

**SINTESIS SENYAWA  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  DENGAN METODE LELEHAN  
GARAM**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
RIZKI FITRIANA DEWI  
NIM. 18630095**



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

**SINTESIS SENYAWA  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  DENGAN METODE LELEHAN GARAM**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
RIZKI FITRIANA DEWI  
NIM. 18630095**

**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 SENYAWA  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{15}$  DENGAN METODE LELEHAN  
GARAM**

**SKRIPSI**

**Oleh :  
RIZKI FITRIANA DEWI  
NIM. 18630095**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 15 November 2022**

**Pembimbing I**



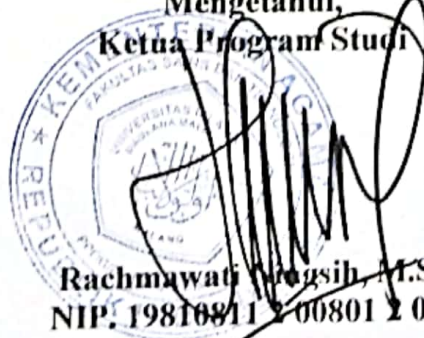
**Dr. Anton Prasetyo, M.Si  
NIP. 19770925 200604 1 003**

**Pembimbing II**



**Dr. H. Mochamad Imamudin, Lc., MA  
NIP. 19740602 200901 1 010**

**Mengetahui,  
Ketua Program Studi**



**Rachmawati Wongsih, M.Si  
NIP. 19810911 200801 2 010**

**SINTESIS SENYAWA SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub> DENGAN METODE LELEHAN**

**GARAM**

**SKRIPSI**

**Oleh:**  
**RIZKI FITRIANA DEWI**  
**NIM. 18630095**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 7 Desember 2022**

**Penguji Utama : Eny Yulianti, M.Si**  
**NIP. 19760611 200501 2 006**

**Ketua Penguji : Ahmad Hanapi, M.Sc**  
**NIDT. 19851225 20160801 1 069**

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

**Anggota Penguji : Dr. H. Mochamad Imamudin, Lc., MA**  
**NIP. 19740602 200901 1 010**

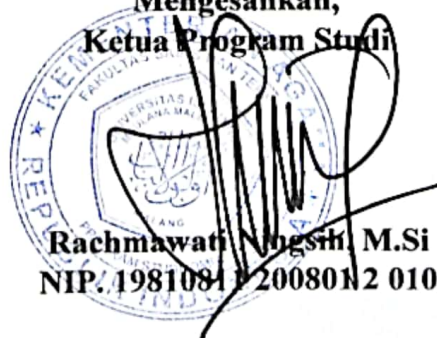
(.....)

(.....)

(.....)

(.....)

**Mengesahkan,  
Ketua Program Studi**

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

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Rizki Fitriana Dewi  
NIM : 18630095  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Sintesis Senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  Dengan Metode Lelehan Garam

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan 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 cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 18 November 2022

Yang membuat pernyataan



Rizki Fitriana Dewi  
NIM. 18630095

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, sujud syukur kupersembahkan kepadaMu Ya Allah, Tuhan Yang Maha Kuasa dan Maha Agung. Atas kehendakMu hamba dapat menyelesaikan rangkaian proses penulisan skripsi ini. Semoga hamba selalu menjadi pribadi yang beriman dan selalu percaya akan jalan terbaikMu, serta dengan selesainya skripsi ini menjadi titik awal kesuksesan hamba dalam meraih Ridhomu.

Dengan ini saya persembahkan karya ini untuk kedua orang tua saya. Terima kasih tak terhingga atas segala bentuk dukungan kepada saya, terkhusus atas segala doa yang telah dan terus dilangitkan untuk saya. Tanpa dukungan dan doa-doa dari beliau berdua, saya belum tentu kuat dalam menjalani proses skripsi ini. Begitu juga untuk adik saya satu-satunya yang menjadi salah satu alasan saya untuk tidak pernah menyerah. Tak lupa untuk diri saya sendiri, terima kasih telah bertekad untuk selalu ingin belajar apapun yang belum dimengerti, tidak pernah menyerah, dan selalu berusaha menjadi yang terbaik, semoga diri ini mampu terus berjuang hingga Tuhan ucapkan selesai.

Terima kasih tak terhingga saya ucapkan kepada Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si yang dengan sabar dan tulus membimbing saya, baik dalam proses penyusunan skripsi maupun dalam membentuk pribadi yang lebih baik. Terima kasih kepada Bapak Dr. H. Mochamad Imamudin, Lc. MA yang senantiasa meluangkan waktu dan sabar untuk membimbing saya. Terima kasih juga kepada seluruh dosen, laboran, dan staf Program Studi Kimia yang telah mendukung keberhasilan penelitian ini.

Terima kasih kepada sahabat saya Hasti Oktavia Meidi yang selalu memberikan dukungan dan menjadi pendengar yang baik bagi saya. Terima Kasih kepada Ida Irma Afriani yang menjadi tempat berkeluh kesah saya selama perkuliahan. Terima kasih juga kepada “Sobat Misquen”, Santi, Kikik, Arief, Jek, Rofiqur yang telah memberikan dukungan dan warna-warni kehidupan perkuliahan selama 4,5 tahun ini. Teruntuk teman seperjuangan “Photokatalis Team”, Nurul, Ulvi, Diajeng, Fitriana, Efril, Kanty terima kasih telah membersamai proses perjuangan ini dan

berbagi canda tawa selama proses bimbingan, serta untuk teman-teman kos seperjuangan Dwain dan Tasya terima kasih juga atas dukungan kalian untuk saya. Tak lupa untuk teman-teman Kimia B angkatan 2018 terima kasih atas segala memori yang tak terlupakan selama menjalani proses perkuliahan ini.

## MOTTO

*“If any good things that you thought are not going on your side, you should believe in better things from God around you. So, something great will come to you. Just be patient and always do anything that you wanna do”*

&

“Jalani proses hidupmu satu persatu dengan sabar, ikhlas, dan selalu tawakkal kepadaNya, Insyaallah akan menjadi berkah”

-Ibuku



## KATA PENGANTAR

Puji syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan taufiq, rahmat, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah skripsi ini. Shalawat dan salam penulis haturkan kepada junjungan Nabi Muhammad SAW yang telah mengembangkan ajaran Islam di muka bumi demi keselamatan umat manusia. Penyusunan naskah skripsi ini dapat berjalan baik dan lancar juga berkat dukungan, bantuan, dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Kedua orang tua tercinta dan keluarga yang telah memberikan dukungan kepada penulis dalam penyusunan skripsi.
2. Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Sri Harini, M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Dr. Anton Prasetyo, M.Si, selaku Dosen Pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan motivasi dalam proses penyusunan skripsi ini.
6. Dr. H. Mochamad Imamudin, Lc., M.A, selaku Dosen Pembimbing II yang telah memberikan arahan dan perbaikan dalam penulisan skripsi ini.
7. Segenap sivitas akademika Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
8. Teman-teman Program Studi Kimia dan seluruh pihak yang ikut membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari dalam penulisan naskah ini masih jauh dari kata sempurna, mengingat keterbatasan kemampuan yang penulis miliki sebagai seorang manusia. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bersifat membangun sangat penulis harapkan.

Malang, 18 November 2022

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>v</b>
<b>MOTTO .....</b>	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xv</b>
<b>DAFTAR PERSAMAAN.....</b>	<b>xvi</b>
<b>ABSTRAK ....</b>	<b>xvii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xviii</b>
<b>المخلص .....</b>	<b>xix</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	7
1.3 Tujuan.....	7
1.4 Batasan Masalah.....	8
1.5 Manfaat Penelitian.....	8
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>9</b>
2.1 $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ .....	9
2.2 Fotokatalis .....	10
2.3 Senyawa Fotokatalis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ .....	12
2.4 Penurunan Energi Celah Pita Senyawa Fotokatalis Aurivillius dengan Pendopingan .....	13
2.5 Pengaruh Morfologi Partikel Pada Aktivitas Fotokatalisis .....	16
2.6 Metode Sintesis Lelehan Garam .....	19
2.7 Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dengan Metode Lelehan Garam .....	20
2.8 Pengaruh Jenis Garam Terhadap Morfologi Partikel Senyawa Aurivillius.....	23
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>26</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	26
3.2 Alat dan Bahan .....	26
3.2.1 Alat.....	26
3.2.2 Bahan .....	26
3.3 Tahapan Penelitian .....	27
3.4 Prosedur Kerja.....	27

3.4.1 Preparasi Bahan .....	27
3.4.2 Sintesis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ dengan Metode Lelehan Garam.....	28
3.4.3 Karakterisasi Sampel Produk $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ .....	29
3.4.4 Analisis Data.....	29
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>31</b>
4.1 Sintesis Senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ dengan Metode Lelehan Garam.....	31
4.2 Karakterisasi $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ Menggunakan XRD.....	33
4.3 <i>Refinement</i> Data XRD $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ .....	35
4.4 Karakterisasi dan Analisis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ Menggunakan SEM-EDS .....	37
4.5 Karakterisasi dan Analisis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ Menggunakan UV-Vis DRS .....	40
4.6 Sintesis Material Fotokatalis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ dalam Perspektif Islam .....	43
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>47</b>
5.1 Kesimpulan.....	47
5.2 Saran.....	47
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>48</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>54</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram Alir.....	54
Lampiran 2	Perhitungan Prekursor .....	56
Lampiran 3	Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD .....	59
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM .....	63
Lampiran 5	Perhitungan Massa Unsur dalam Senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ Secara Teoritis .....	65
Lampiran 6	Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS .....	66

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Senyawa Aurivillius lapis empat $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ .....	10
Gambar 2.2	Mekanisme fotokatalis.....	11
Gambar 2.3	Hasil fotokatalis degradasi senyawa organik dalam limbah cair masing-masing senyawa .....	12
Gambar 2.4	Diagram level energi senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ .....	13
Gambar 2.5	Plot <i>Tauc</i> senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ .....	13
Gambar 2.6	Grafik pergeseran energi celah pita suatu senyawa akibat pendopongan .....	14
Gambar 2.7	Spektra UV-Vis DRS dari senyawa $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$ terdoping $\text{Fe}^{3+}$ .....	15
Gambar 2.8	Penurunan energi celah pita senyawa $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$ terdoping $\text{Fe}^{3+}$ .....	15
Gambar 2.9	Spektra penurunan energi celah pita senyawa $\text{BiVO}_4$ yang terdoping $\text{Fe}^{3+}$ .....	16
Gambar 2.10	Hasil karakterisasi SEM: (a) BFNO-S; (b) BFNO-S diperbesar; (c) BFNO-H; (d) BFNO-H diperbesar .....	17
Gambar 2.11	(a) Spektra DRS senyawa BFNO-H dan BFNO-S; (b) kemampuan degradasi RhB senyawa BFNO-H dan BFNO-S; (c) kemampuan degradasi asam salisilat (SA) senyawa BFNO-H dan BFNO-S .....	17
Gambar 2.12	Hasil karakterisasi SEM dari senyawa $\text{ZnO nanostructures}$ , (a) morfologi <i>flower-like</i> perbesaran rendah; (b) morfologi <i>flower-like</i> perbesaran tinggi; (c) morfologi bulat perbesaran rendah; (d) morfologi bulat perbesaran tinggi.....	18
Gambar 2.13	Kemampuan fotodegradasi zat <i>methylene blue (MB)</i> oleh $\text{ZnO nanstructures}$ .....	18
Gambar 2.14	Mekanisme sintesis menggunakan metode lelehan garam.....	19
Gambar 2.15	Difraktogram senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ menggunakan variasi jenis garam $\text{NaCl}$ , $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , $\text{KCl}$ dan $\text{K}_2\text{SO}_4$ .....	21
Gambar 2.16	Hasil karakterisasi SEM senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ yang disintesis menggunakan garam (a) $\text{NaCl}$ ; (b) $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ; (c) $\text{KCl}$ ; dan (d) $\text{K}_2\text{SO}_4$ .....	21
Gambar 2.17	Hasil karakterisasi SEM senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ yang disintesis menggunakan garam $\text{KCl}$ dengan rasio garam terhadap oksida (a) 0,5:1; (b) 0,75:1; dan (c) 1,5:1 .....	22
Gambar 2.18	Difraktogram senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ <i>nanosheets</i> menggunakan metode lelehan garam tunggal $\text{KCl}$ .....	22
Gambar 2.19	Hasil karakterisasi SEM senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ <i>nanosheets</i> menggunakan metode lelehan garam tunggal $\text{KCl}$ .....	23
Gambar 2.20	Hasil karakterisasi SEM senyawa $\text{Y}_{0,95}\text{Sm}_{0,02}\text{Eu}_{0,03}\text{VO}_4$ yang disintesis menggunakan jenis garam (a) $\text{KNO}_3$ ; (b) $\text{NaNO}_3$ ; (c) $\text{KCl}$ ; (d) $\text{NaCl}$ .....	24
Gambar 2.21	Hasil karakterisasi SEM senyawa $\text{Bi}_3\text{NbTiO}_9$ (BNTO) yang disintesis menggunakan jenis garam (a) $\text{KCl}$ ; (b) $\text{NaCl}$ ; (c) $\text{K}_2\text{CO}_3$ ; (d) $\text{K}_2\text{SO}_4$ ; (e) SSR .....	25
Gambar 4.1	(a) sampel sebelum pemanasan, (b) sampel setelah melalui proses pemanasan, (c) sampel setelah dikeringkan .....	32

Gambar 4.2	Difraktogram senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ yang disintesis menggunakan variasi garam NaCl, KCl, dan NaCl/KCl.....	34
Gambar 4.3	Pergeseran puncak difraksi senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ pada $2\theta = 30,4^\circ$ .....	35
Gambar 4.4	Plot hasil <i>refinement</i> senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ yang disintesis menggunakan garam KCl .....	36
Gambar 4.5	Morfologi senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ menggunakan variasi garam (a) NaCl, (b) KCl, dan (c) NaCl/KCl .....	38
Gambar 4.6	Hasil karakterisasi EDS senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ dengan garam (a) NaCl, (b) KCl, dan (c) NaCl/KCl .....	40
Gambar 4.7	Spektra UV-Vis DRS hubungan %reflektansi dan panjang gelombang senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ dengan variasi garam NaCl, KCl, dan NaCl/KCl .....	41
Gambar 4.8	Spektra UV-Vis DRS energi celah pita senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ dengan variasi garam NaCl, KCl, dan NaCl/KCl .....	42
Gambar L.3.1	Difraktogram $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ menggunakan garam NaCl .....	58
Gambar L.3.2	Difraktogram $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ menggunakan garam KCl.....	59
Gambar L.3.3	Difraktogram $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ menggunakan garam NaCl/KCl .....	60
Gambar L.5.1	Spektra DRS energi celah pita $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ menggunakan garam NaCl.....	64
Gambar L.5.2	Spektra DRS energi celah pita $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ menggunakan garam KCl .....	64
Gambar L.5.3	Spektra DRS energi celah pita $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ menggunakan garam NaCl/KCl .....	65

## DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Massa tiap-tiap prekursor hasil perhitungan.....	28
Tabel 4.1	Data kristalografi senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ menggunakan garam KCl .....	36
Tabel 4.2	Persentase unsur-unsur penyusun senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ yang disintesis dengan variasi garam NaCl, KCl, dan NaCl/KCl ..	39
Tabel 4.3	Energi celah pita dan panjang gelombang senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ yang disintesis dengan variasi garam NaCl, KCl, dan NaCl/KCl .....	42
Tabel L.3.1	Puncak-puncak XRD $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ Menggunakan Garam NaCl.....	58
Tabel L.3.2	Puncak-puncak XRD $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ Menggunakan Garam KCl .....	59
Tabel L.3.3	Puncak-puncak XRD $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ Menggunakan Garam NaCl/KCl.....	60



## DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Kubelka-Munk .....	30
Persamaan 4.1 Reaksi dalam sintesis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ .....	32

## ABSTRAK

Dewi, Rizki Fitriana. 2022. **Sintesis Senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  Dengan Metode Lelehan Garam**. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Pembimbing II: Dr. H. Mochamad Imamudin, Lc., MA.

