil karakterisasi senyawa PBT yang disintesis menggunakan garam KCl, menunjukkan hasil XRD dengan kristalinitas yang tinggi, hasil SEM menunjukkan partikel yang relatif kecil dengan ukuran sekitar 1  $\mu\text{m}$  dengan distribusi yang seragam, dan juga hasil UV-Vis DRS menunjukkan energi celah pita dibawah 3,0 eV.

NaCl dan KCl merupakan senyawa garam yang digunakan sebagai media dalam metode lelehan garam untuk mensintesis senyawa PBT, selain itu garam juga bermanfaat bagi kelangsungan hidup manusia sebagaimana dijelaskan dalam firman Allah dalam surat Al Furqon (25) 53 :

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

Artinya : *“Dan Dialah yang membiarkan dua laut yang mengalir (berdampingan); yang ini tawar lagi segar dan yang lain asin lagi pahit; dan Dia jadikan antara keduanya dinding dan batas yang menghalangi”.*

Allah SWT menciptakan air laut asin sebagai perwujudan adanya kandungan senyawa garam didalamnya. Garam berperan sebagai pengawet ikan-ikan yang mati

dilaut, selain itu juga dapat mengawetkan makanan. Bahkan dalam hadis shahih Nabi SAW pernah bersabda “ *Air laut itu suci dan mensucikan, bangkainya pun halal*”.

Allah SWT menciptakan sesuatu tidak hanya untuk satu manfaat saja, namun dapat dimanfaatkan oleh manusia yang mampu berfikir atas penciptaan-Nya. Sebagai manusia yang berfikir kita tentunya juga harus senantiasa bersyukur atas segala yang telah disediakan di langit maupun bumi yang ditunjukkan oleh firman Allah pada surat Al Ghafir (40): 61 :

إِنَّ اللَّهَ لَذُو فَضْلٍ عَلَى النَّاسِ وَلَكِنَّ أَكْثَرَ النَّاسِ لَا يَشْكُرُونَ

*Artinya: “Sesungguhnya Allah adalah Dzat yang memberikan anugrah pada umat manusia. Hanya saja kebanyakan umat manusia tidak bersyukur (kepada-Nya)”.*

Surat Al Ghafir (40): 61 menegaskan kepada setiap manusia untuk senantiasa bersyukur atas segala sesuatu yang menimpa dan ada pada dirinya. Bentuk rasa syukur bisa dengan berbagai macam. Salah satunya dengan melakukan penelitian sintesis lelehan garam material fotokatalis PBT menggunakan variasi garam ini dapat menambah ilmu dan juga memanfaatkan ilmu pengetahuan yang telah dikaruniakan Allah pada setiap makhluknya. Selain itu dari penelitian ini dapat diaplikasikan untuk menangani kerusakan lingkungan, khususnya lingkungan perairan. Sehingga selain bersyukur dapat berbagi kebahagiaan dengan menyelamatkan ekosistem perairan, sesuai peran kita sebagai khalifah di bumi dan manusia yang *ulul albab*.

## **BAB V PENUTUP**

### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang dilakukan sintesis menggunakan lelehan garam material fotokatalis PBT dengan variasi garam berhasil dilakukan. Senyawa PBT berpotensi sebagai material fotokatalis, dengan karakterisasi senyawa PBT yang disintesis menggunakan garam KCl memiliki hasil terbaik. Senyawa memiliki struktur orthorombik, dengan grup ruang  $A2_1am$  dan hasil karakterisasi XRD menunjukkan adanya kecocokan dengan standar ICSD No. 96609 dengan kristalinitas tinggi. Selanjutnya hasil karakterisasi SEM diperoleh morfologi khas senyawa Aurivillius yaitu *plate-like* dengan ukuran partikel yang relatif kecil sekitar 1  $\mu\text{m}$  pada garam KCl dan distribusi seragam tanpa adanya aglomerasi. Didapatkan hasil karakterisasi UV-Vis DRS berupa energi celah pita yang sempit sekitar 2,0 eV dan menunjukkan bahwa senyawa PBT dapat bekerja di wilayah sinar tampak.