---

**Kata kunci:**  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ , fotokatalis, dopan Fe, metode lelehan garam

Senyawa Aurivillius lapis empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  berpotensi sebagai senyawa fotokatalis dengan energi celah pita sebesar 3,0 eV (~420 nm) sehingga hanya dapat bekerja di daerah UV. Salah satu strategi yang dilakukan untuk memaksimalkan fungsi kerjanya di daerah sinar tampak adalah dilakukan pendopongan dengan ion logam transisi besi ( $\text{Fe}^{3+}$ ). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal, morfologi, ukuran partikel, komposisi unsur senyawa, dan energi celah pita dari  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yang disintesis menggunakan metode lelehan garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl/KCl (rasio molar 1:1). Prekursor ditimbang secara stoikiometri dan digerus dengan masing-masing garam dengan perbandingan 1:7 (produk : garam) sampai homogen. Sampel dikalsinasi pada suhu 825 dan 850°C selama 6 jam dan produk dioven dengan suhu 90°C selama 6 jam. Karakterisasi senyawa dilakukan menggunakan *X-ray diffraction* (XRD), *scanning electron microscopy* (SEM), dan *ultraviolet-visible diffuse reflectance* (UV-Vis DRS). Difraktogram sampel produk menunjukkan bahwa sampel produk  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yang memanfaatkan garam KCl memperoleh hasil yang murni, akan tetapi pada sampel produk  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yang disintesis dengan memanfaatkan garam NaCl ditemukan fasa pengotor berupa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  dan  $\text{TiO}_2$  (brookite). Pada sampel produk  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yang disintesis dengan memanfaatkan garam campuran NaCl/KCl juga ditemukan pengotor berupa  $\text{SrCO}_3$ . Mikrograf SEM menunjukkan sampel memiliki morfologi khas senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yaitu *plate-like* dan terdapat aglomerasi. Hasil perhitungan Kubelka-Munk menunjukkan bahwa senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  memiliki energi celah pita pada rentang 2,32-2,55 eV.

## ABSTRACT

Dewi, Rizki Fitriana. 2022. **Synthesis of  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{15}$  Using Molten Salt Method.** Mini Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang, Advisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Advisor II: Dr. H. Mochamad Imamudin, Lc., MA.

---

**Keywords:**  *$\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ , photocatalyst, dopan Fe, molten salt method*

The fourth layer Aurivillius compound  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  has the potential as photocatalyst material with a band gap energy of 3.0 eV (~420 nm) which can only work on UV light. One of the strategies to maximize its work in the visible light region, is by doping with iron ( $\text{Fe}^{3+}$ ) transition metal ion. Aim of the research is to determine the crystal structure, morphology, particle size, compound elemental composition, and band gap energy of  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{15}$  which were synthesized using NaCl, KCl, and NaCl-KCl (molar ratio 1:1) molten salt method. Precursors were weighed stoichiometrically and grinded with each salts in 1:7 ratio (product : salts) until homogenous. The samples were calcined at temperature 825 and 850°C for 6 hours and product was ovened at temperature 90°C for 6 hours. 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 Diffractogram sample showed that  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{15}$  product that obtained using KCl salt had successfully obtained with no impurities, but the  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{15}$  product that synthesized using NaCl salt has found an impurities phase of  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  and  $\text{TiO}_2$  (brookite).  $\text{SrCO}_3$  impurities was also found on  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{15}$  product that synthesized using NaCl/KCl salt. The micrographs showed that the morphology of sample is plate-like and still found agglomeration. The results of Kubelka-Munk calculation showed that the  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{15}$  has a band gap energy of about 2.32-2.55 eV.

## الملخص

ديوي، رزقي فتريانا. ٢٠٢٢. تركيب مركب  $SrBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05}O_{15}$  بطريقة ذوبان الملح. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: د. أنطون براسيتيو، الماجستير. المشرف الثاني: د. الحاج محمد إمام الدين، الماجستير.

**الكلمات الرئيسية:**  $SrBi_4Ti_4O_{15}$ ، محفز ضوئي، المنشط الحديدي، طريقة ذوبان الملح.

يحتوي مركب Aurivillius المكون من أربع طبقات  $SrBi_4Ti_4O_{15}$  وله القدرة على أن يكون مركبا محفزا ضوئيا مع طاقة فجوة نطاق تبلغ ٣,٠ ميكرو فولت ( $\sim ٤٢٠$  نانومتر) بحيث لا يمكن أن يعمل إلا في منطقة الأشعة فوق البنفسجية. من إحدى الاستراتيجيات التي تم تنفيذها لتحقيق أقصى قدر من وظيفة العمل في منطقة الشعاع المرئي هي التنشيط باستخدام أيون الحديد الثلاثي ( $Fe^{3+}$ ). يهدف هذا البحث إلى تحديد البنية البلورية والمورفولوجيا وحجم الجسيمات وتكوين العناصر المركبة وطاقة فجوة النطاق ل  $SrBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05}O_{15}$  التي تم تركيبها باستخدام طريقة ذوبان ملح كلوريد الصوديوم (NaCl) وكلوريد البوتاسيوم (KCl) والخليط بينهما (نسبة مولية ١ : ١). تم وزن السلائف بشكل قياس اتحادية العناصر (stoichiometri) وطحنها مع كل ملح بنسبة ١ : ٧ (المنتج: الملح) حتى تصبح متجانسة. تم تكليس العينات عند ٨٢٥ و ٨٥٠ درجة مئوية لمدة ٦ ساعات وتم تهيئة المنتج عند ٩٠ درجة مئوية لمدة ٦ ساعات. تم إجراء توصيف المركبات باستخدام حيود الأشعة السينية (XRD)، والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM)، والانعكاس المنتشر المرئي فوق البنفسجي (UV-Vis DRS). أظهر مخطط الحيود لعينات المنتج أن عينة من منتج  $SrBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05}O_{15}$  التي تستخدم ملح KCl حصلت على نتائج نقية، ولكن في عينة من منتج  $SrBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05}O_{15}$  التي تم تركيبها باستخدام ملح NaCl، تم العثور على مراحل الشوائب في شكل  $TiO_2$  و  $Bi_4Ti_3O_{12}$  (بروكيت). في عينة من منتج  $SrBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05}O_{15}$  التي تم تركيبها باستخدام ملح الخليط بينهما، تم العثور أيضا على الشوائب في شكل  $SrCO_3$ . أظهر المجهر الإلكتروني الماسح SEM أن العينة التي تحتوي على مورفولوجيا نموذجية ل  $SrBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05}O_{15}$  هي *plate-like* مع وجود تكتل. أظهرت نتيجة حساب كوبيلكا مونك Kubelka-Munk أن مركب  $SrBi_4Ti_{3,95}Fe_{0,05}O_{15}$  له طاقة فجوة نطاق في نطاق ٢,٣٢ – ٢,٥٥ ميكرو فولت.

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Salah satu efek negatif industri tekstil adalah dihasilkannya limbah zat warna, seperti indigosol biru, *rhodamine B*, dan *methylene blue* (Suparno, 2010; Bemis, dkk., 2019; Misbah, 2015). Limbah zat warna berbahaya karena bersifat toksik, karsinogenik, dan mutagenik (Suparno, 2010). Penanganan yang kurang efektif dan tidak segera dilakukan akan menyebabkan kerusakan bagi lingkungan. Allah SWT berfirman dalam Q.S. ar-Rum (30):41

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

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

Menurut tafsir al-sya’rawi *ظَهَرَ* artinya *bâna* dan *wadhaḥa* atau telah jelas namun terkadang tidak terlihat. Selama Allah mengatakan ayat diatas, maka kerusakan itu ada dan telah terjadi, namun para perusak menutupinya sehingga ia bagaikan api dalam sekam dan tiba-tiba dapat merusak masyarakat. Hal tersebut sama seperti perbuatan manusia yang dengan sengaja atau tidak dapat merusak alam, salah satunya yaitu pembuangan limbah industri tekstil ke perairan. Oleh karena itu, diperlukan metode yang efektif untuk menangani kerusakan lingkungan tersebut. Banyak metode yang telah dikembangkan untuk penanganan limbah zat warna, antara lain metode adsorpsi, lumpur aktif, bioremediasi, koagulasi, filtrasi

membran, elektrolisis, dan fotokatalisis (Cui, dkk., 2016; Liu, dkk., 2017; Meerbergen, dkk., 2017; Xu, dkk., 2018).

Salah satu metode penanganan limbah zat warna yang dilaporkan mempunyai potensi yang baik adalah metode fotokatalis. Proses fotokatalisis berlangsung ketika permukaan material semikonduktor dikenai cahaya/foton (Saravanan, dkk., 2017). Cahaya dengan energi yang sama atau lebih besar dari energi celah pita material semikonduktor akan menyebabkan eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Hal ini menyebabkan terbentuknya *hole* positif ( $h^+$ ) pada pita valensi dan adanya elektron ( $e^-$ ) pada pita konduksi yang nantinya akan berperan dalam degradasi zat warna (Huang, dkk., 2016; Liu, dkk., 2017a). Beberapa material semikonduktor yang dilaporkan dapat dimanfaatkan pada metode fotokatalis adalah  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{ZnS}$ ,  $\text{SrTiO}_3$ ,  $\text{Ag}_2\text{O}$ ,  $\text{Bi}_2\text{WO}_6$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cu}_2\text{O}$  (He, dkk., 2018).

Oksida logam Aurivillius merupakan suatu senyawa oksida yang terdiri dari struktur berlapis yang terbentuk dari lapisan perovskit  $(A_{n-1}B_nO_{3n+1})^{2-}$  dan lapisan bismut  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$ . Kation-A merupakan ion-ion yang bermuatan +1, +2 atau +3 yang mempunyai koordinasi dodekahedral. Kation-A yang berukuran besar ini diantaranya adalah beberapa logam alkali dan alkali tanah, sedangkan kation-B merupakan suatu unsur transisi dengan koordinasi oktahedral yang berukuran lebih kecil dari kation-A dan  $n$  merupakan bilangan bulat ( $1 \leq n \leq 5$ ) yang menunjukkan jumlah oktahedral pada lapisan perovskit (Umam dan Rosyidah, 2013).

$\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (SBT) merupakan salah satu material berstruktur Aurivillius lapis empat (Karnelasatri dan Mikrianto, 2019). Struktur  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  terdiri atas lapisan  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$  dan lapisan *pseudo-perovskite*  $(\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1})^{2-}$  pada sumbu  $c$ , dimana  $A$  menunjukkan campuran dari  $\text{Sr}^{2+}$  dan  $\text{Bi}^{3+}$ , sedangkan  $B$  menunjukkan  $\text{Ti}^{4+}$ , dan  $n=4$  merupakan jumlah dari  $\text{TiO}_6$  oktahedron pada formula SBT (Chang, dkk., 2014).  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  murni memiliki energi celah pita sebesar 3,0 eV. Hal ini menyebabkan  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  hanya dapat aktif di daerah *ultraviolet* (UV) ( $\sim 420$  nm) sehingga pemanfaatan  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  sebagai material fotokatalis menjadi kurang maksimal (Tu, dkk., 2019). Oleh karena itu, diperlukan strategi untuk menurunkan energi celah pita  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  agar dapat menyerap energi sinar matahari yang sampai ke bumi.

Salah satu strategi untuk menurunkan energi celah pita atau menggeser daerah serapan sinar ke daerah sinar tampak material fotokatalis adalah melakukan pendopingan menggunakan ion logam, seperti  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Er}^{3+}$ , dan  $\text{V}^{4+}$  (Liu, dkk., 2017b; Peng, dkk., 2012; Antony, dkk., 2021). Logam  $\text{Fe}^{3+}$  berpeluang digunakan sebagai dopan pada senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  karena jari-jari ionik  $\text{Fe}^{3+}$  (0,064 nm) memiliki kemiripan dengan jari-jari ionik  $\text{Ti}^{4+}$  (0,068 nm), sehingga logam  $\text{Fe}^{3+}$  dimungkinkan dapat dengan mudah mensubstitusi logam  $\text{Ti}^{4+}$  dalam kisi kristal  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (Guo, dkk., 2017). Cahyo, (2020) melaporkan bahwa  $\text{Fe}^{3+}$  berhasil mensubstitusi logam  $\text{Ti}^{4+}$  sehingga terbentuk pita konduksi baru dari logam Fe-3d. Hal ini menyebabkan turunnya energi celah pita  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dari 3,00 eV menjadi 2,34 eV. Perubahan transisi elektroniknya dapat dimungkinkan terjadi dari orbital Bi-6s + O-2p (pita valensi) ke Ti-3d (pita konduksi) berubah menjadi orbital Bi-6s + O-2p (pita valensi) ke Fe-3d (pita konduksi) (Gu, dkk., 2017). Senyawa

fotokatalis  $\text{BiVO}_4$  yang didoping dengan  $\text{Fe}^{3+}$  juga dilaporkan mengalami penurunan energi celah pita dari 2,42 menjadi 1,82 eV. Hal ini mengindikasikan bahwa  $\text{Fe}^{3+}$  telah berhasil disubstitusikan ke dalam kisi kristal  $\text{BiVO}_4$ . Adanya dopan  $\text{Fe}^{3+}$  akan menghasilkan celah antara pita valensi dan pita konduksi  $\text{BiVO}_4$ , sehingga memudahkan transisi elektronik dari pita valensi ke pita konduksi. Transisi ini akan meningkatkan kapasitas penyerapan sinar tampak dan kecenderungan pemisahan *electron-hole* sehingga aktivitas fotokatalis dari  $\text{BiVO}_4$  meningkat (Regmi, dkk., 2017).

Sifat fotokatalis material semikonduktor juga dipengaruhi oleh ukuran dan morfologi partikel (He dan Zhang, 2019; Wei, dkk., 2012; Yin, dkk., 2018). Wei, dkk. (2012) melaporkan bahwa partikel  $\text{BiFeO}_3$  yang kecil dan kasar memiliki efisiensi fotokatalisis terendah yang menunjukkan bahwa morfologi partikel memberikan dampak lebih besar terhadap aktivitas fotokatalis  $\text{BiFeO}_3$ , terutama jika adanya defek (cacat). Laporan lain disampaikan Yin, dkk. (2018) yang menyatakan bahwa senyawa  $\text{Bi}_3\text{Fe}_{0,5}\text{Nb}_{1,5}\text{O}_9$  yang disintesis menggunakan metode hidrotermal (BFNO-H) dan metode padatan (BFNO-S) dapat digunakan untuk fotodegradasi zat warna *rhodamine B* dan asam salisilat. BFNO-H memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih kuat daripada BFNO-S karena memiliki morfologi khas teratur berupa lembaran berukuran nano (*nanosheet*) yang memiliki lebar sekitar 500 nm dan ketebalan sekitar 50 nm. Ukuran nano tersebut memungkinkan BFNO-H memiliki luas permukaan yang lebih besar sehingga mempermudah transpor elektron dengan jarak migrasi antara *electron-hole* yang lebih pendek.



Beberapa metode konvensional telah digunakan untuk sintesis senyawa Aurivillius antara lain, *solid-state reaction* (SSR), hidrotermal, dan sol-gel (Han, dkk., 2017). Metode-metode sintesis tersebut memiliki kelemahan yaitu homogenitas campuran reaktan rendah dan difusi ionik yang rendah (Hincapié, dkk., 2012) serta membutuhkan kondisi reaksi pada suhu tinggi dengan waktu sintesis yang cukup lama (Liu, dkk., 2013). Salah satu metode sintesis yang dilaporkan lebih murah dan efisien yaitu metode lelehan garam (*molten salt*). Metode lelehan garam memiliki suhu pembentukan produk lebih rendah daripada metode sintesis konvensional karena pergerakan padatan akan lebih cepat dalam fase cair lelehan garam dengan cara konveksi dan difusi. Selain itu, metode ini juga termasuk metode sintesis ramah lingkungan karena tidak menghasilkan limbah berbahaya untuk lingkungan dan suhu sintering yang digunakan tidak terlalu tinggi sehingga dapat menghemat energi (Gupta dan Mao, 2021). Garam yang digunakan sebagai pelarut bersifat stabil, mudah didapatkan, dan murah. Penggunaan garam juga dapat mengontrol ukuran partikel, morfologi partikel, dan mengontrol status aglomerasi (Kimura, 2011).

Banyak pihak telah melaporkan sintesis senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  dengan metode lelehan garam. Misfadhila, dkk. (2015) berhasil mensintesis material  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  lapis empat yang terdoping  $\text{Nd}^{3+}$  dan  $\text{Mn}^{4+}$  dengan metode lelehan garam menggunakan campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$  dan diperoleh morfologi partikel berbentuk lempengan (*plate-like*) yang menjadi ciri khas senyawa Aurivillius. Zulhadjri, dkk. (2013) berhasil mensintesis senyawa Aurivillius  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang didoping kation  $\text{La}^{3+}$  dengan metode lelehan garam campuran  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ . Diperoleh hasil senyawa Aurivillius lapis empat dengan morfologi partikel khas

yaitu berupa lempengan-lempengan (*plate-like*). Chang, dkk. (2014) berhasil mensintesis senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  *microplatelets* dengan metode lelehan garam menggunakan variasi jenis garam NaCl,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , KCl, dan  $\text{K}_2\text{SO}_4$ . Hasil karakterisasi SEM menunjukkan kristal berbentuk lempengan (*plate-like*). Penggunaan variasi jenis garam dilaporkan mempengaruhi ukuran partikel dan fasa yang terbentuk. Senyawa berfasa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  murni berhasil diperoleh saat disintesis menggunakan garam tunggal  $\text{K}_2\text{SO}_4$  dan KCl, sedangkan saat menggunakan garam tunggal NaCl dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  menghasilkan fasa  $\text{Sr}_2\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$ . Penggunaan garam KCl menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil daripada garam NaCl, semakin tinggi rasio garam KCl terhadap oksida, ukuran partikel  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  akan semakin kecil.

Pada metode lelehan garam, jenis garam yang digunakan dapat mempengaruhi morfologi partikel dari senyawa yang disintesis. Penggunaan jenis garam tertentu sebagai pelarut untuk oksida penyusunnya dapat menyebabkan pencampuran tingkat molekuler dari reaktan yang berbeda dan menghasilkan struktur homogen dari produk. Senyawa yang terbentuk dari penggunaan jenis garam klorida, akan memiliki bentuk khusus dan morfologi yang berbeda. Pada saat menggunakan garam cair KCl, produk memiliki bentuk partikel bulat. Sedangkan saat menggunakan garam cair NaCl, produk yang dihasilkan memiliki bentuk partikel seperti batang yang teratur. Perbedaan bentuk morfologi tersebut diindikasikan berasal dari perbedaan kondisi lingkungan reaksi, yaitu dari penggunaan garam cair yang berbeda (Liu, dkk., 2020).

Berdasarkan uraian di atas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis material fotokatalis, yaitu senyawa Aurivillius  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  menggunakan metode lelehan garam dengan jenis garam yang berbeda yaitu NaCl, KCl, dan NaCl-KCl. Karakterisasi fasa yang terbentuk menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), karakterisasi morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur senyawa menggunakan instrumen *scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy* (SEM-EDS), serta penentuan energi celah pita menggunakan instrumen *ultraviolet-visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS).

## **1.2 Rumusan Masalah**

Bagaimana struktur kristal, morfologi, ukuran partikel, komposisi unsur senyawa, dan energi celah pita material fotokatalis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yang disintesis menggunakan metode lelehan garam dengan menggunakan jenis garam yang berbeda yaitu NaCl, KCl, dan NaCl-KCl?

## **1.3 Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui struktur kristal, morfologi, ukuran partikel, komposisi unsur senyawa, dan energi celah pita material fotokatalis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yang disintesis menggunakan metode lelehan garam dengan menggunakan jenis garam yang berbeda yaitu NaCl, KCl, dan NaCl-KCl.

#### 1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah:

- a) Jenis garam yang digunakan adalah garam NaCl, KCl, dan NaCl-KCl dengan perbandingan mol 1:1.
- b) Perbandingan rasio molar  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ /NaCl-KCl adalah 1: 7
- c) Suhu kalsinasi yang digunakan adalah 825 dan 850°C selama 6 jam

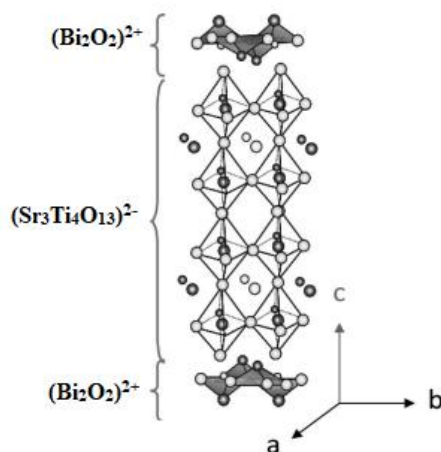
#### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penggunaan jenis garam yang berbeda yaitu NaCl, KCl, dan NaCl-KCl pada metode sintesis lelehan garam terhadap struktur, morfologi, ukuran partikel, komposisi unsur senyawa, dan energi celah pita material fotokatalis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ .

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>

Oksida logam Aurivillius memiliki rumus umum Bi<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (A<sub>n-1</sub>B<sub>n</sub>O<sub>3n+1</sub>) dengan  $n$  bilangan integer (1, 2, 3,...) yang tersusun atas lapisan bismut (Bi<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)<sup>2+</sup> dan lapisan perovskit (A<sub>n-1</sub>B<sub>n</sub>O<sub>3n+1</sub>)<sup>2-</sup>. Kation-A merupakan kation berukuran besar dengan muatan kecil yang berkoordinasi 12 (Na<sup>+</sup>, Ba<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>, Bi<sup>3+</sup>, dan lain-lain), sedangkan kation-B merupakan kation berukuran kecil dengan muatan besar yang berkoordinasi 6 (Fe<sup>3+</sup>, V<sup>5+</sup>, Ti<sup>4+</sup>, Ta<sup>5+</sup>, Nb<sup>5+</sup>, W<sup>6+</sup>, dan lain-lain), dan  $n$  merupakan bilangan bulat yang menunjukkan jumlah blok lapisan perovskit BO<sub>6</sub> oktahedral (Jiang, dkk., 2015) dan (Zulhadjri, dkk., 2021). Salah satu anggota material berfasa Aurivillius lapis empat adalah SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> yang dilaporkan memiliki struktur ortorombik dengan grup ruang  $A2_1am$  ( $a= 5,4280$  Å;  $b= 5,4380$  Å; dan  $c= 40,9400$  Å) (Hao, dkk., 2009) dengan struktur yang ditampilkan pada Gambar 2.1. Senyawa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> memiliki karakteristik yang menarik, antara lain memiliki suhu Curie yang tinggi, sedikit bergantung dengan medan listrik, dan memiliki tekanan rendah (Noda, dkk., 2012). Selain itu, SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> memiliki sifat feroelektrik (Zulhadjri, dkk., 2013), piezoelektrik (Cao, dkk., 2015), dan fotokatalitik (Tu, dkk., 2019). Hal ini membuat SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> berpotensi dalam aplikasi yang cukup luas, diantaranya adalah sebagai fotokatalis (Tu, dkk., 2019), aktuator, sensor, bahan piezoelektrik suhu tinggi, dan perangkat penyimpanan memori (*ferroelectric* NvRAM) (Nayak, dkk., 2017).

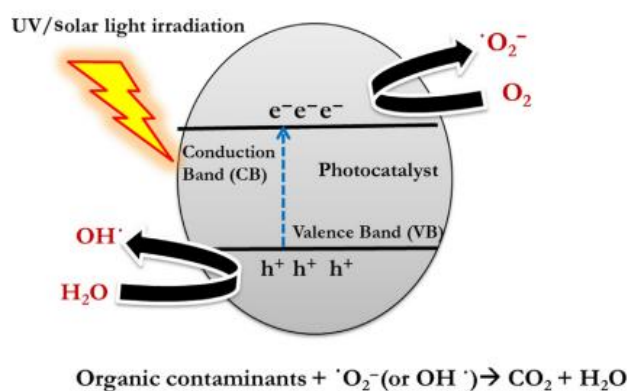


Gambar 2.1 Senyawa Aurivillius lapis empat SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (Noda, dkk., 2012).

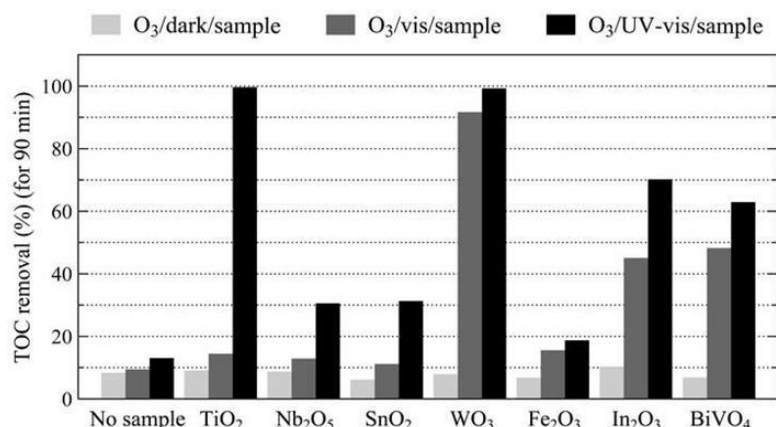
## 2.2 Fotokatalis

Istilah fotokatalis berasal dari dua kata, yaitu foto yang berhubungan dengan foton dan katalis yang merupakan suatu zat pengubah laju reaksi. Oleh karena itu, suatu material yang dapat mengubah reaksi kimia saat dikenai oleh paparan sinar (foton) disebut sebagai material fotokatalis (Ameta, dkk., 2018). Sinar yang digunakan oleh material fotokatalis dapat berupa sinar UV atau sinar tampak ( $\lambda > 420$  nm) (Liu, dkk., 2017a). Proses fotokatalisis berlangsung ketika permukaan material semikonduktor dikenai cahaya/foton (Saravanan, dkk., 2017). Cahaya dengan energi yang sama atau lebih besar dari energi celah pita material semikonduktor akan menyebabkan eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Hal ini menyebabkan terbentuknya pasangan *electron-hole* ( $e^-/h^+$ ) (Huang, dkk., 2016; Liu, dkk., 2017a). Proses generasi  $e^-/h^+$  akan membentuk agen pengoksidasi, seperti radikal hidroksil ( $\bullet\text{OH}$ ) atau radikal superoksida ( $\bullet\text{O}_2$ ) yang akan berperan dalam degradasi polutan organik (Hariganesh, dkk., 2020). Mekanisme fotokatalisis ditampilkan pada Gambar 2.2.

Material fotokatalis dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang, diantaranya fotodegradasi polutan organik, produksi gas hidrogen sebagai bahan bakar terbarukan melalui proses *water splitting*, dan fotoreduksi CO<sub>2</sub> menjadi metanol dan metana (He dan Zhang, 2019). Zhang, dkk. (2019) melaporkan bahwa senyawa fotokatalis juga dapat dimanfaatkan sebagai disinfektan dan *air purification*. Senyawa-senyawa yang dilaporkan memiliki sifat fotokatalis yaitu TiO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, ZnO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CdO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Karunakaran dan Senthilvelan, 2005), dan senyawa berstruktur Aurivillius (Gu, dkk., 2022). Mano, dkk. (2015) melaporkan bahwa senyawa-senyawa semikonduktor fotokatalis yang berhasil disintesis dapat berpotensi untuk mendegradasi senyawa organik dalam limbah cair melalui radiasi sinar UV dan sinar tampak dengan tingkat efisiensi degradasi yang berbeda. Hasil fotokatalis degradasi senyawa organik dalam limbah cair masing-masing senyawa ditampilkan pada Gambar 2.3. Beberapa contoh senyawa Aurivillius yang berpotensi sebagai material fotokatalis, yaitu (1) Bi<sub>5</sub>Ti<sub>3</sub>FeO<sub>15</sub> (Liu, dkk., 2017a), (2) Bi<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>12</sub> (Gu, dkk., 2017), (3) Bi<sub>2</sub>MoO<sub>6</sub> (Yang, dkk., 2021), dan (4) SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (Tu, dkk., 2019).



Gambar 2.2 Mekanisme fotokatalisis (Hariganesh, dkk., 2020).

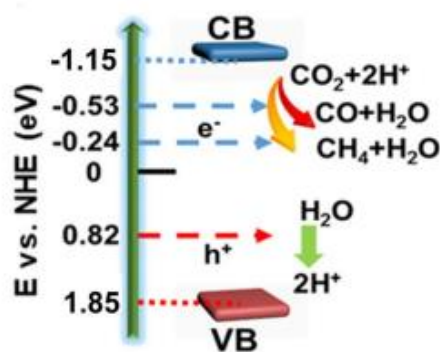


Gambar 2.3 Hasil fotokatalis degradasi senyawa organik dalam limbah cair masing-masing senyawa (Mano, dkk., 2015).

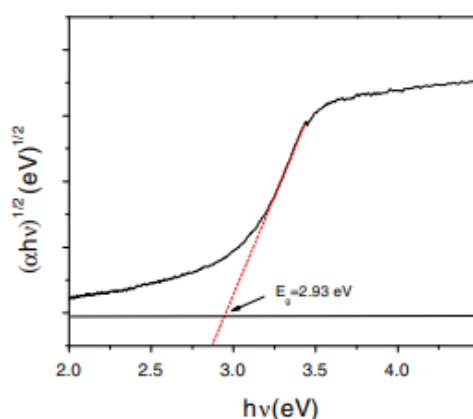
### 2.3 Senyawa Fotokatalis SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>

Material fotokatalis SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> dilaporkan mempunyai energi celah pita sebesar 3,00 eV yang bersesuaian dengan cahaya UV berpanjang gelombang (~420 nm) (Tu, dkk., 2019). Diagram level energi senyawa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> ditampilkan pada Gambar 2.4. Pada pita konduksi (*CB*) ditempati oleh orbital Ti-3*d*, sedangkan pita valensi (*VB*) ditempati oleh orbital O-2*p* dan Bi-6*s*. Oleh karena itu, *hole* (*h*<sup>+</sup>) yang tergenerasi pada pita valensi akan berpindah pada lapisan (Bi<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)<sup>2+</sup> dan akan terjadi transfer elektron pada lapisan Ti-O oktahedral. Laporan lain disampaikan oleh Nayak, dkk. (2014) bahwa senyawa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> yang berhasil disintesis mempunyai energi celah pita sebesar 2,93 eV. Hal ini mengindikasikan bahwa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> berpotensi sebagai senyawa fotokatalis. Gambar 2.5 menampilkan plot *Tauc* senyawa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub>. Aktivitas fotokatalisis SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> telah dilaporkan oleh Tu, dkk. (2019) yang menyatakan bahwa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> memiliki kemampuan mereduksi CO<sub>2</sub> menjadi CH<sub>4</sub> dengan laju sebesar 19,8 μmol·h<sup>-1</sup>·g<sup>-1</sup> dengan *apparent quantum efficiency* (AQE) mencapai 1,33% pada panjang gelombang 365 nm.





Gambar 2.4 Diagram level energi senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (Tu, dkk., 2019).

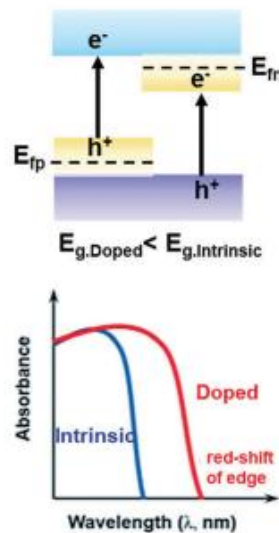


Gambar 2.5 Plot *Tauc* senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  (Nayak, dkk., 2014).