### **5.2 Saran**

- a. Perlu ditingkatkan penggunaan garam dari perbandingan 1:7 dalam penelitian.
- b. Perlu dilakukan uji lanjut untuk uji aktivitas fotokatalitik senyawa  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ .

## DAFTAR PUSTAKA

- Adhikari, S., Sarath Chandra, K., Kim, D. H., Madras, G., & Sarkar, D. (2018). Understanding the morphological effects of  $\text{WO}_3$  photocatalysts for the degradation of organic pollutants. *Advanced Powder Technology*, 29 (7), 1591–1600.
- Akdogan, E. K., Brennan, R. E., Allahverdi, M., & Safari, A. (2006). Effects of molten salt synthesis (MSS) parameters on the morphology of  $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$  and  $\text{SrTiO}_3$  seed crystals. *Journal of Electroceramics*, 16 (2), 159–165.
- Chen, Z., Jiang, H., Jin, W., & Shi, C. (2016). Applied Catalysis B : Environmental Enhanced photocatalytic performance over  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  nanosheets with controllable size and exposed { 0 0 1 } facets for Rhodamine B degradation. “*Applied Catalysis B, Environmental*,” 180, 698–706.
- Daghrir, R., Drogui, P., & Robert, D. (2013). *Modified  $\text{TiO}_2$  For Environmental Photocatalytic Applications : A Review*.
- Haikal, F., & Prasetyo, A. (2021). Uji Aktivitas Fotokatalis Senyawa Aurivillius Lapis Empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Dalam Mendegradasi Rhodamine-B. *Al-Kimiya*, 8(1), 37–41.
- Hailili, R., Dong, G., Ma, Y., Jin, S., Wang, C., & Xu, T. (2017). Layered Perovskite  $\text{Pb}_2\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$  for Excellent Visible Light-Driven Photocatalytic NO Removal. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 56(11), 2908–2916.
- Huang, J., Li, L., Gu, Y., & Li, Q. (2011). Influences of progressing parameters on flake  $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  powder synthesized by molten salt synthesis method. *Advanced Materials Research*, 335–336, 704–707.
- Ishida, Y., Kakimoto, K., Ogawa, H., & Aki, M. (2010). Transitional Mechanism of Particle  $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$  Morphology in the Molten Salt. *Ferroelectrics*. 381:1, 24-29.
- Ivanova, N., Gugleva, V., Dobreva, M., Pehlivanov, I., Stefanov, S., & Andonova, V. (2016). Molten Salt Synthesis of Ceramic Powder. *Intech, i(tourism)*, 13.
- Kennedy, B. J., Zhou, Q., Ismunandar, Kubota, Y., & Kato, K. (2008). Cation disorder and phase transitions in the four-layer ferroelectric Aurivillius phases  $\text{ABi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (A=Ca, Sr, Ba, Pb). *Journal of Solid State Chemistry*, 181(6), 1377–1386.
- Li, B. R., Liu, X. T., Chen, P. L., & Zheng, Y. S. (2012). Effect of salt species on characterization of  $\text{Bi}_3\text{NbTiO}_9$  powders prepared by molten salt method. *Ceramics International*, 38(1), 105–110.
- Li, H. L., Du, Z. N., Wang, G. L., & Zhang, Y. C. (2010). Low temperature molten salt synthesis of  $\text{SrTiO}_3$  submicron crystallites and nanocrystals in the eutectic  $\text{NaCl-KCl}$ . *Materials Letters*, 64(3), 431–434.
- Li, L., Liu, J., Cao, S., Xu, J., Pawlikowska, E., Szafran, M., & Gao, F. (2020). Fabrication of  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  microplatelets with different  $\text{TiO}_2$  reactants. *Materials Letters*, 274, 128018.