#### 2.4 Penurunan Energi Celah Pita Senyawa Fotokatalis Aurivillius dengan Pendopongan

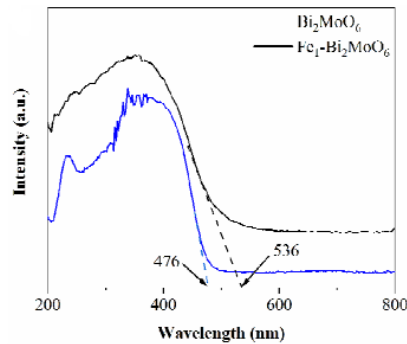
Salah satu strategi menurunkan energi celah pita material fotokatalis adalah dengan melakukan pendopongan. Beberapa logam yang telah dilaporkan dapat digunakan untuk mendoping senyawa fotokatalis Aurivillius adalah  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Er}^{3+}$ , dan  $\text{V}^{4+}$  (Liu, dkk., 2017b; Peng, dkk., 2012; Antony, dkk., 2021). Syarat logam dopan yang dapat digunakan yaitu harus memiliki ukuran jari-jari ion yang hampir sama dengan ukuran jari-jari ion yang akan disubstitusikan (Guo, dkk., 2017). Pendopongan dapat meningkatkan aktivitas fotokatalisis dengan cara: (1) logam dopan menggeser posisi pita konduksi atau pita valensi (penyempitan celah pita) untuk menghindari rekombinasi *electron-hole* dan (2) tingkat energi baru akan

terbentuk oleh logam dopan dengan energi celah pita yang lebih rendah (Gao, dkk., 2019; Wang, dkk., 2014). Gambar 2.6 menunjukkan grafik pergeseran energi celah pita suatu senyawa akibat pendopongan.

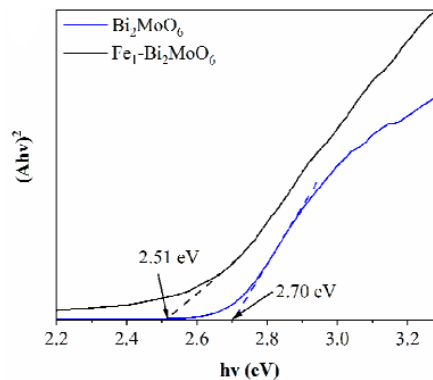


Gambar 2.6 Grafik pergeseran energi celah pita suatu senyawa akibat pendopongan (Gao, dkk., 2019).

Keberhasilan pendopongan pada senyawa Aurivillius dilaporkan oleh beberapa pihak. Yang, dkk. (2021) telah melakukan pendopongan logam  $\text{Fe}^{3+}$  pada senyawa  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  dan berhasil menggeser panjang gelombang dari daerah UV (350 nm) ke daerah sinar tampak (536 nm). Spektra serapan dari senyawa hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 2.7. Berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Kubelka-Munk energi celah pitanya berhasil turun dari 2,70 menjadi 2,51 eV. Penurunan energi celah pita ditampilkan pada Gambar 2.8.

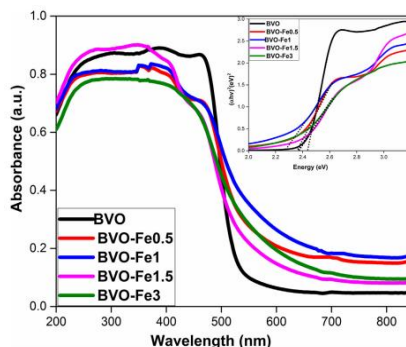


Gambar 2.7 Spektra UV-Vis DRS dari senyawa  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  terdoping  $\text{Fe}^{3+}$  (Yang, dkk., 2021).



Gambar 2.8 Penurunan energi celah pita senyawa  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  terdoping  $\text{Fe}^{3+}$  (Yang, dkk., 2021).

Regmi, dkk. (2017) juga melakukan sintesis  $\text{BiVO}_4$  terdoping logam  $\text{Fe}^{3+}$  dengan variasi konsentrasi logam dopan 0,5, 1, 1,5, dan 3 wt%. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa dopan  $\text{Fe}^{3+}$  dapat menurunkan energi celah pita dari 2,43 menjadi 2,35; 2,28; 2,36; 2,37 eV. Logam  $\text{Fe}^{3+}$  mengakibatkan terbentuknya pita konduksi baru pada orbital  $\text{Fe-3d}$  sehingga  $\text{BiVO}_4$  dapat aktif di daerah sinar tampak dan aktivitas fotokatalisisnya meningkat. Gambar 2.9 menunjukkan spektra penurunan energi celah pita senyawa  $\text{BiVO}_4$  yang terdoping  $\text{Fe}^{3+}$ .

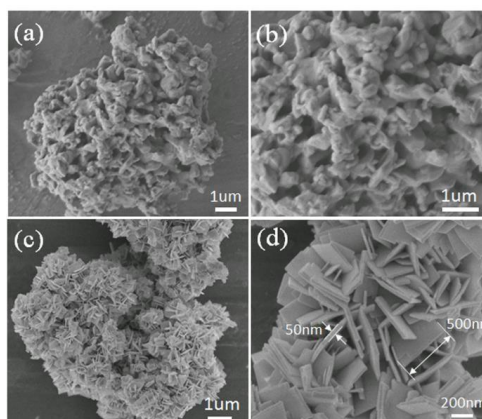


Gambar 2.9 Spektra penurunan energi celah pita senyawa  $\text{BiVO}_4$  yang terdoping  $\text{Fe}^{3+}$  (Regmi, dkk., 2017).

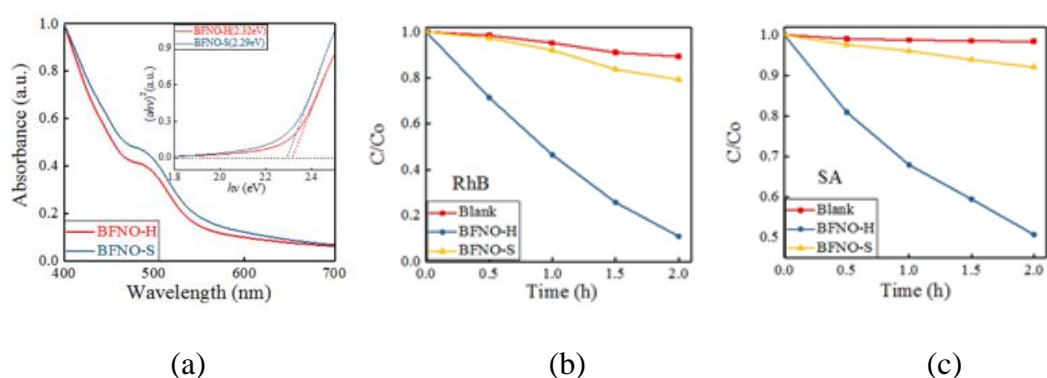
## 2.5 Pengaruh Morfologi Partikel Pada Aktivitas Fotokatalisis

Aktivitas fotokatalisis suatu senyawa dipengaruhi oleh luas permukaan dan morfologi partikel. Yin, dkk. (2018) melaporkan bahwa senyawa  $\text{Bi}_3\text{Fe}_{0.5}\text{Nb}_{1.5}\text{O}_9$  (BFNO) yang disintesis menggunakan metode hidrotermal (BFNO-H) dan metode padatan (BFNO-S) memiliki aktivitas fotokatalisis yang berbeda dikarenakan morfologi partikelnya juga berbeda. Senyawa BFNO-H memiliki morfologi teratur berupa lembaran berukuran nano (*nanosheet*) dengan lebar sekitar 500 nm dan ketebalan sekitar 50 nm, memiliki aktivitas fotokatalisis lebih kuat. Hal ini dikarenakan morfologi *nanosheet* memiliki luas permukaan yang cukup besar sehingga mempermudah transpor elektron dengan jarak migrasi antara *electron-hole* yang lebih pendek. Perbedaan morfologi partikel dari senyawa BFNO-H dan BFNO-S ditampilkan pada Gambar 2.10. Kekuatan aktivitas fotokatalisis yang dimiliki oleh senyawa BFNO-H dan BFNO-S dapat mempengaruhi kemampuan kedua senyawa tersebut dalam mendegradasi polutan organik. BFNO-H mampu mendegradasi zat warna *rhodamine B* sebesar 89% dibandingkan BFNO-S yang hanya 21% dan untuk fotodegradasi polutan asam salisilat, BFNO-H menunjukkan tingkat degradasi lebih tinggi (49%) daripada BFNO-S (8%). Perbandingan

aktivitas fotokatalisis senyawa BFNO-H dan BFNO-S dapat dilihat pada Gambar 2.11.



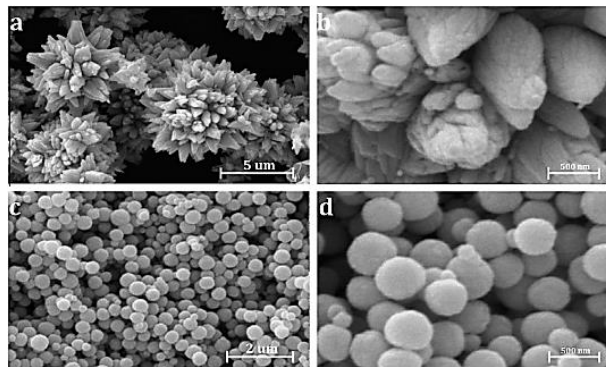
Gambar 2.10 Hasil karakterisasi SEM: (a) BFNO-S; (b) BFNO-S diperbesar; (c) BFNO-H; (d) BFNO-H diperbesar (Yin, dkk., 2018).



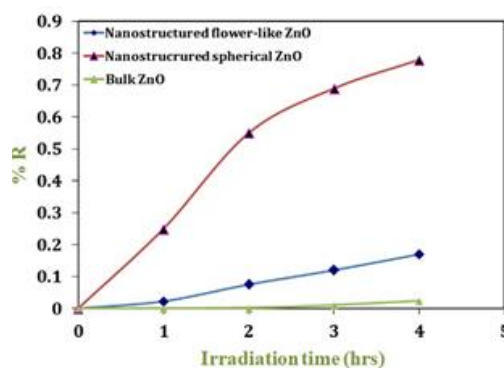
Gambar 2.11 (a) Spektra DRS senyawa BFNO-H dan BFNO-S; (b) kemampuan degradasi RhB senyawa BFNO-H dan BFNO-S; (c) kemampuan degradasi asam salisilat (SA) senyawa BFNO-H dan BFNO-S (Yin, dkk., 2018).

Laporan lain disampaikan oleh Kajbafvala, dkk. (2012) yang berhasil mensintesis seng oksida (ZnO) *nanostructures* dengan dua morfologi yang berbeda. Perbedaan morfologi yang dihasilkan mempengaruhi aktivitas fotokatalisis ZnO *nanostructures* dalam mendegradasi zat *methylene blue* (MB). ZnO *nanostructures* dengan morfologi bulat (*spherical-like*) mampu menggeser serapan sinar ke panjang gelombang yang lebih besar (384 nm) daripada ZnO *nanostructures*

dengan morfologi *flower-like*. Hal ini dikarenakan morfologi bulat memiliki luas permukaan partikel yang lebih besar sehingga perpindahan *electron-hole* dapat lebih mudah. Perbedaan morfologi partikel senyawa ZnO *nanostuctures* ditampilkan pada Gambar 2.12. ZnO *nanostuctures* dengan morfologi bulat memiliki aktivitas fotokatalisis lebih kuat dengan kemampuan mendegradasi zat MB sebesar 78%. Gambar 2.13 menunjukkan kemampuan fotodegradasi zat MB oleh ZnO *nanostuctures* dengan dua morfologi yang berbeda.



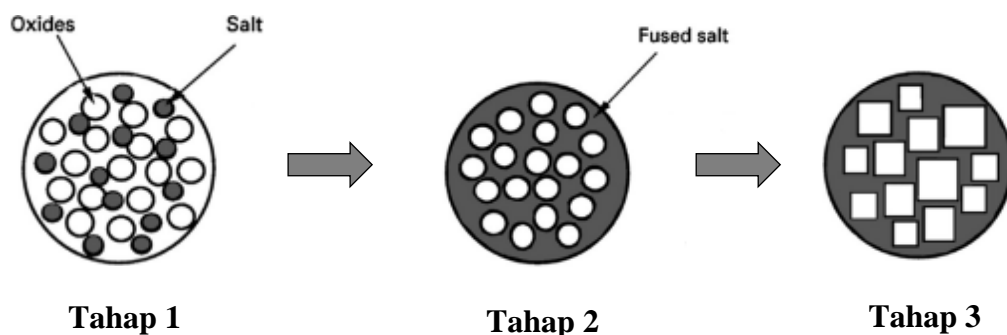
Gambar 2.12 Hasil karakterisasi SEM dari senyawa ZnO *nanostuctures*, (a) morfologi *flower-like* perbesaran rendah; (b) morfologi *flower-like* perbesaran tinggi; (c) morfologi bulat perbesaran rendah; (d) morfologi bulat perbesaran tinggi (Kajbafvala, dkk., 2012).



Gambar 2.13 Kemampuan fotodegradasi zat *methylene blue* (MB) oleh ZnO *nanstuctures* (Kajbafvala, dkk., 2012).

## 2.6 Metode Sintesis Lelehan Garam

Metode lelehan garam merupakan metode sintesis material yang melibatkan garam cair sebagai medium reaksi (pelarut) pembuatan oksida kompleks dari prekursor penyusunnya. Garam dengan titik leleh rendah ditambahkan ke reaktan dan dipanaskan dengan suhu di atas titik leleh garam tersebut (Kimura, 2011). Gupta dan Mao, (2021) melaporkan bahwa metode lelehan garam dapat digunakan untuk mengontrol karakteristik partikel dari produk akhir sintesis. Pada Gambar 2.14 ditampilkan mekanisme sintesis menggunakan metode lelehan garam. Terdapat tiga tahapan utama, yaitu : (a) proses pencampuran prekursor dengan garam cair, baik berupa garam tunggal maupun campuran eutektik sebagai medium reaksi; (b) proses pemanasan campuran (prekursor-garam) untuk membentuk fluks. Pada tahap ini terjadi penyeragaman molekul prekursor, disosiasi, penataan ulang, dan difusi; (c) proses nukleasi dan pertumbuhan partikel produk yang diawali dengan proses pengendapan garam cair melalui pemanasan, kemudian didinginkan dan dicuci dengan air untuk menghilangkan garam yang digunakan.



Gambar 2.14 Mekanisme sintesis menggunakan metode lelehan garam (Gupta dan Mao, 2021).

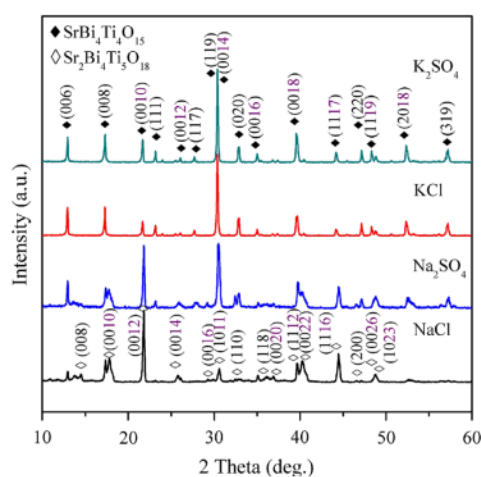
Selain ramah lingkungan, metode lelehan garam memiliki beberapa keunggulan, yaitu mudah dilakukan, murah, dan efisien (Gupta dan Mao, 2021). Penggunaan garam cair juga dapat meningkatkan laju reaksi dengan menurunkan suhu sintesis, meningkatkan homogenitas reaktan, mengontrol ukuran dan morfologi partikel, serta mengurangi tingkat aglomerasi (Zuniga, dkk., 2018). Untuk berhasil mensintesis kristal tunggal dengan morfologi dan ukuran partikel yang diinginkan, maka harus mempertimbangkan beberapa faktor seperti jenis dan jumlah garam yang digunakan (Chang, dkk., 2014).

## **2.7 Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dengan Metode Lelehan Garam**

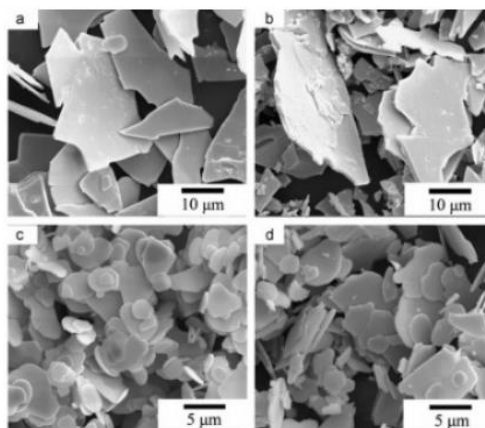
Beberapa pihak telah melaporkan keberhasilan dalam sintesis senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  menggunakan metode lelehan garam dengan variasi jenis garam. Chang, dkk. (2014) berhasil mensintesis senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  *microplatelets* dengan metode lelehan garam menggunakan variasi jenis garam NaCl,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , KCl, dan  $\text{K}_2\text{SO}_4$ . Pola difraksi sinar-X (XRD) yang ditampilkan pada Gambar 2.15 menunjukkan bahwa senyawa target  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  berhasil diperoleh saat disintesis menggunakan garam tunggal  $\text{K}_2\text{SO}_4$  dan KCl, namun masih terdapat pengotor berupa  $\text{Sr}_2\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$  saat disintesis menggunakan garam tunggal NaCl dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Hasil karakterisasi SEM senyawa produk yang ditampilkan pada Gambar 2.16 menunjukkan kristal berbentuk lempengan (*plate-like*). Penggunaan garam KCl menghasilkan partikel dengan ukuran yang lebih kecil daripada garam NaCl. Rasio garam dapat mempengaruhi morfologi dan ukuran partikel dari senyawa yang dihasilkan. Lelehan garam dengan rasio yang lebih tinggi akan memperlambat laju pertumbuhan partikel sehingga menghasilkan morfologi partikel yang lebih



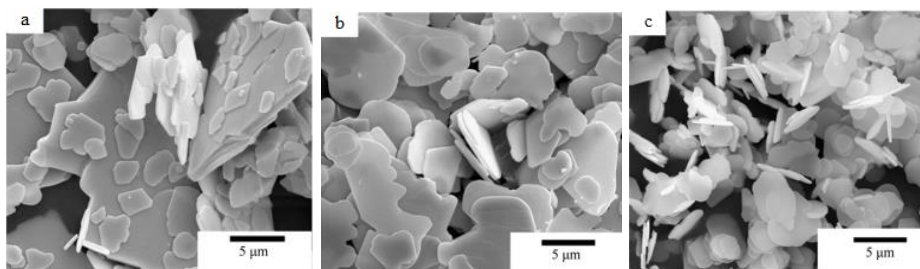
seragam dan ukuran yang lebih kecil. Gambar 2.17 menunjukkan bahwa semakin tinggi rasio garam KCl terhadap oksida, ukuran partikel  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  akan semakin kecil.



Gambar 2.15 Difraktogram senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  menggunakan variasi jenis garam NaCl,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , KCl dan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  (Chang, dkk., 2014).

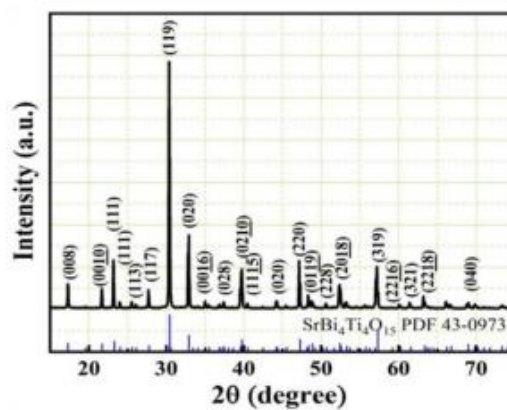


Gambar 2.16 Hasil karakterisasi SEM senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang disintesis menggunakan garam (a) NaCl; (b)  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ; (c) KCl; dan (d)  $\text{K}_2\text{SO}_4$  (Chang, dkk., 2014).

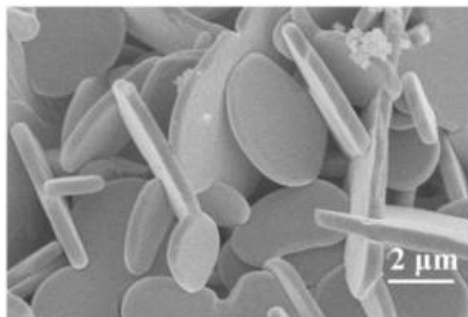


Gambar 2.17 Hasil karakterisasi SEM senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang disintesis menggunakan garam KCl dengan rasio garam terhadap oksida (a) 0,5:1; (b) 0,75:1; dan (c) 1,5:1 (Chang, dkk., 2014).

Lin, dkk. (2020) juga berhasil mensintesis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  *nanosheets* dengan metode lelehan garam tunggal KCl. Pola difraksi sinar-X yang ditampilkan pada Gambar 2.18 menunjukkan bahwa fasa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  murni berhasil diperoleh tanpa adanya pengotor. Senyawa target yang terbentuk memiliki morfologi khas berupa lembaran-lembaran berukuran nano (*nanosheets*) dan memiliki ukuran yang seragam dengan ketebalan 250 nm. Hasil karakterisasi SEM dari senyawa target ditampilkan pada Gambar 2.19.



Gambar 2.18 Difraktogram senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  *nanosheets* menggunakan metode lelehan garam tunggal KCl (Lin, dkk., 2020).

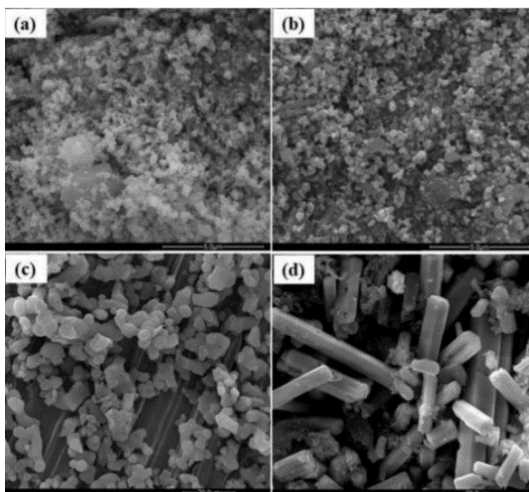


Gambar 2.19 Hasil karakterisasi SEM senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  *nanosheets* menggunakan metode lelehan garam tunggal KCl (Lin, dkk., 2020).

## 2.8 Pengaruh Jenis Garam Terhadap Morfologi Partikel Senyawa Aurivillius

Pada metode lelehan garam, jenis garam yang digunakan dapat mempengaruhi morfologi partikel dari senyawa yang disintesis. Penggunaan jenis garam tertentu sebagai pelarut untuk oksida penyusunnya dapat menyebabkan pencampuran tingkat molekuler dari reaktan yang berbeda dan menghasilkan struktur homogen dari produk. Liu, dkk. (2020) telah melaporkan bahwa senyawa Aurivillius  $\text{Y}_{0,95}\text{Sm}_{0,02}\text{Eu}_{0,03}\text{VO}_4$  yang disintesis memiliki morfologi berbeda saat disintesis menggunakan jenis garam yang berbeda. Gambar 2.20 menunjukkan gambar SEM dari senyawa produk hasil sintesis dari penggunaan jenis garam yang berbeda yaitu  $\text{KNO}_3$ ,  $\text{NaNO}_3$ , KCl, dan NaCl. Produk memiliki bentuk yang tidak beraturan dan terjadi aglomerasi saat menggunakan garam  $\text{KNO}_3$  dan aglomerasi menjadi berkurang saat menggunakan garam cair  $\text{NaNO}_3$ . Pada saat menggunakan garam cair KCl, produk memiliki bentuk partikel bulat dengan diameter sebesar 5  $\mu\text{m}$ . Sedangkan saat menggunakan garam cair NaCl, produk yang dihasilkan memiliki bentuk partikel seperti batang yang teratur dengan diameter sekitar 20  $\mu\text{m}$ . Hal ini menunjukkan bahwa perbedaan penggunaan garam cair akan mempengaruhi

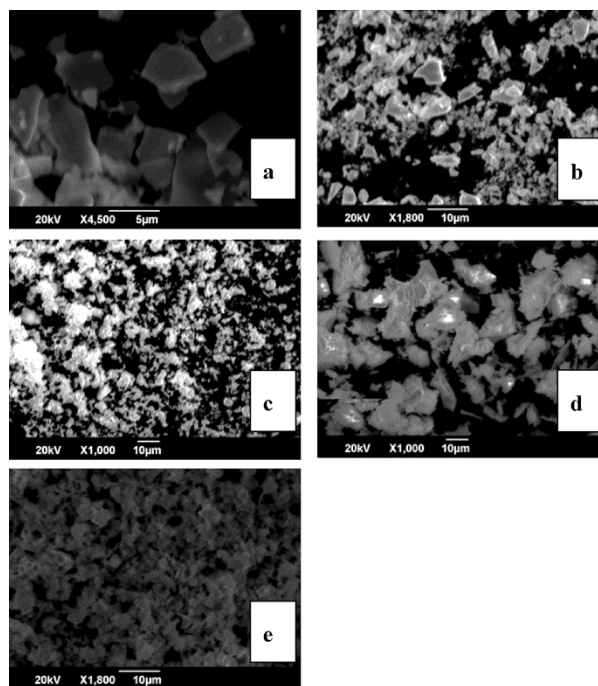
kondisi lingkungan reaksi sehingga morfologi partikel senyawa produk juga akan berbeda.



Gambar 2.20 Hasil karakterisasi SEM senyawa  $Y_{0.95}Sm_{0.02}Eu_{0.03}VO_4$  yang disintesis menggunakan jenis garam (a)  $KNO_3$ ; (b)  $NaNO_3$ ; (c)  $KCl$ ; (d)  $NaCl$  (Liu, dkk., 2020).

Li, dkk. (2012) juga melaporkan bahwa senyawa  $Bi_3NbTiO_9$  (BNT0) yang berhasil disintesis memiliki perbedaan morfologi partikel saat disintesis menggunakan jenis garam yang berbeda. Penggunaan jenis garam akan mempengaruhi laju reaksi pertumbuhan produk yang selanjutnya akan berpengaruh terhadap ukuran dan morfologi partikel senyawa produk. Senyawa BNT0 yang dihasilkan berukuran kecil sekitar  $1 \mu m$  dengan morfologi *plate-like* yang seragam saat disintesis dengan garam karbonat. Morfologi *plate-like* dengan ukuran kecil ( $5-6 \mu m$ ) juga diperoleh senyawa BNT0 saat disintesis menggunakan garam klorida, khususnya saat disintesis dengan garam  $KCl$  menghasilkan morfologi dengan tipe *quadrate-like*. Namun saat disintesis menggunakan garam sulfat, senyawa BNT0 menunjukkan morfologi seperti blok tidak teratur dan berukuran besar sekitar  $20$

$\mu\text{m}$ . Perbedaan morfologi partikel dari senyawa BNT0 yang disintesis menggunakan variasi jenis garam ditampilkan pada Gambar 2.21.



Gambar 2.21 Hasil karakterisasi SEM senyawa  $\text{Bi}_3\text{NbTiO}_9$  (BNT0) yang disintesis menggunakan jenis garam (a) KCl; (b) NaCl; (c)  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ; (d)  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ; (e) SSR (Li, dkk., 2012).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini dilakukan pada Bulan Juni-Juli 2022 di Laboratorium Kimia Fisika Edukasi, Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

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

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, seperangkat alat gelas, *mortar agate*, neraca analitik, tanur, *hotplate*, krus alumina, oven, seperangkat instrumen XRD, seperangkat instrumen SEM-EDS, seperangkat instrumen UV-Vis DRS.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (Aldrich, 99,9%),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (Aldrich, 99,9%),  $\text{SrCO}_3$  (Aldrich, 99,9%),  $\text{TiO}_2$  (Aldrich, 99,9%),  $\text{NaCl}$  (Aldrich 99,5% serbuk),  $\text{KCl}$  (Aldrich 99,5% serbuk),  $\text{AgNO}_3$  (Aldrich, larutan 2,5%), aseton, dan aquades.

### 3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

a. Tahap preparasi sampel

Proses ini mencakup pengadaan alat dan bahan, perhitungan jumlah prekursor, penggilingan (*grinding*) prekursor, dan proses homogenasi.

b. Tahap sintesis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  dengan metode lelehan garam

Proses ini mencakup kalsinasi sampel pada suhu di atas titik leleh garam, yaitu pada suhu 825 dan 850°C selama 6 jam, kemudian dilanjutkan dengan pendinginan sampai suhu ruang dan penghilangan garam menggunakan air panas.

c. Tahap karakterisasi

Proses ini mencakup karakterisasi dan analisa produk menggunakan (a) XRD untuk mengetahui struktur kristal dan fasa produk yang terbentuk, (b) SEM-EDS untuk mengetahui morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur senyawa, dan (c) UV-Vis DRS untuk mengetahui nilai energi celah pita senyawa produk.

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Preparasi Bahan

Sintesis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  sebanyak 3 gram diawali dengan mencampurkan prekursor ( $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ , dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) secara stoikiometri sesuai dengan perhitungan yang ditampilkan pada Lampiran. Hasil perhitungan prekursor dan garam dirangkum pada Tabel 3.1. Prekursor yang telah disiapkan selanjutnya digerus menggunakan *mortar agate* selama 1 jam dan ditambahkan aseton untuk menghomogenkan sampel.

Tabel 3.1 Massa tiap-tiap prekursor hasil perhitungan

Jenis Garam	Massa target (gram)	Massa Pereaksi (gram)					
		SrCO <sub>3</sub>	Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	NaCl	KCl
NaCl tunggal	3	0,3248	2,0502	0,6943	0,0088	0,8984	-
KCl tunggal	3	0,3248	2,0502	0,6943	0,0088	-	1,1481
Campuran NaCl-KCl	3	0,3248	2,0502	0,6943	0,0088	0,8984	1,1481

### 3.4.2 Sintesis SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub> dengan Metode Lelehan Garam

Sampel yang telah dihaluskan akan dicampurkan dengan garam, yaitu garam NaCl, KCl dan campuran NaCl-KCl. Rasio garam NaCl-KCl yang digunakan yaitu 1:1, sedangkan rasio senyawa oksida dan garam adalah 1:7. Campuran sampel dengan masing-masing garam tersebut dihomogenkan dengan digerus dalam *mortar agate* selama 1 jam. Kemudian sampel dikalsinasi pada suhu 825 dan 850°C selama 6 jam. Sampel dikeluarkan dari tanur dan didinginkan pada suhu ruang, kemudian dicuci berulang kali menggunakan aquades hangat untuk menghilangkan garam. Kandungan garam dalam produk dapat dianalisis dengan meneteskan larutan AgNO<sub>3</sub> ke dalam filtrat. Indikasi masih adanya garam dalam filtrat yaitu jika terbentuk endapan putih, sehingga harus dilakukan pencucian sampai kadar garam benar-benar hilang. Setelah kadar garam hilang, produk di oven pada suhu 90°C selama 6 jam.



### 3.4.3 Karakterisasi Sampel Produk $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$

#### a. Karakterisasi Menggunakan XRD

Sampel sebanyak kurang lebih 0,5 g ditempatkan pada *sample holder*. Pengukuran dilakukan pada suhu kamar menggunakan XRD dengan radiasi  $\text{Cu K}\alpha$  pada 40 kV dan 15 mA pada rentang  $2\theta = 10-80^\circ$ . Difraktogram senyawa produk yang dihasilkan akan dibandingkan dengan ICSD No. 96608.

#### b. Karakterisasi Menggunakan SEM-EDS

Sebanyak 50 mg sampel ditempatkan pada *sample holder* dan diratakan, kemudian ditempatkan pada instrumen dan dilakukan analisa dengan beberapa perbesaran 2.000, 7.000, 15.000, dan 20.000 kali. Setelah itu diukur dimensinya dan dilakukan pengolahan data menggunakan *software image-J*.

#### c. Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS

Sampel yang akan dianalisis ditempatkan pada *sample holder*, kemudian diukur reflektansinya pada rentang panjang gelombang 200-800 nm.