- Li, W., Kong, D., Yan, T., Shi, M., Kong, D., Feng, Y., Jing, Z., & You, J. (2020). Alkali-treatment synthesis of bismuth vanadium oxide photocatalysts with different morphologies. *Journal of Solid State Chemistry*, 286, 121296.
- Liu, X., Xu, L., Huang, Y., Qin, C., Qin, L., & Seo, H. J. (2017). Improved photochemical properties of Aurivillius  $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$  with partial substitution of  $\text{Ti}^{4+}$  with  $\text{Fe}^{3+}$ . *Ceramics International*, 43(15), 12372–12380.
- Long, Z., Li, Q., Wei, T., Zhang, G., & Ren, Z. (2020). Historical development and prospects of photocatalysts for pollutant removal in water. *Journal of Hazardous Materials*, 395, 122599.
- Mukti, K. H., Hastiawan, I., Rahmawaty, D., & Noviyanti, A. R. (2013). Preparasi Fotokatalis Barium Bismut Titanat Terprotonasi untuk Fotodegradasi Metilen Biru. *Prosiding Seminar Nasional Sains Dan Teknologi Nuklir*, 128–134.
- Naeini, Y. Safaei, Aminzare, M., & Golestani-fard, F. (2012). The effects of temperature and different precursors in the synthesis of nano spinel in KCl molten salt. *Ceramics International*, 38(1), 841–845.
- Nindha, T. G. T. (2017). Diktat Mekanika Kekuatan Material I Teknik Mesin Universitas Udayana. *Teknik Mesin Universitas Udayana*.
- Nurmawati, I. M. A. dan K. (2009). Distribusi Celah Pita Energi “ Titania Kotor .” *Jurnal Nano Sains Dan Nanoteknologi*.
- Phoon, B. L., Lai, C. W., Pan, G. T., Yang, T. C. K., & Juan, J. C. (2018). One-pot hydrothermal synthesis of strontium titanate nanoparticles photoelectrode using electrophoretic deposition for enhancing photoelectrochemical water splitting. *Ceramics International*, 44(8), 9923–9933.
- Poteralla, S. F., Meyer, R. J., & Messing, G. L. (2011). Synthesis of high aspect ratio  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  and topochemical conversion to  $\text{PbTiO}_3$ -based microplatelets. *Journal of the American Ceramic Society*, 94 (8), 2323–2329.
- Qi, W., Wang, Y., Wu, J., Hu, Z., Jia, C., & Zhang, H. (2019). Relaxor ferroelectric and photocatalytic properties of  $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . *Advances in Applied Ceramics*, 118 (7), 418–424.
- Samsudin, M. F. R., Bashiri, R., Mohamed, N. M., Ng, Y. H., & Sufian, S. (2019). Tailoring the morphological structure of  $\text{BiVO}_4$  photocatalyst for enhanced photoelectrochemical solar hydrogen production from natural lake water. *Applied Surface Science*, 504, 144417.
- Tu, S., Zhang, Y., Reshak, A. H., Auluck, S., Ye, L., Han, X., Ma, T., & Huang, H. (2019). Ferroelectric polarization promoted bulk charge separation for highly efficient  $\text{CO}_2$  photoreduction of  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . *Nano Energy*, 56, 840–850.
- Wibowo, G. R. (2019). Sintesis senyawa aurivillius lapis empat  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dan  $\text{PbBi}_3\text{NdTi}_4\text{O}_{15}$  dengan metode lelehan campuran garam  $\text{NaCl-KCl}$  dan

karakterisasi struktur. *Jurnal Riset Kimia*, 10( 2), 85–92.