### 3.4.4 Analisis Data

#### a. Analisis Data XRD

Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan XRD adalah difraktogram yang selanjutnya akan dibandingkan dengan standar  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yang terdapat pada database *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD). Setelah itu dilakukan analisa (*refinement*) data XRD yang diperoleh dengan perangkat lunak *Rietica* menggunakan metode *Le-Bail* yang bertujuan untuk mengidentifikasi data kristalografi. Selain itu dari data difraksi

sinar-X juga dapat menunjukkan kristalinitas dan kemurnian  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  hasil sintesis.

#### **b. Analisis Data SEM-EDS**

Hasil karakterisasi SEM-EDS berupa morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur-unsur penyusun senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ . Gambar hasil karakterisasi diolah menggunakan *software image-J*.

#### **c. Analisis Data UV-Vis DRS**

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

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

$F(R)$  adalah faktor Kubelka-Munk,  $K$  adalah koefisien absorpsi molar,  $S$  adalah koefisien *scattering*, dan  $R$  adalah nilai reflektan yang diukur. Nilai energi celah pita ditentukan dari membuat plot antara energi foton ( $h\nu$ ) sebagai sumbu  $x$  dan  $(F(R).h\nu)^{1/2}$  sebagai sumbu  $y$ . Energi foton ( $h\nu$ ) dihitung berdasarkan data panjang gelombang yang terukur, dimana  $h\nu = hc/\lambda$  dengan  $c$  adalah tetapan cahaya dan  $h$  adalah tetapan plank. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai  $x$  ( $h\nu =$  energi celah pita) ketika  $y=0$ .

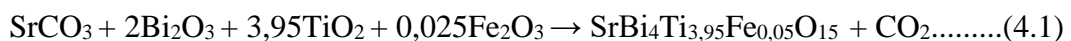
## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

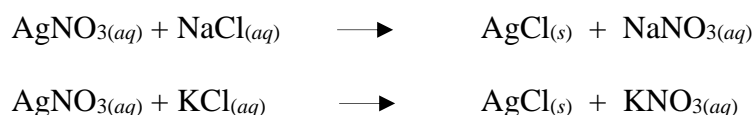
Pada penelitian telah dilakukan sintesis senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  menggunakan metode lelehan garam dengan variasi garam NaCl, KCl, dan NaCl/KCl dengan menggunakan suhu kalsinasi pada 825 dan 850°C masing-masing 6 jam. Senyawa produk hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan: (a) XRD untuk mengetahui fasa dan struktur kristal yang terbentuk, (b) SEM-EDS untuk mengetahui morfologi partikel dan komposisi unsur-unsur penyusun senyawa hasil sintesis, dan (c) UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita senyawa hasil sintesis.

#### **4.1 Sintesis Senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ dengan Metode Lelehan Garam**

Sintesis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  dilakukan dengan mereaksikan prekursor ( $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ , dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan masing-masing garam (NaCl, KCl, dan NaCl/KCl) serta ditambahkan aseton selama proses penggerusan untuk meningkatkan homogenitas prekursor dan garam. Penggunaan jenis garam yang berbeda akan mempengaruhi fasa dan morfologi partikel senyawa produk (Chang, dkk., 2014; Liu, dkk., 2020). Setelah itu, sampel dikalsinasi pada suhu di atas titik leleh garam agar reaksi dapat berjalan melalui medium garam yang telah meleleh. Kalsinasi awal dilakukan pada suhu 825°C selama 6 jam, kemudian dilakukan kalsinasi kedua dengan suhu 850°C selama 6 jam untuk memaksimalkan pertumbuhan kristal senyawa produk. Reaksi yang terjadi dalam sintesis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  ditampilkan pada persamaan 4.1.



Terdapat perubahan warna sampel sebelum dan sesudah dikalsinasi yang ditampilkan pada Gambar 4.1. Perubahan warna selama proses kalsinasi mengindikasikan bahwa telah terjadi reaksi (persamaan 4.1) antar prekursor dan terbentuk senyawa baru. Senyawa hasil sintesis kemudian dicuci dengan aquades panas agar kandungan garam hilang dan dilakukan identifikasi kandungan garam dalam filtrat menggunakan larutan  $\text{AgNO}_3$ . Jika sampel masih mengandung garam, maka akan terbentuk endapan putih pada filtrat. Pencucian dilakukan selama seminggu sampai kandungan garam dalam sampel benar-benar hilang. Reaksi yang terjadi antara garam dan  $\text{AgNO}_3$  sebagai berikut:



#### 4.2 Karakterisasi $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ Menggunakan XRD

Hasil karakterisasi XRD dari senyawa produk  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  ditampilkan pada Gambar 4.2 dan menunjukkan kesesuaian dengan data standar senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  (ICSD No. 96608). Difraktogram tersebut juga menunjukkan keberadaan puncak-puncak khas dari senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  pada  $2\theta(^{\circ})= 17,3; 23,2; 30,4; 32,9; 39,7; 47,16; 52,3; \text{ dan } 57,15$ . Hal ini menunjukkan bahwa sintesis senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  berhasil dilakukan. Produk murni dihasilkan oleh sampel yang disintesis menggunakan garam KCl. Sedangkan saat sampel disintesis menggunakan garam NaCl dan campuran (NaCl/KCl) muncul puncak-puncak baru yang diduga pengotor di posisi  $2\theta(^{\circ})= 30,64; 15,95 \text{ dan } 35,17$ . Hasil identifikasi menunjukkan bahwa puncak baru

tersebut berasal dari prekursor yaitu  $\text{TiO}_2$  ( $30,64^\circ$ ) dan  $\text{SrCO}_3$  ( $15,95^\circ$ ) serta terbentuk fasa baru berupa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  ( $35,17^\circ$ ).

Keberadaan pengotor pada sintesis dengan menggunakan garam NaCl dan NaCl/KCl menunjukkan bahwa senyawa produk dipengaruhi oleh jenis garam yang digunakan. Lelehan garam berperan sebagai medium reaksi (pelarut) yang memudahkan difusi ionik antar reaktan (prekursor) (Gupta dan Mao, 2021). Kelarutan prekursor terhadap garam akan mempengaruhi laju difusi. Reaktan yang lebih dulu larut dalam lelehan garam akan berdifusi ke permukaan reaktan yang kurang larut sehingga akan bereaksi membentuk fasa produk (Naeini, dkk., 2012). Adanya pengotor berupa prekursor mengindikasikan bahwa reaksi pembentukan produk belum sempurna.

Difraktogram senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  pada puncak  $30,4^\circ$  ditampilkan pada Gambar 4.3 dan menunjukkan adanya pergeseran puncak ke arah  $2\theta$  yang lebih besar. Hal ini menunjukkan bahwa dopan Fe berhasil tersubstitusi dalam senyawa produk. Adanya dopan Fe menyebabkan perubahan ukuran kisi sel kristal yang semakin kecil karena  $\text{Fe}^{3+}$  (0,064 nm) memiliki jari-jari lebih kecil dibandingkan  $\text{Ti}^{4+}$  (0,068 nm) (Guo, dkk., 2017). Namun dopan Fe tidak berpengaruh terhadap derajat kristalinitas senyawa produk yang ditunjukkan dengan ketajaman seluruh puncak difraksi pada difraktogram senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ .

#### **4.3 Refinement Data XRD $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$**

Difraktogram senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yang tidak mengandung pengotor (hasil sintesis menggunakan garam KCl) selanjutnya dilakukan *refinement* dengan metode Le-Bail untuk mendapatkan data kristalografinya.

Proses *refinement* menggunakan data standar SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (ICSD No. 96608) dengan sistem kristal ortorombik, grup ruang A2<sub>1</sub>am, parameter kisi  $a = 5,4510$ ,  $b = 5,4415$ ,  $c = 41,0233$ , dan  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ . Hasil *refinement* senyawa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub> dirangkum pada Tabel 4.1 dan plot hasil *refinement* ditampilkan pada Gambar 4.4.

Parameter kecocokan antara senyawa produk dengan data standar ditunjukkan oleh nilai residu profil ( $R_p$ ), residu profil berbobot ( $R_{wp}$ ), dan *goodness-of-fit* ( $\chi^2$ ) (Souza, 2008). Nilai  $R_p$  dan  $R_{wp}$  yang dihasilkan yaitu dibawah 15%. Semakin kecil nilainya (<15%) mengindikasikan bahwa senyawa produk SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub> yang disintesis dengan garam KCl memiliki kecocokan yang tinggi dengan data standar SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>4</sub>O<sub>15</sub> (ICSD No. 96608) (Andrieux, dkk., 2018).

#### 4.4 Karakterisasi dan Analisis SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub> Menggunakan SEM-EDS

Senyawa produk SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub> yang telah disintesis menggunakan metode lelehan garam NaCl, KCl, dan NaCl/KCl selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur-unsur dalam senyawa. Mikrograf senyawa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub> pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa senyawa produk memiliki morfologi khas *plate-like* dengan bentuk *irregular* dan masih terdapat aglomerasi sehingga ukuran dan luas permukaan partikel tidak dapat diamati dengan jelas.

Sampel yang disintesis menggunakan garam campuran (NaCl/KCl) memiliki bentuk partikel yang lebih tipis dan memanjang serta aglomerasinya berkurang. Saat disintesis menggunakan garam KCl, senyawa produk memiliki morfologi *plate-like* dengan bentuk lebih teratur (tetragonal). Hal ini berarti bahwa jenis garam yang digunakan dapat mempengaruhi morfologi partikel yang terbentuk. Penelitian sebelumnya Akdogan, dkk. (2006) melaporkan bahwa

senyawa  $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$  mengalami peningkatan *aspect ratio* (rasio panjang terhadap lebar partikel) saat disintesis menggunakan garam campuran NaCl/KCl (1:1) dan memiliki morfologi berupa lempengan-lempengan yang memanjang. Saat disintesis menggunakan garam tunggal KCl, senyawa  $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$  menghasilkan morfologi berbentuk tetragonal dengan *aspect ratio* lebih rendah.

Sintesis senyawa metode MSS mempunyai dua tahapan utama dalam proses pertumbuhan partikel yaitu: (a) nukleasi dan (b) *crystal growth* (Meir, 2017). Pembentukan inti kristal terjadi pada tahap nukleasi, sedangkan pada tahap *crystal growth* terjadi proses pertumbuhan inti kristal yang dapat mempengaruhi ukuran dan morfologi partikel. Jika laju pertumbuhan kristal lebih cepat daripada nukleasi, maka dihasilkan partikel dengan ukuran yang lebih besar (Maulidiantiyas, dkk., 2021). Morfologi partikel senyawa produk juga dipengaruhi oleh kelarutan prekursor (reaktan) terhadap garam yang digunakan. Reaktan yang kurang larut dalam lelehan garam akan terlebih dulu membentuk fasa produk dan menyebabkan aglomerasi pada permukaan partikel.

Dopan Fe yang tersubstitusi secara berlebih juga menyebabkan aglomerasi dan mempengaruhi struktur *plate-like* yang diadopsi oleh senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  menjadi tidak beraturan (*irregular*). (Chen, dkk., 2016) melaporkan bahwa dopan Cr yang tersubstitusi berlebihan pada senyawa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  merusak struktur *nanosheet* yang terbentuk dan menimbulkan aglomerasi pada permukaan partikel. Jika dopan tersubstitusi dalam jumlah yang tepat, maka senyawa produk akan mempertahankan morfologi yang diadopsi dan ukuran partikelnya berkurang. Spektra EDS yang ditampilkan pada Gambar 4.6 dan hasilnya dirangkum pada Tabel 4.2 menunjukkan komposisi unsur-unsur penyusun

senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ . Unsur penyusun senyawa produk yaitu strontium, bismut, titanium, besi, dan oksigen. Dopan Fe telah berhasil mensubstitusi senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ , namun melebihi jumlah yang seharusnya secara teoritis yaitu 0,21%.

#### 4.5 Karakterisasi dan Analisis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ Menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi UV-Vis DRS senyawa produk  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  dilakukan untuk mengetahui nilai panjang gelombang dan energi celah pita yang dihasilkan. Gambar 4.7 menunjukkan bahwa senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  dapat bekerja di daerah sinar *ultraviolet* maupun sinar tampak pada rentang panjang gelombang 380-450 nm. Hasil serapan di daerah sinar tampak yang paling baik ditunjukkan oleh senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yang disintesis menggunakan garam KCl karena memiliki intensitas (% reflektansi) terendah dan panjang gelombang bergeser ke arah yang lebih besar. Data reflektansi yang diperoleh selanjutnya dianalisis menggunakan persamaan Kubelka-Munk untuk menentukan energi celah pita senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.8 dan energi celah pita yang dihasilkan dirangkum pada Tabel 4.3.

Spektra UV-Vis DRS pada Gambar 4.8 menunjukkan bahwa senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  memiliki energi celah pita dibawah 3,00 eV. Hal ini menunjukkan bahwa adanya dopan Fe berhasil meningkatkan serapan senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ke daerah sinar tampak. Dopan Fe menyebabkan perubahan transisi elektronik yang dimungkinkan terjadi dari orbital  $\text{Bi-6s} + \text{O-2p}$  (pita valensi) ke  $\text{Ti-3d}$  (pita konduksi) berubah menjadi orbital  $\text{Bi-6s} + \text{O-2p}$  (pita valensi) ke  $\text{Fe-3d}$  (pita konduksi) (Gu, dkk., 2017).



Energi celah pita terkecil (2,32 eV) dan daerah serapan paling baik (535 nm) diperoleh senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  yang disintesis menggunakan garam KCl dimana kemurnian produk sangat tinggi. Urutan energi celah pita senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  dari yang terkecil yaitu sintesis dengan garam  $\text{KCl} < \text{NaCl} < \text{NaCl/KCl}$ . Keberadaan pengotor dapat mempengaruhi serapan sinar tampak dan energi celah pita senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ . Khairurrijal, (2014) melaporkan hasil sintesis  $\text{TiO}_2$  tidak murni dan memiliki energi celah pita yang lebih dari satu serta spektrum absorpsi yang melebar.

#### 4.6 Sintesis Material Fotokatalis $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$ dalam Perspektif Islam

Agama Islam telah mengatur setiap kehidupan umatnya, yaitu mengatur hubungan manusia dengan Tuhannya (Allah SWT) yang disebut *mu'amalah ma'a Allah*, mengatur hubungan manusia dengan manusia yang disebut *mu'amalah ma'a an-nas*, dan mengatur hubungan manusia dengan alam yang disebut *mu'amalah ma'a al-alam* (Al-Fauzan, 2013). Aturan-aturan tersebut ada agar manusia dapat mencapai kebahagiaannya di dunia dan akhirat. Hubungan manusia dengan Tuhan (*mu'amalah ma'a Allah*) berkaitan dengan keyakinan kaum muslim kepada Allah dan sifat-sifat yang melekat pada-Nya. *Mu'amalah ma'a Allah* dalam ajaran Islam bersifat timbal-balik, yaitu manusia melakukan hubungan dengan Tuhan dan Tuhan juga melakukan hubungan dengan manusia. Tujuan hubungan manusia dengan Allah yaitu untuk pengabdian atau ibadah, sebagaimana firman Allah SWT dalam Al-Quran surah Adz-Dzariat ayat 56 :

وَمَا خَلَقْتُ الْجِنَّ وَالْإِنْسَ إِلَّا لِيَعْبُدُونِ

Artinya : “Dan tidak aku ciptakan jin dan manusia melainkan supaya mereka menyembah kepada ku”.

Menurut Shihab, (2021) yang tertulis pada tafsir al-mishbah, ayat diatas menggunakan bentuk persona pertama (aku) yang menunjukkan bahwa penciptaan jin dan manusia oleh Allah untuk menghasilkan suatu manfaat yang kembali kepada Allah dan tujuan penciptaan mereka adalah untuk beribadah kepada Allah. Salah satu ibadah yang dapat dilakukan oleh umat manusia kepada Allah SWT yaitu menuntut ilmu. Manusia dapat dengan bijak memanfaatkan segala hal yang telah Allah sediakan di alam semesta ini dengan ilmu yang diperoleh. Sintesis material fotokatalis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  dengan metode lelehan garam NaCl, KCl, dan NaCl/KCl dalam penelitian ini merupakan suatu upaya dalam memanfaatkan sumber daya yang telah diciptakan Allah SWT. Pemanfaatan garam-garam tersebut sebagai medium pereaksi dan senyawa-senyawa seperti strontium karbonat, titanium dioksida, bismut oksida, dan besi (II) oksida sebagai prekursor (bahan) dalam proses sintesis menunjukkan bahwa semua hasil ciptaan Allah di muka bumi tidak ada yang sia-sia. Allah berfirman pada Q.S. Shaad (38): 27

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

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

Menurut tafsir ath-thabari ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا memiliki arti sesungguhnya anggapan bahwa kami menciptakan langit dan bumi secara batil (tanpa hikmah) dan main-main adalah anggapan orang-orang yang kufur kepada Allah dalam arti tidak mengesakan-Nya dan tidak mengenal kebesaran-Nya, padahal tidak sepatutnya Allah berbuat sia-sia, sehingga dengan demikian mereka meyakini bahwa Allah

tidak menciptakan sesuatu secara sia-sia. Manusia merupakan makhluk utusan Allah sebagai khalifah di bumi ini, sehingga sudah sepatutnya melakukan pemeliharaan alam (Rabbul ‘Alamin). Allah berfirman dalam surat Hud ayat 61:

وَإِلَىٰ تَمُودَ أَخَاهُمْ صَالِحًا قَالَ يَا قَوْمِ اعْبُدُوا اللَّهَ مَا لَكُمْ مِن إِلَهٍ غَيْرُهُ ۖ هُوَ أَنشَأَكُم مِّنَ الْأَرْضِ  
وَاسْتَعْمَرَكُمْ فِيهَا فَاسْتَغْفِرْ لَهُ ثُمَّ تَابُوا إِلَيْهِ ۗ إِنَّ رَبِّي قَرِيبٌ مُّجِيبٌ

Artinya : “*dan kepada Tsamud) kami utus (saudara mereka shaleh. Shaleh berkata: “Hai kaumku, sembahlah Allah, sekali-kali tidak ada bagimu Tuhan selain Dia. Dia telah menciptakan kamu dari bumi) tanah (dan menjadikan kamu pemakmurnya, karena itu mohonlah ampunan-Nya, kemudian bertobatlah kepada-Nya, Sesungguhnya Tuhanku amat dekat) rahmat-Nya (lagi memperkenankan) doa hamba-Nya”.*

Pada tafsir al-mishbah disebutkan bahwa Thabathaba’i memahami kata (استعمركم في الارض) *ista’marakum fi al-ardh* memiliki arti Allah SWT telah mewujudkan melalui bumi ini, manusia yang dia sempurnakan tahap demi tahap dan menganugerahkannya fitrah berupa potensi untuk mampu mengolah bumi dan dapat memanfaatkannya untuk kepentingan hidupnya. Keseluruhan ayat pada Q.S. Hud (11): 62 mengandung perintah secara langsung maupun tidak langsung kepada manusia untuk membangun bumi dalam kedudukannya sebagai khalifah (Tafsir al-misbah). Manusia dan alam memiliki suatu hubungan yang berkaitan dan saling membutuhkan (*Mu’amalah ma’a al-alam*). Namun seringkali aktivitas manusia, seperti kegiatan industri dan rumah tangga menghasilkan limbah cair (polutan organik) yang dapat merusak lingkungan.

Senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  hasil sintesis dalam penelitian ini dapat digunakan sebagai salah satu strategi untuk menanggulangi permasalahan tersebut, sehingga proses pengelolaan dan pemeliharaan alam dapat berjalan dengan maksimal. Senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  sebagai material fotokatalis secara efektif

dapat mendegradasi polutan organik menjadi senyawa yang lebih aman sebelum dibuang ke perairan sehingga tidak membahayakan ekosistem air. Selain itu juga memberikan manfaat untuk manusia lainnya (*mu'amalah ma'a an-nas*) karena perairan yang bebas dari polutan organik akan menghasilkan sumber air minum yang aman bagi kesehatan umat manusia. Alam semesta yang telah diciptakan secara sempurna oleh Allah membutuhkan manusia untuk merawatnya dan manusia juga membutuhkan alam semesta sebagai sarana berinteraksi antar sesama (manusia lainnya) sehingga alam semesta harus dijaga dan dilestarikan dengan cerdas dan tepat.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa material fotokatalis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  berhasil disintesis dengan metode lelehan garam NaCl, KCl, dan NaCl/KCl. Senyawa murni terbentuk saat menggunakan garam KCl dengan sistem kristal ortorombik dan grup ruang  $A2_1am$ . Pengotor masih terbentuk saat disintesis dengan garam NaCl dan NaCl/KCl, berupa prekursor  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{SrCO}_3$  serta terbentuk fasa baru berupa  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ . Hasil SEM-EDS menunjukkan morfologi khas *plate-like* dengan bentuk *irregular* dan masih terdapat aglomerasi. Didapatkan hasil UV-Vis DRS berupa energi celah pita dibawah 3,00 eV dan menunjukkan bahwa dopan Fe berhasil tersubstitusi sehingga meningkatkan serapan senyawa produk ke daerah sinar tampak.

#### **5.2 Saran**

Sebaiknya perlu dilakukan penambahan jumlah garam terhadap oksida untuk menghasilkan morfologi yang lebih seragam dan ukuran partikel yang lebih kecil serta diperlukan uji fotokatalisis untuk mengetahui kemampuan senyawa fotokatalis  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  dalam mendegradasi limbah zat warna.

## DAFTAR PUSTAKA

- Akdogan, E.K., Brennan, R.E., Allahverdi, M. dan 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.
- Al-Bakri, A.A., Muhammad, M.A., Khalaf, M.A.L., Hamid, M.M.A. 2007. *Tafsir Ath-Thabari*. Jakarta: Pustaka Azzam
- Al-Fauzan, S. bin F. 2013. Mulakhhkas fiqhi Jilid 3 : Panduan lengkap fiqih / Syaikh Shaleh bin Fauzan bin Abdullah al-Fauzan; penerjemah: Sufyan bin Fuad Baswedan | Perpustakaan UIN Sultan Syarif Kasim Riau. Pustaka Ibnu Katsir.
- Ameta, R., Solanki, M.S., Benjamin, S. dan Ameta, S.C. 2018. Photocatalysis. *Advanced Oxidation Processes for Wastewater Treatment: Emerging Green Chemical Technology*.
- Andrieux, J., Gardiola, B. dan Dezellus, O. 2018. Synthesis of Ti Matrix Composites Reinforced With Tic Particles: In Situ Synchrotron X-Ray Diffraction and Modeling. *Journal of Materials Science*, 53(13): 9533–9544.
- Antony, A.J., Jelastin Kala, S.M., Joel, C., Bennie, R.B. dan Praveendaniel, S. 2021. Enhancing The Visible Light Induced Photocatalytic Properties Of  $\text{WO}_3$  Nanoparticles by Doping With Vanadium. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 157:110169.
- Bemis, R., Nelson, Ngatijo, Nurjanah, S. dan Maghviroh, N. 2019. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Zno/Karbon Aktif dan Aplikasinya Pada Degradasi Rhodamin B. *Chempublish Journal*, 4(2): 101–113.
- Cahyo, I.N. 2020. Sintesis dan Karakterisasi  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Terdoping  $\text{Fe}^{3+}$  Dengan Metode Lelehan Garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$ . Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Cao, Z.P., Wang, C.M., Zhao, T.L., Yu, S.L., Wu, H.Z., Wang, Y.M., Wang, Q., Liang, Y., Wei, Y.N., Zhang, Y., Liu, Y. dan Tang, X.S. 2015. Piezoelectric Properties and Thermal Stabilities of Strontium Bismuth Titanate ( $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ). *Ceramics International*, 41(10): 13974–13982.
- Chang, Y., Wu, J., Yang, B., Zhang, S., Lv, T. dan Cao, W. 2014. Synthesis and Properties of High Aspect Ratio  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Microplatelets. *Materials Letters*, 129: 126–129.
- Chen, Z., Jiang, X., Zhu, C. dan Shi, C. 2016. Chromium-Modified  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Photocatalyst: Application For Hydrogen Evolution and Pollutant Degradation. *Applied Catalysis B: Environmental*, 199: 241–251.

- Cui, Z., Yang, H., Zhang, M., Zhang, H., Su, J. dan Li, R. 2016. Adsorption and Photocatalysis Performance of  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Nanoparticles Synthesized Via A Polyacrylamide Gel Route. *Materials Transactions*, 57.
- Gao, M., Zhu, L., Peh, C.K. dan Ho, G.W. 2019. Solar Absorber Material and System Designs For Photothermal Water Vaporization Towards Clean Water and Energy Production. *Energy & Environmental Science*, 12(3): 841–864.
- Gu, D., Qin, Y., Wen, Y., Li, T., Qin, L. dan Seo, H.J. 2017. Electronic Structure and Optical Properties of V-doped  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds*, 695: 2224–2231.
- Gu, Y., Yu, F., Chen, J. dan Zhang, Q. 2022. Facile Synthesis of Sillén-Aurivillius Layered Oxide  $\text{Bi}_7\text{Fe}_2\text{Ti}_2\text{O}_{17}\text{Cl}$  with Efficient Photocatalytic Performance for Degradation of Tetracycline. *Catalysts*, 12(2): 221.
- 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 Transactions*, 58(3): 383–389.
- Gupta, S.K. dan Mao, Y. 2021. A Review on Molten Salt Synthesis of Metal Oxide Nanomaterials: Status, Opportunity, and Challenge. *Progress in Materials Science*, 117.
- Han, C., Liu, J., Yang, W., Wu, Q., Yang, H. dan Xue, X. 2017. Photocatalytic Activity of  $\text{CaTiO}_3$  Synthesized by Solid State, Sol–Gel and Hydrothermal Methods. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 81(3): 806–813.
- Hao, H., Liu, H. dan Ouyang, S. 2009. Structure and Ferroelectric Property of Nb-Doped  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Ceramics. *Journal of Electroceramics*, 22(4): 357–362.
- Hariganesh, S., Vadivel, S., Maruthamani, D. dan Rangabhashiyam, S. 2020. Disinfection by-Products in Drinking Water. Butterworth-Heinemann.
- He, R., Xu, D., Cheng, B., Yu, J. dan Ho, W. 2018. Review on Nanoscale Bi-Based Photocatalysts. *Nanoscale Horizons*, 3(5): 464–504.
- He, X. dan Zhang, C. 2019. Recent Advances in Structure Design For Enhancing Photocatalysis. *Journal of Materials Science*, 54(12): 8831–8851.
- Hincapié, C.M.B., Cárdenas, M.J.P., Orjuela, J.E.A., Parra, E.R. dan Olaya Florez, J.J. 2012. Physical-Chemical Properties of Bismuth and Bismuth Oxides: Synthesis, Characterization and Applications | Propiedades físico-químicas del bismuto y óxidos de bismuto: Síntesis, caracterización y aplicaciones. *DYNA (Colombia)*, 79(176): 139–148.
- Huang, X., Yan, X., Wu, H., Fang, Y., Min, Y., Li, W., Wang, S. dan Wu, Z. 2016. Preparation of Zr-doped  $\text{CaTiO}_3$  With Enhanced Charge Separation Efficiency and Photocatalytic Activity. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 26(2): 464–471.

- Iqbal. 2020. Pengelolaan dan Pemanfaatan Sumber Daya Alam dalam Perspektif Ekonomi Islam. *Al-Hisab: Jurnal Ekonomi Syariah*. 1(1): 8–21.
- Jiang, X.P., Fu, X.L., Chen, C., Tu, N., Xu, M.Z., Li, X.H., Shao, H. dan Chen, Y.J. 2015. High Performance Aurivillius Type  $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{4.5}\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Piezoelectric Ceramics With Neodymium and Cerium Modification. *Journal of Advanced Ceramics*, 4(1): 54–60.
- Kajbafvala, A., Ghorbani, H., Paravar, A., Samberg, J.P., Kajbafvala, E. dan Sadrnezhaad, S.K. 2012. Effects of Morphology on Photocatalytic Performance of Zinc Oxide Nanostructures Synthesized by Rapid Microwave Irradiation Methods. *Superlattices and Microstructures*, 51(4): 512–522.
- Karnelasatri dan Mikrianto, E. 2019. Perbandingan Sifat Feroelektrik Pada Sintesis Oksida Logam Aurivillius  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Empat Lapis Dengan Metode Hidrotermal Comparison of Ferroelectric Properties on The Synthesis of Aurivillius Metal Oxide. *Indonesian Journal of Chemical Research*, 6(2): 67–73.
- Karunakaran, C. dan Senthilvelan, S. 2005. Photocatalysis With  $\text{ZrO}_2$ : Oxidation of Aniline. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 233(1–2): 1–8.
- Khairurrijal, K. 2014. Distribusi Celah Pita Energi “Titania Kotor”.
- Kimura, T. 2011. "Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders", in *Advances in Ceramics-Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications*. London, United Kingdom: IntechOpen
- Li, B.R., Liu, X.T., Chen, P.L. dan 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.
- Lin, Y., Zhang, Y., Sun, C., Zhan, S., Yuan, Q. dan Yang, H. 2020. Energy Storage Performance in Polymer Dielectrics by Introducing 2D  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Nanosheets. *Ceramics International*, 46(10): 15270–15275.
- Liu, R., Zhan, Y., Liu, L., Liu, Y. dan Tu, D. 2020. Morphology Analysis and Luminescence Properties of  $\text{YVO}_4:\text{Sm}^{3+},\text{Eu}^{3+}$  Prepared by Molten Salt Synthesis. *Optical Materials*, 100: 109633.
- Liu, X., Xu, L., Huang, Y., Qin, C., Qin, L. dan Seo, H.J. 2017a. 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.
- Liu, Y., Zhu, G., Gao, J., Hojamberdiev, M., Zhu, R., Wei, X., Guo, Q. dan Liu, P. 2017b. Enhanced Photocatalytic Activity of  $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Nanosheets by  $\text{Fe}^{3+}$ -Doping and The Addition of Au Nanoparticles: Photodegradation of Phenol and Bisphenol A. *Applied Catalysis B: Environmental*, 200: 72–82.



- Liu, Y., Zhu, G., Peng, J., Gao, J., Wang, C. dan Liu, P. 2017c. One-Step Molten-Salt Method Fabricated  $\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_7/\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$  Composites With Enhanced Photocatalytic Activity. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28(2): 2172–2182.
- Mano, T., Nishimoto, S., Kameshima, Y. dan Miyake, M. 2015. Water Treatment Efficacy of Various Metal Oxide Semiconductors For Photocatalytic Ozonation Under UV and Visible Light Irradiation. *Chemical Engineering Journal*, 264: 221–229.
- Maulidianingtiyas, H., Prasetyo, A.D., Haikal, F., Cahyo, I.N., Istighfarini, V.N. dan Prasetyo, A. 2021. Pengaruh Penggantian Kation-A/Sr oleh Ba Pada Morfologi Partikel  $\text{Ba}_x\text{Sr}_{(1-x)}\text{TiO}_3$  ( $x = 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8$ ) Hasil Sintesis dengan Metode Lelehan Garam. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 17(2): 211.
- Meerbergen, K., Crauwels, S., Willems, K.A., Dewil, R., Van Impe, J., Appels, L. dan Lievens, B. 2017. Decolorization of Reactive Azo Dyes Using A Sequential Chemical and Activated Sludge Treatment. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 124(6): 668–673.
- Meir, R. 2017. Molten Salt Synthesis of Perovskite-Type Oxides Molten Salt Synthesis of Perovskite-Type Oxides.
- Misbah, Y.D.L.M. 2015. Degradasi Methylene Blue Menggunakan Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$ /Zeolit Dengan Sinar Matahari. *American journal of therapeutics*, 10(4): 289–291.
- Misfadhila, S., Adhelina, E., Rilda, Y., Arief, S. dan Zulhadjri. 2015. Sintesis dan Sifat Dielektrik Senyawa Aurivillius Lapis Empat  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang Didoping dengan  $\text{Nd}^{3+}$  dan  $\text{Mn}^{4+}$ . *ALCHEMY jurnal penelitian kimia*, 11(2): 127–134.
- Nayak, P., Badapanda, T. dan Panigrahi, S. 2017. Investigation of Site Selectivity of Lanthanum in  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Ceramic by Structural, Dielectric, Ferroelectric and Conduction Behavior. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28(1): 625–632.
- Nayak, P., Badapanda, T., Pattanayak, R., Mishra, A., Anwar, S., Sahoo, P. dan Panigrahi, S. 2014. Structural, Electrical, and Optical Behavior of Strontium Bismuth Titanate Ceramic. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 45(4): 2132–2141.
- Noda, M., Nomura, S., Uchida, H., Yamashita, K. dan Funakubo, H. 2012. A New  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}/\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Thin-Film Capacitor For Excellent Electric Stability. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 59(9): 1888–1893.