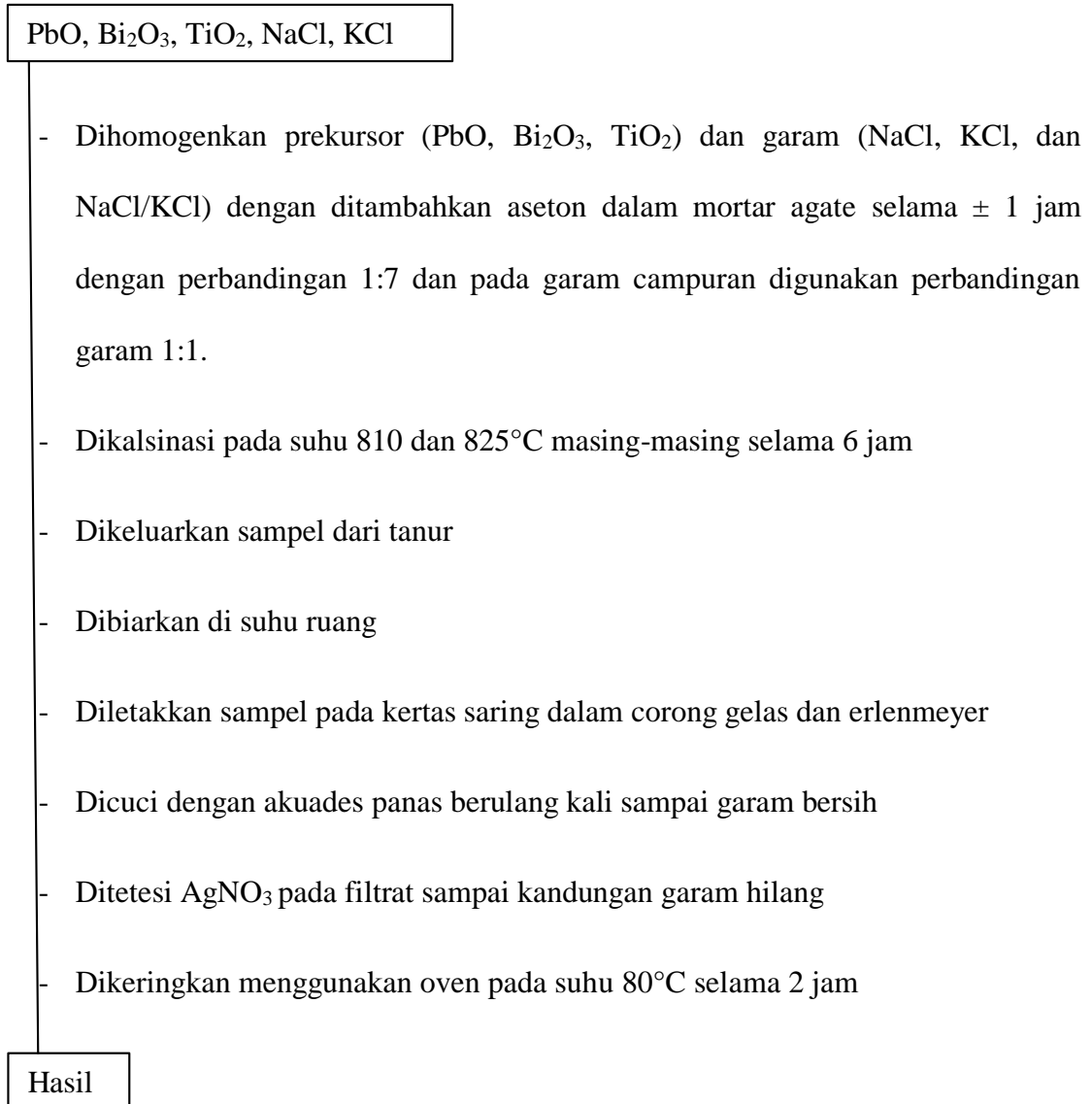
- Xue, P., Wu, H., Lu, Y., & Zhu, X. (2018). Recent progress in molten salt synthesis of low-dimensional perovskite oxide nanostructures, structural characterization, properties, and functional applications: A review. *Journal of Materials Science and Technology*, 34 (6), 914–930.
- Yin, X., Li, X., Gu, W., Zou, W., Liu, H., Zhu, L., Fu, Z., & Lu, Y. (2018). Morphology effect on photocatalytic activity in  $\text{Bi}_3\text{Fe}_{0.5}\text{Nb}_{1.5}\text{O}_9$ . *Nanotechnology*, 29 (26).
- Zhang, Z., Liu, Z., & Li, Y. (2014). Influence of synthesis conditions on the microstructure of Li–Ta–Ti–O microsheets by molten salt method. *Ceramics International*, 40 (2), 3747–3753.
- Zhou, H., Mao, Y., & Wong, S. S. (2007). Probing structure-parameter correlations in the molten salt synthesis of  $\text{BaZrO}_3$  perovskite submicrometer-sized particles. *Chemistry of Materials*, 19 (22), 5238–5249.
- Zulhadjri, Prijamboedi, B., & Nugroho, A. A., Ismunandar (2009). Synthesis and Structure Analysis of Aurivillius Phases. *Journal of the Chinese Chemical Society*.1108–1111.
- Zulhadjri, Prijamboedi, B., Nugroho, A. A., Mufti, N., Fajar, A., Palstra, T. T. M., & Ismunandar. (2011). Aurivillius phases of  $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  doped with  $\text{Mn}^{3+}$  synthesized by molten salt technique: Structure, dielectric, and magnetic properties. *Journal of Solid State Chemistry*, 184 (5), 1318–1323.



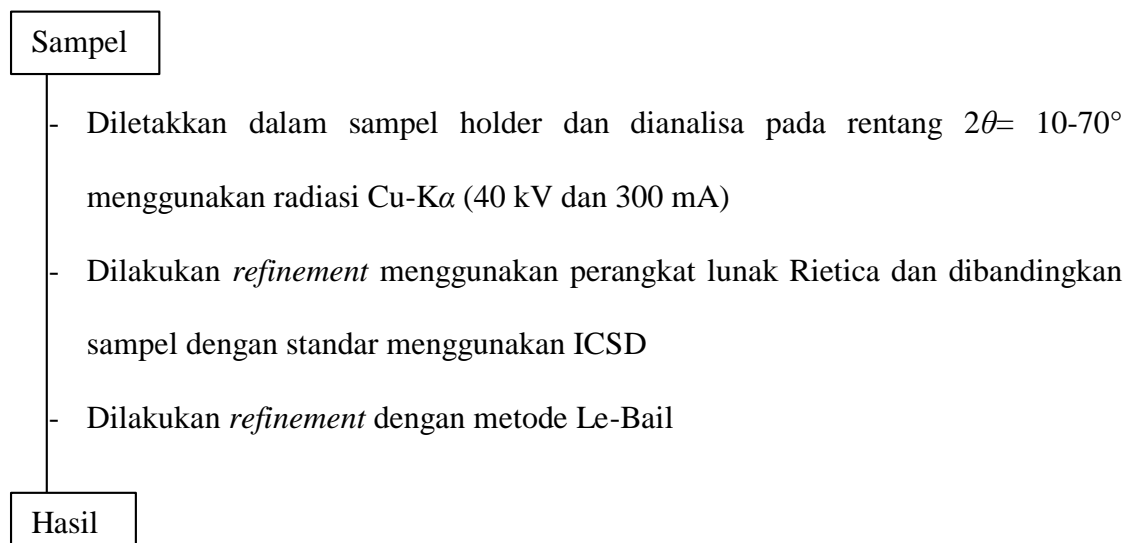
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Diagram Alir