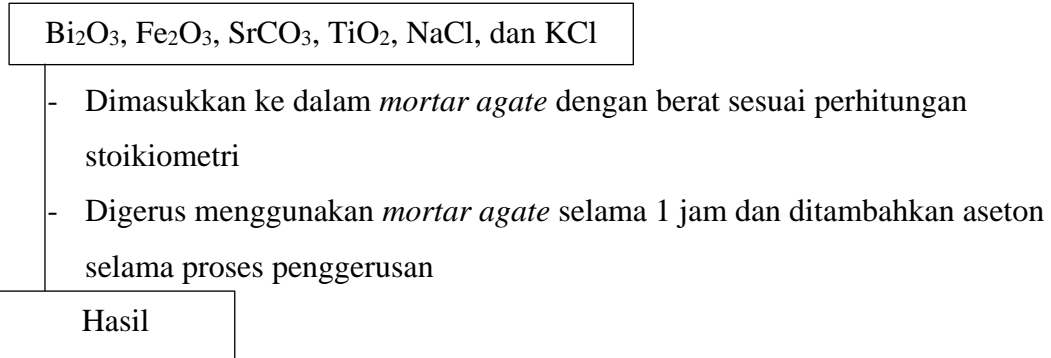
- Peng, D., Zou, H., Xu, C., Wang, X., Yao, X., Lin, J. dan Sun, T. 2012. Upconversion Luminescence, Ferroelectrics And Piezoelectrics of Er Doped  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ . *AIP Advances*, 2(4): 0–10.
- Regmi, C., Kshetri, Y.K., Kim, T.H., Pandey, R.P. dan Lee, S.W. 2017. Visible-Light-Induced Fe-doped  $\text{BiVO}_4$  Photocatalyst For Contaminated Water Treatment. *Molecular Catalysis*, 432: 220–231.
- Safaei-Naeini, Y., Aminzare, M. dan 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.
- Saravanan, R., Gracia, F. dan Stephen, A. 2017. Basic Principles, Mechanism, and Challenges of Photocatalysis. 19–40.
- Shihab, M. Quraish. 2021. *Tafsir Al-Mishbah*. Jakarta: Lentera Hati
- Souza, R.D. 2008. Synthesis and Characterisation of Materials With Potential Multiferroic Behaviour. The University of Birmingham.
- Suparno 2010. Degradasi Zat Warna Indigosol dengan Metode Oksidasi Katalitik Menggunakan Zeolit Alam Teraktivasi dan Ozonasi. Universitas Indonesia.
- Tu, S., Zhang, Y., Reshak, A.H., Auluck, S., Ye, L., Han, X., Ma, T. dan 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.
- Umam, J. dan Rosyidah, A. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  dengan Metode Solid State. *Jurnal Sains dan Seni Pomits*, 2(1): 7–10.
- Wang, Y., Zhang, R., Li, J., Li, L. dan Lin, S. 2014. First-Principles Study on Transition Metal-Doped Anatase  $\text{TiO}_2$ . *Nanoscale Research Letters*, 9(1): 46.
- Wei, J., Li, H., Mao, S., Zhang, C., Xu, Z. dan Dkhil, B. 2012. Effect of Particle Morphology on The Photocatalytic Activity of  $\text{BiFeO}_3$  Microcrystallites. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 23(10): 1869–1874.
- Xu, H.M., Sun, X.F., Wang, S.Y., Song, C. dan Wang, S.G. 2018. Development of Laccase/Graphene Oxide Membrane For Enhanced Synthetic Dyes Separation and Degradation. *Separation and Purification Technology*, 204: 255–260.
- 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. 2021. Improved Photocatalytic Properties of Fe(III) Ion Doped  $\text{Bi}_2\text{MoO}_6$  For The Oxidation of Organic Pollutants. *Ceramics International*, 47(4): 5786–5794.

- Yin, X., Li, X., Gu, W., Zou, W., Liu, H., Zhu, L., Fu, Z. dan 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, F., Wang, X., Liu, H., Liu, C., Wan, Y., Long, Y. dan Cai, Z. 2019. Recent Advances and Applications of Semiconductor Photocatalytic Technology. *Applied Sciences*, 9(2489).
- Zulhadjri, Afni, S.E. dan Arief, S. 2013. Sintesis Senyawa Aurivillius  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  yang Didoping Kation  $\text{La}^{3+}$  dengan Metode Lelehan Garam. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, 489–494.
- Zulhadjri, Wendari, T.P., Ramadhani, R., Putri, Y.E. dan Imelda 2021.  $\text{La}^{3+}$  Substitution Induced Structural Transformation in  $\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  Aurivillius Phases: Synthesis, Morphology, Dielectric and Optical Properties. *Ceramics International*, 47(16): 23549–23557.
- Zuniga, J.P., Abdou, M., Gupta, S.K. dan Mao, Y. 2018. Molten-Salt Synthesis of Complex Metal Oxide Nanoparticles. *Journal of Visualized Experiments : JoVE*, (140): 1–7.

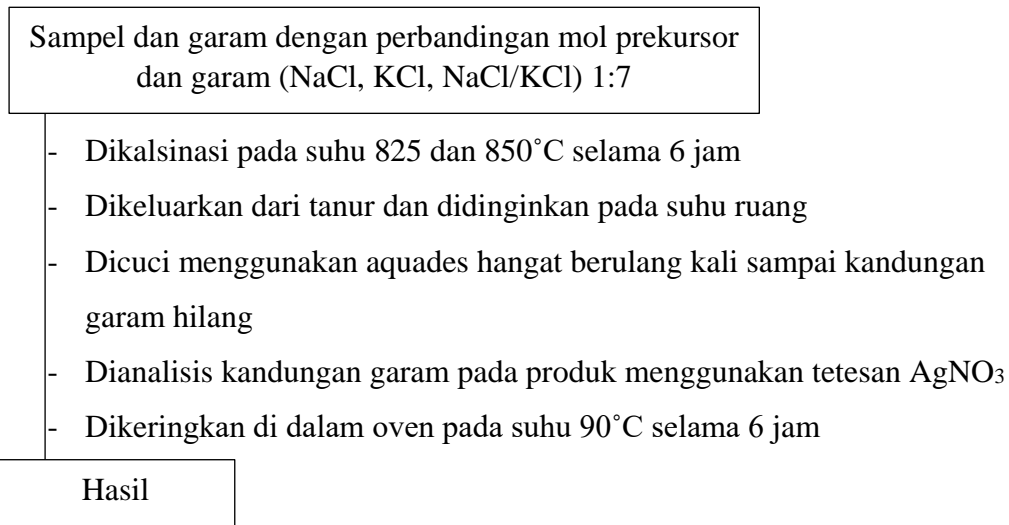
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Diagram Alir

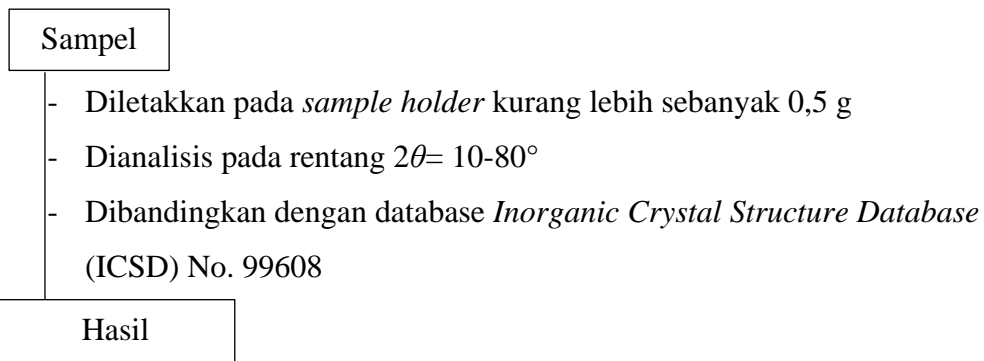
#### L.1.1 Preparasi Bahan



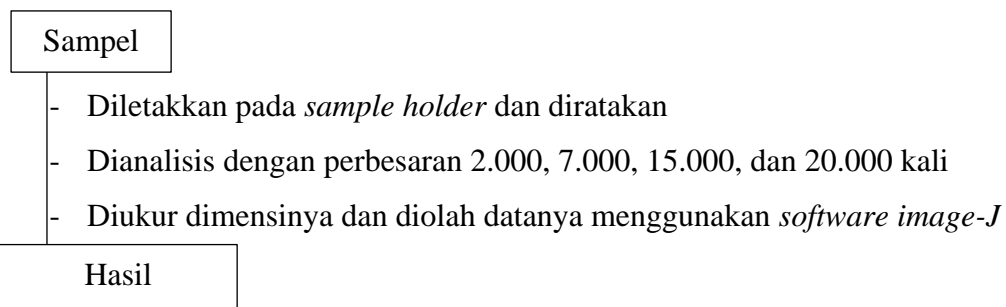
#### L.1.2 Sintesis SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub> dengan Metode Lelehan Garam



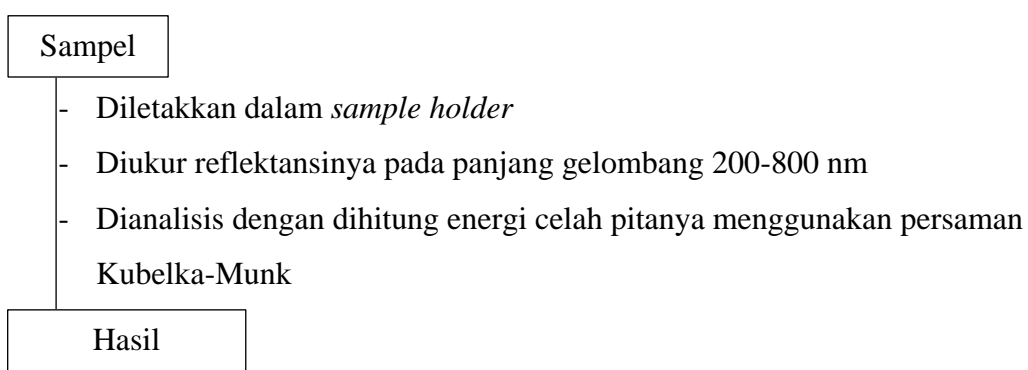
#### L.1.3 Karakterisasi dan Analisis Menggunakan XRD



#### L.1.4 Karakterisasi dan Analisis Menggunakan SEM-EDS



#### L.1.5 Karakterisasi dan Analisis Menggunakan UV-Vis DRS



## Lampiran 2. Perhitungan

Pada penelitian ini akan disintesis senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  menggunakan metode lelehan garam dengan variasi garam NaCl, KCl, dan campuran (NaCl/KCl). Prekursor yang digunakan yaitu  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ , dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan perbandingan prekursor:garam yaitu 1:7 sehingga perhitungannya adalah sebagai berikut :

Diketahui :

$$\text{Mr SrCO}_3 : 147,6289 \text{ g/mol}$$

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

$$\text{Mr TiO}_2 : 79,9 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Fe}_2\text{O}_3 : 159,69 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Sr} : 87,62 \text{ g/mol}$$

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

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

$$\text{Ar Fe} : 55,845 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar O} : 15,999 \text{ g/mol}$$



$$\begin{aligned} \text{a) Mol SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15} &= \frac{\text{Massa SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}}{\text{Mr SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}} \\ &= \frac{3 \text{ gram}}{1355,3919 \text{ g/mol}} \\ &= 0,0022 \text{ mol} \end{aligned}$$

## b) Massa Prekursor

- Massa  $\text{SrCO}_3 = 1 \times 147,6289 \text{ g/mol} \times 0,0022 \text{ mol}$   
 $= 0,3248 \text{ gram}$
- Massa  $\text{Bi}_2\text{O}_3 = 2 \times 465,96 \text{ g/mol} \times 0,0022 \text{ mol}$   
 $= 2,0502 \text{ gram}$
- Massa  $\text{TiO}_2 = 3,95 \times 79,9 \text{ g/mol} \times 0,0022 \text{ mol}$   
 $= 0,6943$
- Massa  $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,025 \times 159,69 \text{ g/mol} \times 0,0022 \text{ mol}$   
 $= 0,0088 \text{ gram}$

## c) Massa Garam

- Massa NaCl

$$\begin{aligned} \text{Mol NaCl} &= 7 \times \text{mol SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15} \\ &= 7 \times 0,0022 \text{ mol} \\ &= 0,0154 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaCl} &= \text{mol NaCl} \times \text{Mr NaCl} \\ &= 0,0154 \text{ mol} \times 58,34 \text{ g/mol} \\ &= 0,8984 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Massa KCl

$$\begin{aligned} \text{Mol KCl} &= 7 \times \text{mol SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15} \\ &= 7 \times 0,0022 \text{ mol} \\ &= 0,0154 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa KCl} &= \text{mol KCl} \times \text{Mr KCl} \\ &= 0,0154 \text{ mol} \times 74,555 \text{ g/mol} \\ &= 1,1481 \text{ gram}\end{aligned}$$

- Massa garam campuran (NaCl/KCl)

Perbandingan mol NaCl : KCl = 1 : 1

Massa NaCl = 0,8984 gram

Massa KCl = 1,1481 gram



**Lampiran 3. Perhitungan Massa Unsur dalam Senyawa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub>  
Secara Teoritis**

$$\% \text{massa unsur dalam senyawa} = \frac{\text{Ar total unsur}}{\text{Mr senyawa}} \times 100\%$$

- **Mr Senyawa SrBi<sub>4</sub>Ti<sub>3,95</sub>Fe<sub>0,05</sub>O<sub>15</sub>**  
 $= (1 \times \text{Sr}) + (4 \times \text{Bi}) + (3,95 \times \text{Ti}) + (0,05 \times \text{Fe}) + (15 \times \text{O})$   
 $= (1 \times 87,62) + (4 \times 208,98) + (3,95 \times 47,867) + (0,05 \times 55,845) +$   
 $(15 \times 15,999) \text{ gram/mol}$   
 $= 87,62 + 835,92 + 189,07 + 2,79 + 239,98 \text{ gram/mol}$   
 $= 1355,39 \text{ gram/mol}$
- **%Massa Sr** =  $\frac{87,62 \text{ g/mol}}{1355,39 \text{ g/mol}} \times 100\% = 6,46\%$
- **%Massa Bi** =  $\frac{835,92 \text{ g/mol}}{1355,39 \text{ g/mol}} \times 100\% = 61,67\%$
- **%Massa Ti** =  $\frac{189,07 \text{ g/mol}}{1355,39 \text{ g/mol}} \times 100\% = 13,95\%$
- **%Massa Fe** =  $\frac{2,79 \text{ g/mol}}{1355,39 \text{ g/mol}} \times 100\% = 0,21\%$
- **%Massa O** =  $\frac{239,98 \text{ g/mol}}{1355,39 \text{ g/mol}} \times 100\% = 17,71\%$

#### Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS

- **Perhitungan Panjang Gelombang Senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  Menggunakan Garam NaCl**

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s. } 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,34 \text{ eV}} = 531 \text{ nm}$$

- **Perhitungan Panjang Gelombang Senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  Menggunakan Garam KCl**

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s. } 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,32 \text{ eV}} = 535 \text{ nm}$$

- **Perhitungan Panjang Gelombang Senyawa  $\text{SrBi}_4\text{Ti}_{3,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{15}$  Menggunakan Garam NaCl/KCl**

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s. } 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,55 \text{ eV}} = 487 \text{ nm}$$