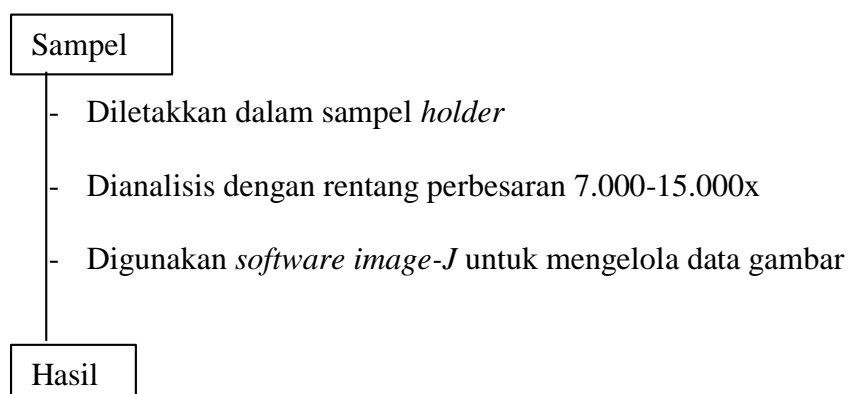
#### 1. Sintesis Lelehan Garam Dengan Variasi Garam



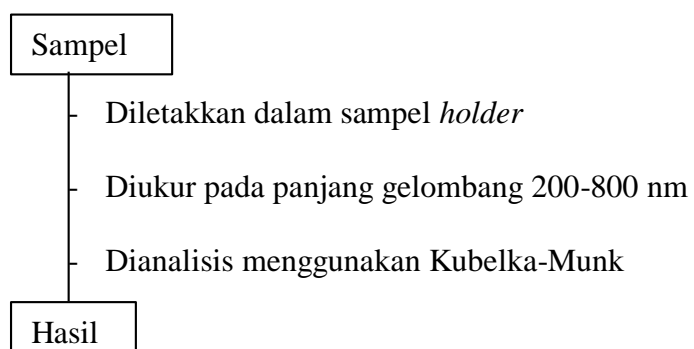
## 2. Karakterisasi dan Analisis XRD



## 3. Karakterisasi dan Analisis SEM

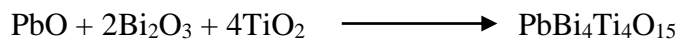


## 4. Karakterisasi dan Analisis UV-Vis DRS



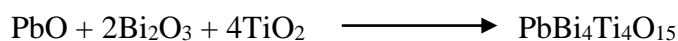
## Lampiran 2. Perhitungan

Reaksi yang terjadi:



Diketahui:

- Target massa adalah 3 gram
- Perbandingan mol sampel dengan masing-masing garam adalah 1:7
- Perbandingan garam NaCl-KCl adalah 1:1



$$n \text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} = \frac{\text{massa}}{Mr}$$

$$= \frac{3 \text{ g}}{1470,2 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,0020405387 \text{ mol}$$

$$\text{Massa PbO} = Mr \times n \text{ PbO}$$

$$= 223 \text{ g/mol} \times 0,0020405387 \text{ mol}$$

$$= 0,4554 \text{ g}$$

$$\text{Massa Bi}_2\text{O}_3 = Mr \times n \text{ 2Bi}_2\text{O}_3$$

$$= 464 \text{ g/mol} \times 0,0040810774 \text{ mol}$$

$$= 1,8936 \text{ g}$$

$$\text{Massa TiO}_2 = Mr \times n \text{ 4TiO}_2$$

$$= 79,8 \text{ g/mol} \times 0,0081621548 \text{ mol}$$

$$= 0,6513 \text{ g}$$

$$\text{Massa NaCl} = 7 \times n \text{ PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \times Mr \text{ NaCl}$$

$$= 7 \times 0,0020405387 \text{ mol} \times 58,5 \text{ g/mol}$$

$$= 0,8356 \text{ g}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa KCl} &= 7 \times n \text{ PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15} \times \text{Mr KCl} \\ &= 7 \times 0,0020405387 \text{ mol} \times 74,6 \text{ g/mol} \\ &= 1,0656 \text{ g}\end{aligned}$$